



Faculté des Sciences de l'Ingénieur  
Département de Génie Civil

## THESE

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat d'Etat

Spécialité: Matériaux

Par

*Nourredine ARABI*

*Contribution à l'étude du comportement  
mécanique du composite Ciment-Verre et  
durabilité des fibres de verre*

Directeur de thèse: Bachir REDJEL      Professeur      Université de Annaba

Devant la commission d'examen composée de:

Président:	Med Faouzi HABITA	Professeur	Université de Annaba
Examineurs:	Hacene HOUARI	Professeur	Université de Constantine
	Mohamed BOUHICHA	Professeur	Université de Laghouat
	Raoul JAUBERTHIE	HDR	INSA de Rennes (France)

*à la Mémoire de mon Père*

## **Remerciements**

Cette thèse est le fruit d'une collaboration dans le cadre d'un accord programme CMEP entre le Laboratoire GTMa de l'INSA de Rennes (France) qui a été dirigé par le Professeur Michel Laquerbe aujourd'hui en retraite que je le remercie vivement et le Laboratoire de Génie Civil de l'université de Annaba.

La direction de cette thèse a été assurée par Monsieur le Professeur Bachir Redjel directeur du Laboratoire et qui a été aussi co-responsable algérien de l'accord programme. La présente étude est le fruit de sa collaboration et de sa plus grande rigueur tant sur le plan scientifique que sur le plan de l'encadrement. Je ne le remercierai jamais assez pour son aide précieuse et ses directives.

Je tiens tout particulièrement à remercier monsieur Raoul Jauberthie, HDR à l'INSA de Rennes, pour son soutien assidu et si précieux pendant toute la durée de mon séjour à l'INSA.

Je tiens à remercier :

Le Professeur Med Faouzi Habita pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant le jury.

Le Professeur Hacène Houari de l'université de Constantine non seulement d'avoir accepté d'examiner ce travail mais aussi pour son entière disponibilité lorsqu'il est sollicité à participer dans un jury à l'université de Annaba.

Le Professeur Mohamed Bouhicha de l'université de Laghouat pour l'honneur qu'il m'a fait en examinant ce travail.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance à mes collègues enseignants du département de génie civil pour leur soutien et particulièrement le Dr Jahid Zeghich pour avoir toujours être disponible autant pour la manipulation de la chaîne de mesure.

Je tiens à associer d'autres personnes à la réalisation de ce travail et je pense notamment aux personnels enseignants et techniques de l'INSA de Rennes.

J'adresse mes sentiments les plus respectueux aux membres de ma famille qui m'ont toujours soutenu et aidé. Et je terminerai mes remerciements en exprimant tout mon respect à ma femme qui m'a sans cesse soutenu et encouragé à terminer ce travail.

## RÉSUMÉ

Ce travail porte sur l'étude du comportement mécanique d'un matériau composite à matrice cimentaire renforcée de fibres de verre courtes orientées au hasard, ainsi des mécanismes de dégradation des fibres de verre dans une matrice cimentaire. Une étude bibliographique sur les fibres de verre, sur le renforcement du composite ciment-verre et sur la durabilité des fibres de verre dans les matrices alcalines a permis de dresser l'état de l'art dans le domaine.

La formulation d'un composite a été dégagée répondant à des objectifs de faisabilité et d'amélioration des caractéristiques physico-mécaniques. Le principe de renfort multi-échelles conduit à l'utilisation de trois dimensions de fibres de verre avec des taux de renforcement progressifs.

La caractérisation mécanique du composite sous chargement statique en flexion et en compression montre que l'effet de renforcement n'est bénéfique que dans le cas de la première sollicitation. Une synergie matrice-renfort a été constatée avec les fibres longues et un dosage volumique à partir de 1,5%. Le comportement en fatigue caractérisé par la courbe de Wöhler dans ce cas des matériaux se singularise par une forte dispersion dans les résultats de vie liée surtout à l'aspect aléatoire du phénomène de fatigue ainsi qu'à l'hétérogénéité du matériau. Les essais cycliques démontrent le caractère fragile de ces matériaux et même avec des cycles de faible amplitude de chargement aucune accommodation de ceux-ci n'est à signaler. Une approche probabiliste basée sur le modèle de Weibull a été utilisée pour apporter des éléments de réponse quant à la dispersion des résultats ainsi qu'à leur analyse statistique.

Le dernier chapitre traite la durabilité des fibres dans un milieu cimentaire et c'est l'inconvénient majeur des fibres de verre dans de tel milieu. Une incompatibilité totale entre le ciment et les fibres de verre est enregistrée en présence surtout d'un environnement à fort taux d'humidité et une telle conservation est à proscrire. En présence de milieux plus secs les observations au microscope électronique à balayage ne décèlent pas la présence d'altérations des fibres. Par ailleurs la diminution des résistances mécaniques en flexion est bien présente. Ceci conforte bien la complexité du phénomène. L'influence du niveau d'alcalinité des ciments CEM II et CEM I et l'inclusion d'une addition minérale telle que la fumée de silice n'ont pas abouti à l'effet désiré.

**Mots Clés :** Fibres de verre, matrice cimentaire, formulation, renforcement, fatigue, durabilité, fumée de silice.

## ABSTRACT

This piece of work deals with the study of the mechanical behaviour and the mechanisms of glass fibres degradation in a cement matrix. First, a study of previous work on glass fibres, reinforcement of the composite cement-glass and endurance of glass fibres in alkaline matrixes was undertaken.

A formulation of a composite was brought out according to its feasibility and the improvement of its physical and mechanical characteristics. The principle of multi-scale reinforcement requires the use of three dimensions of glass fibres with progressive reinforcement rates.

The mechanical characterization of the composite under static loading (flexion and compression) shows that the effect of reinforcement is better than that in flexion. A synergy matrix-reinforcement was also observed with long fibres and at a volume quantity from 1.5%. The behaviour in fatigue, as defined by the Wöhler curve in such materials, is marked by a strong dispersion in the life results due to the arbitrary aspect of the fatigue. Cyclic tests show the fragile character of these materials and even with cycles of low loading amplitude no material was adapted. A probabilistic approach based on the Weibull model was used to explain at some extents the dispersion of the obtained results.

Finally, the endurance of fibres in a cement medium which is the major problem of glass fibres in such a medium is then undertaken. It is shown that there is a strong incompatibility between the cement and the glass fibres in a medium characterized by high humidity contents and such a conservation is therefore restricted. However, in a dry medium electron microscope analyses show no fibre alteration. Moreover, the mechanical resistances (in flexion) in such medium are reduced. This confirms well the complexity of the phenomenon. On the other hand, the influence of the alkalinity rates of cement CEM II and cement CEM I and the effect of mineral addition such as the silica fume did not give the expected effect.

**Key words:** Glass fibres, cement matrix, formulation, reinforcement, fatigue, durability, silica fume.

# TABLE DES MATIERES

<b>Résumés</b>	
<b>Table des matières</b>	I
<b>Listes des figures et tableaux</b>	VI
<b>Introduction</b>	1
<b>Chapitre I : Etude Bibliographique</b>	4
<b>1. – Généralités sur les matériaux composites</b>	5
1.- Historique	5
2.- Généralités sur les matériaux renforcés par des fibres	6
2.1- Définition	6
2.2- La matrice	6
2.3- Les fibres	6
2.3.1- Les fibres d’amiante	9
2.3.2- Les fibres de fonte	9
2.3.3- Les fibres de polypropylène	9
2.3.4- Les fibres d’acier	10
2.3.5- Les fibres de verre	11
- Principe de fabrication	11
- Elaboration du verre	11
- Fibrage du verre	12
- Ensimage des fils de verre	13
- Composition et propriétés mécaniques des verres textiles	14
2.4 - L’interface	15
2.4.1- L’adhésion mécanique	16
2.4.2- L’adhésion physico-chimimique	16
<b>2. – Le Composite Ciment-Verre (CCV)</b>	17
1.- Introduction	17
2.- Les constituants du composite ciment-verre	18
2.1- Le ciment	18

---

- Le ciment anhydre	18
- Le ciment hydraté	19
2.2- Le sable	21
2.3- L'eau	21
2.4- Adjuvants	21
2.5- Le renfort	22
3.- La mise en œuvre des CCV	22
3.1- "Eclatement" des fibres lors du malaxage	23
3.2- Caractéristiques rhéologiques	24
3.2.1- Rôles de l'éclatement de la fibre et du paramètre $V_f \cdot \frac{1}{d}$	24
3.2.2- Effet d'orientation des fibres	25
3.3- Méthodes de mise en œuvre des CCV	26
- Méthode Prémix	26
- La méthode de Projection	26
4.- Fissuration et mécanisme des fibres	27
4.1.- Mécanisme d'arrêt de la fissuration	27
4.2- Théorie d'A.C.K	28
4.3- Mécanisme d'action des fibres	29
4.4- Mécanisme de décollement des fibres	32
4.4.1- Notion de longueur des fibres	32
5.- Evaluation des propriétés mécaniques	34
5.1- Propriétés élastiques : Approche basée sur la loi des mélanges	34
5.2.- Prédiction de la contrainte du composite	36
5.3- Approche probabiliste	37
6.- Comportements mécanique des CCV	39
6.1- Comportement en traction direct	39
6.2- Traction par fendage	40
6.3- Comportement en flexion	42
6.4- Comportement en compression	44
6.5- Comportement sous sollicitations cycliques	45
6.5.1- Introduction	45
6.5.2- Les paramètres mécaniques définissant la fatigue	46
6.5.3- Les différents types d'essais pour les composites cimentaires	47

---

6.5.4- Rôle de l'interface fibre-matrice	48
6.5.5- la limite d'endurance	49
7.- Conclusion	51
<b>3. – Durabilité</b>	52
1.- Introduction	52
2.- Les mécanismes d'attaque chimique du verre par une solution alcaline	53
2.1.- Le mécanisme d'alcanisation (Leaching)	53
2.2.- Le mécanisme de dissolution du réseau (etching)	55
3.- Amélioration de la durabilité	57
3.1-Amélioration au niveau de la matrice	58
3.2.-Amélioration au niveau des fibres	59
4.- Conclusion	60
<b>Chapitre II : Matériaux utilisés et Techniques expérimentales</b>	61
<b>1.- Matériaux utilisés</b>	62
1.- Les ciments	62
2.- Le sable	63
3.- La fibre de verre	64
4.- Le fluidifiant	66
5.- La fumée de silice	66
<b>2.- Techniques expérimentales</b>	68
1.- La mise en œuvre	68
1.1- Malaxage	68
1.2- Coulage et Vibration	68
2.- Détermination de la maniabilité	69
3.- Mesure d'air occlus	69
4.- Les modes de conservation des échantillons	70
5.- Variations dimensionnelles	71
6.- Résistance en traction par flexion 4 points	72
7.- Résistance en compression	73
8.- Essai de fatigue	74
9.- Microscope électronique à balayage (M.E.B)	75

10.- Diffraction des rayons X	76
<b>3.- Formulation</b>	78
1.- Démarches de la formulation	78
1.1- Première approche	79
1.2- Deuxième démarche de la formulation	83
2.- Conclusion	88
 <b>Chapitre III : Comportements mécanique : Analyses des résultats</b>	 89
<b>1.- Variations dimensionnelles et pondérales</b>	90
1.- Variations dimensionnelles	90
1.1- L'effet du dosage en fibres	91
1.2- L'effet de la longueur des fibres	93
2.- Variations pondérales	94
 <b>2.- Comportements à rupture des CCV</b>	 97
1.- Comportement en compression	97
2.- Comportement en traction	100
3.- Comportement en flexion	102
4.- Mode de rupture des échantillons en flexion 4 points	105
5.- Conclusion	107
 <b>3.- Résistance en flexion</b>	 108
1.- Résultats de mesures	108
2.- Influences des longueurs et des teneurs en fibres sur la résistance en flexion	108
3.- Application de la loi des mélanges	112
4.- Influence des fibres sur la ténacité en flexion	115
5.- Conclusion	118
 <b>4.- Résistance en compression</b>	 120
1.- Résultats de mesures	120
2.- Influences de la taille et des taux en fibres sur la résistance en compression	120
3.- Conclusion	124
 <b>5.- Approche probabiliste</b>	 125

---

1.- Introduction	125
2.- Analyse statistique des résultats	125
3.- Application du modèle de Weibull	127
4.- Influence des paramètres de forme et d'échelle	129
5. Conclusion	132
<b>6.-Comportement en fatigue</b>	<b>133</b>
1.- Définition de la procédure de chargement	133
2.- Relation entre le taux de chargement et le nombre de cycles à rupture	134
3.- Conclusion	136
<i>Chapitre IV : Durabilité des fibres</i>	137
<b>1- Durabilité des fibres</b>	<b>138</b>
1.- Introduction	138
2.- Cas d'utilisation du ciment CEM II 32,5 R	138
2.1- Formulation	138
2.2- Evolution de la résistance en flexion	139
2.3- Evolution de la résistance en compression	144
2.4- Analyse par diffraction X	146
2.5- Observations au microscope électronique à balayage (MEB)	148
2.6- Conclusion	155
3.- Cas d'utilisation du ciment CEM I 52,5	157
3.1- Evolution de la résistance en flexion	157
3.2- Evolution de la résistance en compression	160
3.3- Observations au microscope électronique à balayage (MEB)	162
3.4- Conclusion	165
<b>Conclusion Générale et Perspectives</b>	<b>166</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>170</b>
<b>Annexes (Tableaux)</b>	<b>180</b>

# Liste des Figures

## Chapitre I

Fig I-1 : Composition générale d'un matériau composite	6
Fig I-2 : Fibres métalliques	10
Fig I-3 : Procédé d'étirage du verre par le procédé "fusion directe".	12
Fig I-4 : Représentation schématique d'une interface	16
Fig I-5 : Processus de l'hydratation	20
Fig I-6 : Schématisation du comportement en traction uniaxiale de la matrice cimentaire	21
Fig I-7 : Exemple des courbes charge-déplacement des CCV en fonction du temps de malaxage.	23
Fig I-8 : Effet de la teneur en fibres de verre sur l'ouvrabilité des bétons	25
Fig I-9 : Résistance à la traction en fonction de la teneur en fibre $V_f$ pour les trois degrés de liberté de la distribution des fibres	26
Fig I-10 : Illustration du processus de fissuration d'une matrice cimentaire	29
Fig I-11 : Modèle de transfert de charge élastique	30
Fig I-12 : Répartition longitudinale de la contrainte axiale dans la fibre et la contrainte de cisaillement à l'interface fibre-matrice.	30
Fig. I-13 : Répartition de la contrainte de cisaillement à l'interface fibre-matrice dans une matrice fissurée.	31
Fig. I-14 : Equilibre d'une fibre droite et alignée	32
Fig. I-15 : Longueur critique de fibre et contrainte ultime dans la fibre	33
Fig. I-16 : Coefficient d'efficacité global en fonction du rapport $l/l_c$	36
Fig I-17 : Représentation schématique d'une courbe Contrainte-Déformation d'une matrice renforcée de fibres de verre E (aléatoirement dispersées en 2D)	39
Fig I-18 : Résistance à la traction du ciment armé de fibres de verre en fonction de la teneur en fibres et pour différentes longueurs	40
Fig I-19 : Courbes contraintes-déplacement en traction par fendage	41
Fig I-20 : Tracé de l'équation (23) avec des données expérimentales pour le GFRC	42
Fig I-21 : Distribution des contraintes en flexion pour un béton sans fibres et un béton avec fibres	42
Fig I-22 : Définition de l'indice de ténacité selon l'ASTM C 1018 et JCI SF4	43
Fig I-23 : Résistance en compression en fonction du pourcentage de fibres	45
Fig I-24 : Relation entre taux volumique de fibres de longueur variable et densité du GRC à 28 jours	45
Fig I-25 : Différents cas de sollicitations : efforts-temps, effort-déformation	47
Fig I-26 : Evolution du transfert de charge à l'endroit d'une fissure matricielle	49
Fig I-27 : Résistance à la flexion du ciment portland armés de fibre de verre en fonction du temps de conservation (éch. log)	52
Fig I-28 : Mécanisme de désalcanisation du verre. Ce type d'attaque est caractéristique des solutions acides	54
Fig I-29 : Evolution de la résistance à la traction des fibres de verres en rétention dans des solutions	54
Fig I-30 : Mécanisme d'attaque du verre par une solution alcaline	55
Fig I-31 : Mécanismes d'attaque du réseau du verre par une solution de soude	56
Fig. I-32 : Voies d'améliorations de la durabilité des CCV.	57

**Chapitre II**

Fig II-1 : Distribution granulométrique du sable (superposition de 2 échantillons).	64
Fig II-2 : Fibre de verre utilisée de type Cemfil (A.R).	65
Fig. II-3: Distribution granulométrique de la fumée de silice (analyse faite au laser)	67
Fig. II-4: Observation au MEB de la fumée de silice	67
Fig II-5 : Dispositif de mesure de la variation dimensionnelle pour éprouvette 4x4x16 cm <sup>3</sup>	71
Fig II-6 : Dispositif d'essai de traction par flexion 4 points	72
Fig. II-7: Système de compression instrumenté	74
Fig. II-8: Système de traction par fendage instrumenté	74
Fig II-9: Définition du chargement triangulaire assymétrique ondulé	75
Fig. II-10: Maniabilité en fonction du % et la longueur des fibres	81
Fig II-11: Evolution de la maniabilité en fonction de la longueur des fibres	82
Fig. II-12: Evolution de la rhéologie des mélanges en fonction du rapport ciment/sable	84
Fig. II-13: Variation du volume d'air occlus en fonction du rapport Ciment/sable	87

**Chapitre III**

Fig III-1: Variation du retrait pour différents % de fibres de 3mm en fonction du temps.	92
Fig III-2: Variation du retrait pour différents % de fibres de 6 mm en fonction du temps.	92
Fig III-3: Variation du retrait pour différents % de fibres de 12 mm en fonction du temps.	92
Fig. III-4: Influence de la longueur des fibres sur la variation du retrait ( $V_f=1\%$ ).	93
Fig. III-5: Influence de la longueur des fibres le retrait ( $V_f=2,5\%$ ).	93
Fig. III-6: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 3mm.	95
Fig. III-7: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 6mm.	95
Fig. III-8: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 12mm.	95
Fig. III-9: Variations de retrait en fonction de la perte de masse.	96
Fig. III-10 : Déformations longitudinale et transversale obtenues avec un essai de compression.	98
Fig. III-11 : Mode de rupture en compression de l'échantillon cylindrique.	99
Fig. III-12 : Courbes contrainte-déformation de traction par fendage.	101
Fig. III-13: Mode de rupture en traction par fendage.	102
Fig. III-14: Courbes Contrainte-déformation en flexion 3 points.	103
Fig. III-15 : Déchaussement de la fibre de la matrice (x 2000, MEB).	104
Fig. III-16: Répartition de l'énergie pour un essai de flexion 3 points.	105
Fig. III-17 : Photo montrant la rupture d'un échantillon fibré lors d'un essai de flexion 4 points.	106
Fig. III-18 : Image montrant des fibres déchaussées à la suite d'un essai de flexion.	106
Fig. III-19: Evolution de la résistance en flexion à 7 jours.	109
Fig. III-20: Evolution de la résistance en flexion à 14 jours.	109
Fig. III-21 : Evolution de résistance en flexion à 28 jours.	109
Fig. III-22 : Evolution de la résistance en flexion dans le temps (échantillons avec la longueur de fibre 12 mm).	110
Fig. III-23: Influence de la longueur des fibres sur la résistance en flexion à 28 jours.	111
Fig. III-24 : Rapport de la résistance en flexion des échantillons fibrés à l'échantillon de référence en fonction du taux et taille des fibres et le temps de durcissement.	112
Fig. III-25 : Evolution de la résistance en flexion selon le modèle de Swamy.	113
Fig. III-26: Valeurs des résistances expérimentales par rapport aux valeurs des résistances théoriques pour la longueur 6 mm.	114
Fig. III-27: Valeurs des résistances expérimentales par rapport aux valeurs des résistances théoriques pour la longueur 12 mm.	114

Fig. III-28: Evolution de la résistance apportée par les fibres par rapport à celle de la matrice selon le modèle de Swamy.	115
Fig. III-29 : Evolution de l'énergie dissipée pour la déformation élastique.	116
Fig. III-30 : Evolution de l'énergie dissipée pour la déformation totale.	116
Fig. III-31 : Répartition de l'énergie pour la longueur de fibres de 6 mm.	117
Fig. III-32 : Répartition de l'énergie pour la longueur de fibres de 12 mm.	117
Fig. III-33: Evolution de la résistance en compression à 7 jours.	121
Fig. III-34: Evolution de la résistance en compression à 14 jours.	121
Fig. III-35: Evolution de la résistance en compression à 28 jours.	121
Fig. III-36: Photo prise au MEB montrant les fibres qui sont restées en faisceaux.	122
Fig. III-37: Evolution de la masse volumique en fonction des dosages et longueurs des fibres ( à échéance de 28 jours de durcissement).	123
Fig. III-38: Rapport de la résistance en flexion à la résistance en compression.	123
Fig. III-39: Fréquence d'observation de la taille d'échantillon suivant la loi de Gauss.	127
Fig. III-40 : Probabilité de rupture cumulative en fonction de la contrainte de rupture.	128
Fig. III-41 : Probabilité de rupture des échantillons en fonction de la contrainte appliquée. Forme linéarisée d'après l'équation 21 (chapitre I).	128
Fig. III-42 : Distribution de la densité théorique de Weibull en utilisant les valeurs Expérimentales.	130
Fig. III-43: Représentation de la densité de probabilité théorique de Weibull pour différentes valeurs des facteurs de forme et d'échelle.	131
Fig. III-44: Exemple de boucles d'hystérésis obtenues par un cyclage entre $\sigma_{\min}$ et $\sigma_{\max}$ .	134
Fig. III-45: Courbes de Whöller.	136

#### **Chapitre IV**

Fig. IV-1 : Evolution de la résistance en flexion en milieu humide	140
Fig. IV- 2 : Evolution de la résistance en flexion à l'air libre	140
Fig. IV- 3 : Evolution de la résistance en flexion en salle sèche	140
Fig. IV-4: Diffusion de l'hydroxyde de calcium entre les fibres	141
Fig. IV-5 : Evolution de la résistance en flexion en fonction des milieux de conservation	143
Fig. IV-6 : Evolution de la résistance en flexion en fonction des milieux de conservation	143
Fig. IV-7: pH des échantillons fibrés après 12 mois de durcissement	143
Fig. IV-8 : Evolution de la résistance en compression flexion en milieu humide	145
Fig. IV-9 : Evolution de la résistance en compression flexion à l'air libre	145
Fig. IV-10 : Evolution de la résistance en compression flexion en salle sèche	145
Fig. IV-11: Diagrammes de diffraction X des échantillons	147
Fig. IV-12 : Fibre AR à l'état d'origine	148
Fig. IV-13 : Photo de fibres conservées en salle humide pendant 3 mois	149
Fig. IV-14 : Photo de fibres conservées en salle humide pendant 1 an	149
Fig. IV-15 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle humide durant 3 mois	150
Fig. IV-16 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle humide pendant 1 an.	151
Fig. IV-17 : Photo de fibres conservées à l'air libre durant 3 mois.	152
Fig. IV-18 : Photo de fibres conservées à l'air libre pendant 1 an.	152
Fig. IV-19 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre durant 3 mois.	153
Fig. IV-20 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre pendant 1 an	153

Fig. IV-21 : Photo de fibres conservées en salle sèche durant 3 mois.	154
Fig. IV-22 : Photo de fibres conservées en salle sèche pendant 1 an.	154
Fig. IV-23 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle sèche durant 3 mois.	155
Fig. IV-24 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle sèche pendant 1 an.	155
Fig. IV-25: Evolution de la résistance en flexion en milieu humide	158
Fig. IV-26: Evolution de la résistance en flexion à l'air ambiant	158
Fig. IV-27: Evolution de la résistance en flexion en milieu sec	158
Fig. IV-28: Evolution du pH dans le cas du ciment CEM I 52,5	159
Fig. IV-29: Evolution de la résistance en compression en milieu humide	160
Fig. IV-30: Evolution de la résistance en compression à l'air ambiant	160
Fig. IV-31: Evolution de la résistance en compression en milieu sec	161
Fig. IV-32 : Photo de fibres conservées en milieu humide pendant 1 an	162
Fig. IV-33 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en milieu humide pendant 1 an.	163
Fig. IV-34: Photo de filaments conservés à l'air libre pendant 1 an	164
Fig. IV-35 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre pendant 1 an	164

## Liste des Tableaux

### Chapitre I

Tableau I-1 : Différents types de fibres	7
Tableau I-2 : Principales caractéristiques physiques et mécaniques des fibres les plus utilisées dans le renforcement du béton.	8
Tableau I-3 : Usages des principaux types de verre	14
Tableau I-4 : Compositions de quelques types de verre	14
Tableau I-5 : Principales propriétés mécaniques de quelques types de verre	14
Tableau I-6 : Dénomination et compositions des ciments normalisés.	19
Tableau I-7 : Valeurs de $\beta_0$ relatif à l'orientation des fibres	35

### Chapitre II

Tableau II-1 : Composition chimique des ciments utilisés en (%)	62
Tableau II-2 : Composition minéralogique (en %) des ciments employés sans ajout.	63
Tableau II-3 : Caractéristiques physiques et mécaniques des ciments.	63
Tableau II-4 : Composition chimique du verre A.R.	65
Tableau II-5 : Propriétés physico-mécaniques de la fibre de verre A.R.	65
Tableau II-6 : Caractéristiques physiques et chimiques du fluidifiant	66
Tableau II-7 : Composition chimique de la fumée de silice	66
Tableau II-8 : Taux volumique théorique à incorporer pour les 3 longueurs de fibres utilisées	80
Tableau II-9 : Temps d'écoulement en fonction de la taille et du taux de fibres	80
Tableau II-10 : Compositions des composites ciment-verre testés	83
Tableau II-11 : Temps d'écoulement des mélanges en fonction du rapport C/S	84
Tableau II-12 : Tableau de calcul du volume d'Air Occlus	86
Tableau II-13 : Compositions de la matrice et du composite arrêtées à la suite de l'étude de la formulation	87

### Chapitre III

Tableau III-1 : Propriétés mécaniques obtenues des matériaux de référence et fibrés	99
Tableau III-2 : Principales valeurs remarquables relevées dans l'essai de fendage	100
Tableau III-3 : Données relevées dans la littérature	106
Tableau III-4 : Valeurs des contraintes de rupture et la probabilité de rupture des 45 échantillons.	126
Tableau III-5 : Valeurs limites de contrainte de rupture et des dispersions	126
Tableau III-6 : Paramètres de Weibull relevés dans la littérature	129
Tableau III-7 : Nombre de cycles de chargement jusqu'à rupture	135

### Chapitre IV

Tableau IV-1 : Composition des séries de mortiers utilisés (CEM II 32,5R)	139
---	-----

Tableau IV-2 : Désignation des échantillons (CEM II 32,5R)	139
Tableau IV-3 : Intensités des pics de diffraction X de l'hydroxyde de calcium et la calcite.	146
Tableau IV-4 : Composition des séries de mortiers utilisés (CEM I 52,5)	157
Tableau IV-5 : Désignation des échantillons (CEM I 52,5)	157
<b><u>Annexes</u></b>	
Annexe 1 : Valeurs des mesures du retrait en mm	181
Annexe 2 : Tableau des valeurs des variations pondérales en g	182
Annexe 3 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 7 jours	183
Annexe 4 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 14 jours	183
Annexe 5 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 28 jours	184
Annexe 6 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 7 jours	184
Annexe 7 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 14 jours	185
Annexe 8 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 28 jours	185
Annexe 9 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle humide (CEM II 32,5R)	186
Annexe 10 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres à l'air libre (CEM II 32,5R)	186
Annexe 11 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle sèche (CEM II 32,5R)	187
Annexe 12 : Résistance en compression pour la durabilité des fibres (CEM II 32,5R)	187
Annexe 13 : Résultats de la microanalyse quantitative de l'échantillon FSH3 : Point A	188
Annexe 14 : Résultats de la microanalyse quantitative de l'échantillon FSH3 : Point B	189
Annexe 15: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle humide (CEM I 52,5)	190
Annexe 16: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres à l'air libre (CEM I 52,5)	190
Annexe 17: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle sèche (CEM I 52,5)	191
Annexe 18: Résistance en compression pour la durabilité des fibres (CEM I 52,5)	191

## **INTRODUCTION**

Les matériaux composites sont nés de l'association d'éléments aux caractéristiques additionnelles pour donner à ce conglomérat des propriétés originales. Cependant, les matériaux composites et en particulier les composites à renforts courts ne sont employés de manière systématique que lorsque les matériaux traditionnels ne peuvent plus répondre aux exigences d'utilisation. Une des principales exigences est de résoudre la fragilité des matrices cimentaires qui sont largement utilisées dans la construction. Cette fragilité est la conséquence d'une très mauvaise résistance à la traction qui explique la présence «d'armatures passives» chargée de supporter ce type d'effort. Cependant, cette présence de ferrailages ne semble pas faire une riposte à la propagation des microfissures qui peuvent s'étendre lorsque des efforts de traction se produisent dans la matrice.

Le renforcement de la matrice cimentaire par des fibres, assez courtes et réparties régulièrement dans la matrice, empêchent les microfissures de s'étendre en formant un pontage entre les deux lèvres de la fissure.

Le composite ciment-verre désigné habituellement sous l'appellation CCV apparaît être une combinaison idéale de fibres de verre et de ciment qui permet d'avoir des solutions technologiques intéressantes et de remplacer les produits de type fibrociment. Ces derniers : autrefois à base d'amiante sont actuellement interdits de marché pour des raisons de santé. Il est donc utile de substituer cette amiante par des fibres d'une autre nature pour leur conserver les qualités mécaniques. Ainsi, en utilisant des adjuvants appropriés, les fibres de verre peuvent être incorporées aisément jusqu'à un taux de 5% et un peu plus en procédé de mise en place par projection. Le CCV a l'avantage d'assurer à très court terme des résistances mécaniques concurrentielles par l'apport des propriétés importantes des fibres de verre. Ce matériau est souvent le bien adapté pour la restauration de certains ouvrages endommagés où le remplacement d'une partie du matériau support par un matériau identique est néanmoins difficile. Cette difficulté provient dès fois de la complexité de la forme architecturale. Ce type de matériau agit en tant que matériau de remplissage, les fibres limitant les microfissures.

Cependant, les fibres de verre sont vulnérables à l'attaque d'un milieu alcalin, ce qui compromet la durabilité à long terme. De nombreuses techniques de protection des

fibres ont été utilisées et continuent d'être employées de nos jours pour la pérennité des renforts. Ainsi, les propriétés physiques et chimiques des composites peuvent aussi être adaptées, notamment par le biais d'inclusions spécifiques dans les fibres ou dans la matrice. L'application la plus largement répandue est l'emploi dans les matrices cimentaires des fibres de verre riche en zirconium (fibre alkali-résistant ou CEMFil), mais sans toutefois constituer une solution définitive à la dégradation du comportement mécanique des composites. Les causes principales de cette dégradation sont d'ordres chimiques liées à la présence des alcalis dans le ciment. Plutôt que d'essayer de protéger les fibres par des ajouts de nature diverse et qui sont dès fois très coûteux, la démarche utilisée dans cette recherche a consisté tout simplement à l'utilisation d'un ciment à faible alcalinité et à tester l'influence des différents milieux de conservation sur l'évolution de la dégradation des fibres.

**Ce manuscrit comporte quatre chapitres :**

- Un premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique qui se compose de trois parties :
  - La première partie présente un ensemble de généralités sur les matériaux composites comportant : un rappel succinct de l'historique de l'utilisation des composites, un aperçu général sur les fibres les plus largement employées dans le domaine de génie civil ainsi que leur caractéristique et enfin un rappel un peu plus détaillé sur les fibres de verre (fabrication, propriétés mécaniques,.....) qui constituent le sujet de la présente étude.
  - La deuxième partie traite le composite ciment-verre (CCV) dans sa globalité en présentant les matériaux qui le composent, la méthode de son élaboration ainsi que son comportement rhéologique. Cette partie englobe aussi son comportement mécanique qui constitue un intérêt particulier dans cette thèse, en présentant tout d'abord une synthèse sur les mécanismes d'action des fibres face à la propagation des fissures. Un ensemble de modèles théoriques sont exploités pour l'évaluation des propriétés mécaniques en utilisant la loi des mélanges et l'approche probabiliste de Weibull. Les principales propriétés mécaniques sont inventoriées dans cette partie (comportements en traction, flexion, compression et fatigue).

- Le dernier point abordé concerne la durabilité des fibres de verre dans un milieu cimentaire. Les causes de dégradation des fibres de verre ainsi que les voies et moyens pour l'amélioration de la durabilité des renforts sont mentionnés.
- Dans le chapitre deux, nous présentons les matériaux employés dans cette étude ainsi que leurs caractéristiques : physiques, chimiques et mécaniques. Sont présentées également dans ce chapitre les méthodologies des tests menés sur les échantillons de CCV. La dernière partie de ce chapitre présente la démarche retenue pour mettre au point une formulation de matériau de référence utilisable pour l'ensemble du thème de recherche.
- Le troisième chapitre est entièrement axé sur l'étude de renforcement de la matrice par les fibres de verre AR. L'analyse expérimentale est utilisée aussi bien pour servir à l'identification et à la compréhension des phénomènes physiques responsables de l'endommagement des matériaux renforcés de fibres courtes, que pour la caractérisation mécanique : en compression, en traction par fendage et en flexion. Face à la dispersion des résultats enregistrés, une approche statistique basée sur le modèle de Weibull a été menée pour la description de la distribution des défauts provoquant la rupture. Dans l'optique de définir une "carte d'identité" complète du matériau, il a paru utile de caractériser de façon macroscopique le produit vis-à-vis du processus d'endommagement en fatigue.
- Le dernier chapitre porte sur la durabilité des fibres de verre dans la matrice cimentaire. L'objectif visé est d'évaluer expérimentalement l'évolution dans le temps des résistances mécaniques du mortier à matrice cimentaire CEM II 32,5 R et ceci dans différents modes de conservations. Afin de mettre en évidence l'alcalinité du ciment qui est responsable de la dégradation des fibres, une étude comparative a été entreprise en utilisant un ciment plus alcalin le CEM I 52,5. Un ajout d'une fumée de silice en faible quantité a été utilisé aussi pour protéger les fibres contre les dégradations. Le suivi de la dégradation des renforts est observé au microscope électronique à balayage et l'analyse par diffraction X a servi pour quantifier les éléments responsables de la dégradation.
- Enfin, la conclusion propose une synthèse des résultats obtenus aux chapitres précédents ainsi que de nouvelles perspectives de recherche.

## **CHAPITRE I**

# **ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

# 1- GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

## 1. - Historique

La possibilité de produire des matériaux ayant les propriétés mécaniques et physiques désirées en renforçant une matrice avec un matériau de renforcement a retenu beaucoup d'attention ces dernières années. De tels matériaux sont devenus aujourd'hui très conquérants dans le génie civil surtout pour la restauration des ouvrages endommagés [1].

Cependant, l'ajout d'éléments fibreux dans une matrice n'est nullement une technique nouvelle. En effet, des matériaux composites connus depuis les temps les plus reculés ont été utilisés tels que l'argile renforcée avec de la paille ou le mortier et plâtre renforcés par des poils d'animaux.

Au début du 20<sup>è</sup> siècle, le composite ciment renforcé de fibres d'amiante a fait son apparition pour laisser place par la suite au béton renforcé au moyen d'éléments fibreux.

Des recherches systématiques ont été menées depuis 1960 pour comprendre le comportement sous diverses sollicitations du béton renforcé par des fibres. Ce dernier a fait l'objet d'un intérêt particulier de la part de nombreux chercheurs qui ont publié divers articles et rapports sur le sujet [2, 3].

En 1975, lors de la conférence internationale de RILEM [4], les nombreux rapports expérimentaux ont permis de vulgariser le sujet, ce qui a permis de collecter d'énormes informations sur les propriétés des matériaux composites et leurs applications.

Le composite ciment verre ou CCV, selon l'abréviation largement utilisé dans la littérature technique et scientifique, a fait son apparition vers la fin des années 1960, puis abandonné en raison des problèmes de durabilité des fibres [5]. Ce n'est que des années plus tard que le sujet a été repris avec la mise en place des solutions à la pérennité des fibres de verre [6].

## 2.- Généralités sur les matériaux renforcés par des fibres.

### 2.1- Définition :

Un matériau composite est un solide polyphasé dans lequel deux ou plusieurs constituants sont associés en vue de lui conférer, à l'échelle macroscopique et au moins dans certaines directions, un ensemble original de propriétés que les constituants pris isolément ne permettent pas d'atteindre[7].

D'un point de vue général et simplifié, les composites sont constitués des trois phases suivantes :

- la matrice constituée d'une phase continue,
- les fibres de renfort qui constituent une phase dispersée,
- les zones de transition (interfaces) fibres-matrice.

La diversité des composites est essentiellement due à la variabilité du renfort fibreux. La figure I-1 synthétise la composition générale d'un matériau composite.

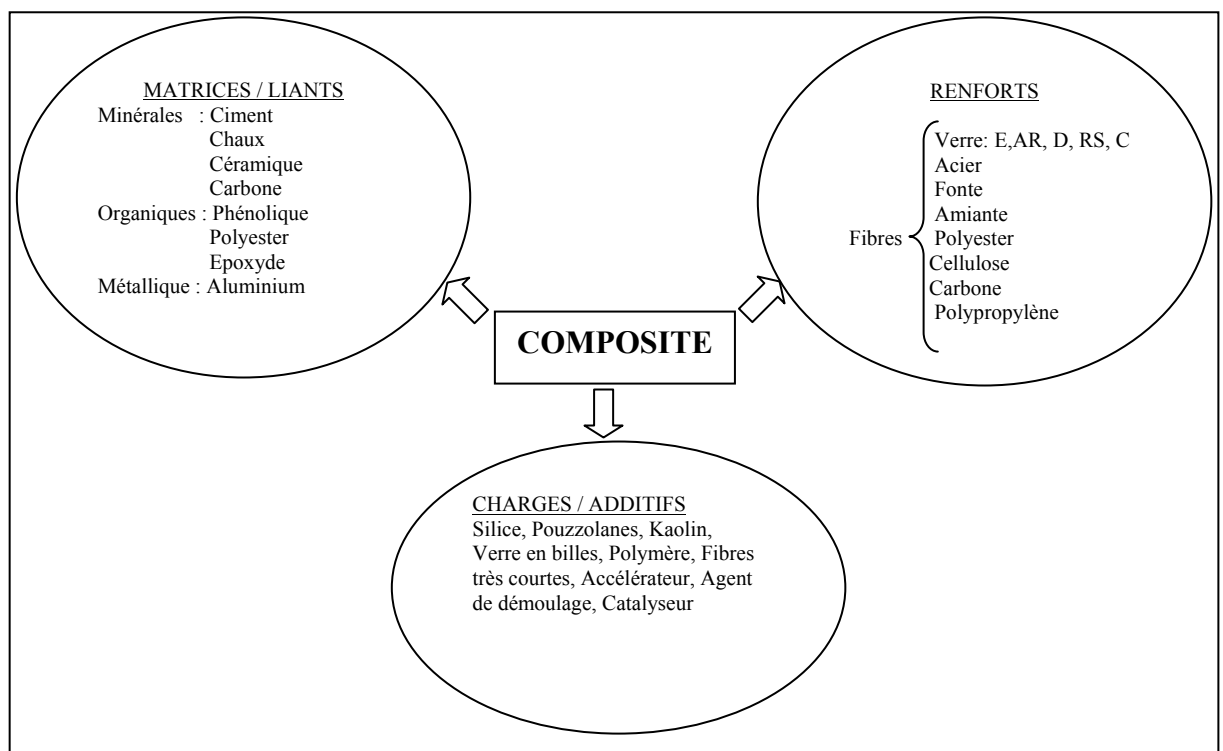


Fig I-1 : Composition générale d'un matériau composite

## 2.2- La matrice

En plus de ses propriétés mécaniques, la matrice a un rôle multiple dans un matériau composite. On peut constater en effet, qu'elle joue le rôle d'un lien entre les fibres : elle permet de les maintenir suivant un arrangement déterminé. Elle joue aussi le rôle d'écran de protection vis-à-vis du milieu extérieur (humidité, choc,....).

Parmi les matrices souvent employées, se trouvent les résines thermoplastiques, les matrices métalliques dont l'aluminium et les matrices utilisées en génie civil tels que le ciment, le mortier, le béton et l'argile.

## 2.3- Les fibres

Il existe plusieurs types de fibres qui se différencient par leur nature, leur diamètre, leur longueur (microfibres ou macrofibres), leur forme et leur état de surface. Par leurs caractéristiques différentes les unes des autres, les fibres sont réparties selon la nature d'obtention en fibres naturelles et en fibres artificielles ou synthétiques. Le tableau I-1 récapitule les différents types de fibres.

Le choix des fibres dépend de l'usage recherché (pièces minces ou massives, renforcement de pâte pure, de mortier ou de béton, réparation de structure,.....), de leurs propriétés (résistance et module élevés, bonne adhérence....) de leur disponibilité et de leur prix. Dans le tableau I-2, sont représentées les principales caractéristiques physiques et mécaniques des fibres les plus utilisées dans le renforcement des bétons.

Tableau I-1 : Différents types de fibres [8].

Fibres naturelles			Fibres artificielles	
Végétales	Animales	Minérales	Minérales	Organiques
Lin	Poil	Amiante de roche silico-magnésiennes	Laitiers de haut fourneau	Polymères
Chanvre	Laine		Laine de roche (basalte)	
Celluloses	Soie		Carbone	
Sisal			Métaux (acier, fonte) Verres spéciaux	

Fibres	Diamètre en $\mu\text{m}$	Longueur en mm	Densité	Résistance en traction en Mpa	Module de d'YOUNG en Mpa	Allongement à la rupture en %	Coefficient de dilatation en $\mu/\text{m}$	Résistance au feu, température max. en $^{\circ}\text{C}$
Acier	5 à 500	20 à 80	7,8	1000 à 3000	$200 \cdot 10^3$	3 à 4	11	1500
Foutre (ruban)	36x2000 de section	50 à 60	7,8	2500	$140 \cdot 10^3$	1		1500
Verre	5 à 20	40 à 70	2,6	1500 à 3000	$80 \cdot 10^3$	2 à 3,5	9	800
Polypropylène	10 à 200	25 à 75	0,9	400 à 750	$(5 \text{ à } 10) \cdot 10^3$	15 à 25	90	150
Polyester			1,4	700 à 850	$8 \cdot 10^3$	11 à 13		
Armiante	0,02 à 20	5	2,5 à 3,4	3000	$(80 \text{ à } 15) \cdot 10^3$	2 à 3	1	1500
Carbone	5 à 9	variable	1,7 à 2	2000 à 3000	$(25 \text{ à } 40) \cdot 10^4$	0,5 à 1,5		400 à 1500
Sisal	10 à 50	1,50	1,50	800	$130 \cdot 10^3$	3		

Tableau I-2 : Principales caractéristiques physiques et mécaniques des fibres les plus utilisées dans le renforcement du béton [13]

### **2.3.1- Les fibres d'amiante**

Les fibres d'amiante sont des silicates hydratés de magnésium extraites de roches appartenant aux familles des serpentines (chrysotile) et des amphiboles (crocidolites) [9].

Très utilisées depuis l'antiquité dans la fabrication de tissu résistant au feu, ces fibres donnent au matériau composite amiante-pâte une résistance à la traction de 15 à 25 Mpa et en flexion de 27 à 40 Mpa.

Les fibres d'amiante ne conviennent pas pour renforcer des mortiers et des bétons, car elles sont trop courtes, et nécessitent beaucoup d'eau de gâchage [10]. Par contre, elles conviennent parfaitement comme charge avec la pâte pure, avec ou sans ajout de poudre de silice.

Avec les nouvelles législations sur la santé, les fibres d'amiante sont soumises à des restrictions rigoureuses quant à leur utilisation dans les lieux publics, ce qui a favorisé le choix d'autres fibres.

### **2.3.2- Les fibres de fonte**

Elles sont sous forme de rubans métalliques amorphes coupées et élaborées à base de fonte. La fibre de fonte s'incorpore aisément jusqu'à 1,7% en volume dans une pâte de ciment ou un mortier [11]. La fibre de fonte se caractérise par une combinaison originale de propriétés : souplesse, forte résistance mécanique et bonne résistance à la corrosion. Le MGRC (Metallic Glass Reinforced Cement) a démontré être une technique intéressante comme béton projeté pour la réparation [12].

### **2.3.3- Les fibres de polypropylène**

Le polypropylène est obtenu par extrusion des polymères en fibres à travers des filières. Ces fibres se présentent en faisceaux qui se séparent lors du malaxage et se répartissent de façon multidirectionnelle.

Les fibres de polypropylène possèdent une bonne compatibilité chimique avec le Ciment. Cependant, elles présentent des inconvénients majeurs, d'avoir un faible module d'élasticité et une mauvaise tenue au feu. Le grand avantage de ces fibres c'est de conféré

au béton une bonne résistance à la fissuration due au « premier retrait », ainsi qu'une résistance aux chocs [14].

#### 2.3.4- Les fibres d'acier

Les fibres d'acier sont souvent produites sous différentes formes (fibres : droites lisses, ondulées, embouties, à crochets accolés,...) comme le montre la figure I-2.

Les fibres d'acier ont donné lieu à de nombreuses recherches pour développer leur emploi dans le béton en tant que dallages, bétons projetés, éléments préfabriqués,...

...



Fig I-2 : Fibres métalliques

Du fait de leurs propriétés, les fibres d'acier apportent d'importantes solutions aux matrices fragiles : moindre fissuration au retrait, meilleure ductilité de la structure fibrée, résistance au choc,...[15].

Mais, le gain sur ces caractéristiques s'accompagne de modifications du béton, tout particulièrement lors de la mise en œuvre [16].

Pour trouver un meilleur profit en terme d'adhérence au béton, des recherches ont été menées sur une grande variété de fibres susceptibles, par leur forme ou leur état de surface, de mieux s'ancrer dans le béton [17].

### 2.3.5- Les fibres de verre

Le verre utilisé comme renfort dans les composites se présente généralement sous forme de fils (simples, tressés, tissés...). Bien que les fils de verre ainsi obtenus (verre textile) n'aient trouvé une application dans l'industrie textile qu'aux environs de 1930, c'est avec l'avènement des premières résines thermodurcissables que le verre textile trouve son domaine d'application privilégié. Il connaît dès lors d'incessants développements dans le vaste domaine des matériaux composites auxquels il apporte ses propriétés mécaniques, physiques, chimiques ou électriques.

- **Le principe de fabrication de la fibre de verre**

Les fibres de verre sont produites essentiellement sous deux formes : les fibres d'isolation (souvent désignées sous le nom de "laine de verre") et les fibres textiles. Elles sont destinées à des usages très différents. La composition des fibres de verre est constituée principalement de silice, de chaux et d'alumine.

- **Elaboration du verre**

Les matières premières proviennent de carrières sélectionnées pour leur richesse en silicates. Elles sont ensuite très finement broyées et stockées dans des silos. Il s'en suit un dosage très précis de ces matières premières qui sont homogénéisés avant introduction dans le four de fusion aux environs de 1550°C.

Pendant longtemps, le verre fondu en sortie du four était façonné sous forme de billes (procédé "Billes") pour en subir par la suite une seconde fusion dans des filières chauffées.

Cette technique fortement consommatrice d'énergie est remplacée par le procédé dit de "fusion directe" dans lequel le verre fondu dans le four alimente directement les filières comme le montre la figure I-3.

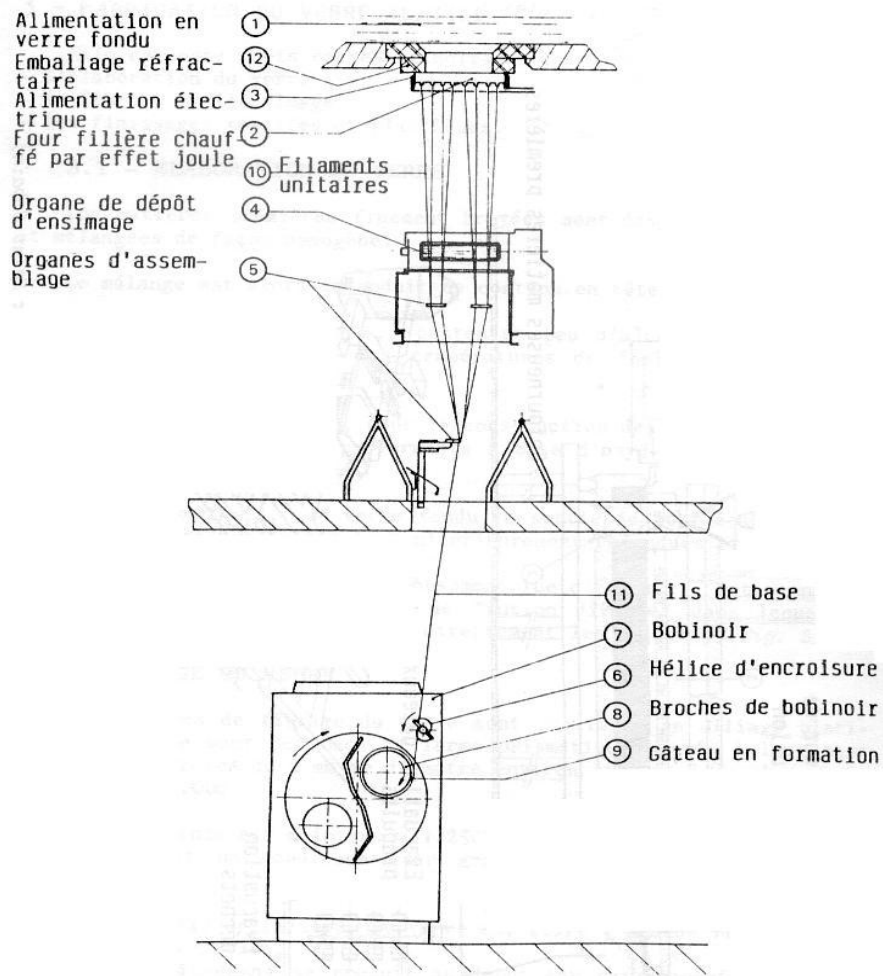


Fig I-3 : Procédé d'étirage du verre par le procédé "fusion directe". Document : Vetrotex Saint Gobain [18].

### ▪ Fibrage du verre

Les filières de fibrage sont généralement de forme prismatique réalisées en alliage "Platine-Rhodium" et chauffées à 1250°C. Elles sont percées à leur base d'un certain nombre d'orifices calibrés d'environ deux millimètres de diamètre.

Dès sa sortie de filière, le verre en phase plastique est simultanément étiré à grande vitesse (10 à 60 m/s) et refroidi ce qui permet d'obtenir suivant le type d'étirage (mécanique ou pneumatique) :

- Un ensemble de filaments continus, parallèles, légèrement liés ensemble (fil de base) appelé : "Silionne".

- Un ensemble constitué de filaments discontinus légèrement liés ensemble (ruban) et disposés parallèlement appelé "Véranne".

Le diamètre et le nombre de filaments déterminent la masse linéique ou "titre du fil" exprimée en Tex ( $1 \text{ tex} = 10^{-6} \text{ Kg/m}$ ).

#### ▪ **Ensimage des fils de verre**

L'ensimage est déposé sur les filaments de verre largement étalés peu de temps après leur sortie de filière alors que la température du verre est encore d'environ  $100^{\circ}\text{C}$ . L'ensimage du verre a pour objet d'assurer les fonctions suivantes :

- cohésion entre les filaments
- donner une certaine raideur au fil
- protection des filaments de l'abrasion
- éliminer les charges électrostatiques
- favoriser la liaison verre-matrice

Suivant l'utilisation ultérieure des fibres de verre, l'ensimage peut être de divers type (textile, plastique,...). La quantité d'ensimage déposé sur les fibres est généralement faible (de 0,3 à 3%) et sa composition est fonction de son utilisation [18].

#### ▪ **Composition et propriétés mécaniques des verres textiles**

Il existe sur le marché plusieurs types de fils de verre possédant chacun une formulation et une désignation spécifiques et dont les principaux usages et compositions moyennes sont représentés dans les tableaux I-3 et I-4.

Comme caractéristiques mécaniques de référence, les valeurs représentées au tableau I-5 sont celles des mesures sur filament vierge en sortie de filière de filage. Ces caractéristiques peuvent néanmoins chuter avec :

- la température d'essai : chute de 50 % pour le verre E à  $500^{\circ}\text{C}$
- le vieillissement : facteur humidité – température

Tableau I-3 : Usages des principaux types de verre [19, 20]

Différents types de verre	Usages du verre
E	le plus utilisé
D	à hautes propriétés diélectriques
C	résistant aux acides
R,S	à performances mécaniques
<b>AR</b>	alkali-résistant, spécialement conçu pour le renforcement des ciments

Tableau I-4 : Compositions de quelques types de verre [19, 20, 21]

Constituants (en %)	Type de verre				
	E	D	C	R,S	AR
Silice (SiO <sub>2</sub> )	55	74	65	65	71
Alumine (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	15	-	4	25	1
Chaux (CaO)	21	] 0,5-0,6	14	-	-
Magnésie (MgO)	-		3	10	-
Oxyde de bore (B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	7	23	5	-	-
Alkalis (Na <sub>2</sub> O ; K <sub>2</sub> O ; ...)	2	1,5	9	-	11
Oxyde de zirconium (ZrO <sub>2</sub> )	-	-	-	-	16
Oxyde de lithium (Li <sub>2</sub> O)	-	-	-	-	1

Tableau I-5 : Principales propriétés mécaniques de quelques types de verre [19, 20, 21].

Caractéristiques	Unités	Verre E	Verre R,S	Verre AR (Cem-Fil)
Contrainte de rupture en traction	GPa	3,4	4,4	1,5 - 3,5
Module d'Young	GPa	73	86	72 - 80
Allongement à rupture	%	4,6	5,3	2,5
Coefficient de poisson	/	0,22	/	/

## 2.4 - L'interface

C'est la zone de contact entre la fibre et la matrice à travers laquelle se réalise le transfert de charge de la matrice à la fibre. Elle joue un rôle essentiel dans le comportement mécanique du composite. La morphologie de cette zone de transition interfaciale dépend du type, de la géométrie et du traitement de surface des fibres, de la composition de la matrice et du procédé d'élaboration du composite. Selon Bentur et al [22] comme rapporté dans le travail de thèse de Moussolle A.D [23], la taille de la section des fibres influence considérablement la microstructure de l'interface fibre-matrice :

- Pour les micro-fibres, les fibres ayant un diamètre inférieur ou égal à celui des particules de ciment ( $\leq 70\mu\text{m}$ ), la microstructure de l'interface est dense, peu différente de celle de la matrice. Les diamètres des fibres et les particules de ciment sont de même ordre de grandeur [22].
- Pour les fibres en faisceau comme le cas des fibres de verre, les particules de ciment et les hydrates formés ne pouvant pénétrer dans le faisceau, la microstructure autour du filament se différencie selon son positionnement interne ou externe.
- Pour les macro-fibres, les fibres ayant un diamètre supérieur à celui des particules de ciment, la microstructure de l'interface ressemble à celle de l'auréole de transition des granulats dans le béton. Sa formation est due à un effet de paroi et de ressuage au niveau de l'interface.

Les performances des matériaux composites dépendent étroitement de cette zone et donc de la liaison fibre-matrice. Cette liaison est établie par des interactions existantes entre les deux constituants. La figure I-4 schématise la position de l'interface.

Les paramètres qui gouvernent cette liaison sont nombreux. Celle-ci dépend aussi bien de la nature, de l'intensité et du nombre de liaisons interfaciales, que de la structure des constituants et des défauts qui se créent à l'interface [24].

Ce phénomène a été étudié surtout sur les polymères, et il en ressort deux types d'adhésion [25, 26].

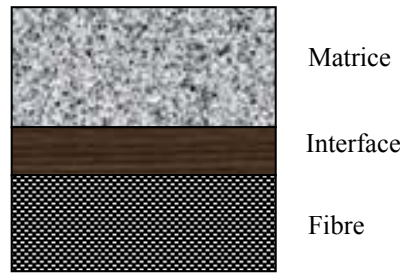


Fig I-4 : Représentation schématique d'une interface

#### 2.4.1- L'adhésion mécanique

La théorie de l'adhésion mécanique se base sur l'état de surface du constituant fibreux. Ce qui suppose que ce dernier doit présenter une certaine rugosité pour permettre de créer localement des micro-assemblages mécaniques.

#### 2.4.2- L'adhésion physico-chimique

L'adhésion physico-chimique, résultant de liaisons intermoléculaires comprend de nombreux modèles théoriques :

- Couplage chimique : fondé sur le principe de l'existence de liaison chimique mettant en commun une paire d'électrons entre deux atomes.

- Couplage physique (diffusion + absorption): deux éléments chimiquement ou isotopiquement différents mis en contact s'interpénètrent l'un dans l'autre ce qui constitue l'adhésion par diffusion tout en remplissant les critères thermodynamique et cinétique. L'adhésion par absorption repose sur le mouillage des constituants et se caractérise par un contact liquide-solide où le potentiel électrocinétique a une importance particulière sur la capacité d'absorption ( par filtration, dispersion, coagulation.....).

- Modèle électrostatique.

Dans le cas des fibres de verre et pour réaliser technologiquement une bonne adhérence fibre –matrice, deux méthodes sont utilisées :

- le traitement de surface "ensimage".
- Le dépôt d'un polymère à la surface de la fibre.

## 2 - COMPOSITE CIMENT-VERRE (CCV)

### 1.- Introduction.

Les composites ciment-verre sont apparus à la fin des années 1960. Ces dernières années, ils tentent de remplacer les produits en fibrociment dont les fibres d'amiante ont posé des problèmes de santé.

Les composites ciment-verre ou CCV font partie de la grande famille des composites modernes. Ils se distinguent de leurs parents à matrice plastique par le fait qu'ils possèdent une matrice hydraulique à très fort pourcentage de ciment.

En effet, ils désignent des matériaux nouveaux résultants de l'association de plusieurs matériaux traditionnels :

- Une matrice en microbéton constitué :
  - de ciment, le plus souvent le ciment portland ordinaire ou un CEM II.
  - de sable, siliceux très fin.
  - d'eau.
  - d'adjuvants (fluidifiants).
- Le renfort en fibres de verre réparties de façon aléatoire dans la matrice.
- Une addition éventuelle de polymères.

Le CCV offre une gamme de produit adaptée à une variété de besoins tels que :

- les éléments préfabriqués sous formes de panneaux et éléments architecturaux.
- les coffrages permanents.
- les plaques ondulées pour toiture.
- les matériaux de réparation des parties d'ouvrages endommagés [27].
- les canaux de drainage et d'irrigation.
- les revêtements de tunnel.

Les principaux avantages du CCV sont les suivants :

- liberté des formes et des surfaces.
- souplesse de transport et de manutention.
- propriétés mécaniques élevées pour de faibles épaisseurs.
- bonnes tenues au feu et aux rayonnements solaires.

## 2.- Les constituants du composite ciment-verre

Nous présenterons dans cette partie de façon succincte les constituants qui composent le composite ciment-verre.

### 2.1- Le Ciment

Historiquement le ciment a été inventé par les Romains. Il constitue aujourd'hui le matériau le plus noble vu son utilisation et ses performances (cohésion, résistance, durabilité,.....). Sa fabrication comporte plusieurs étapes : exploitation de carrières d'argile et de calcaire, homogénéisation et broyage, cuisson, etc.....

#### ▪ Le ciment anhydre

Le ciment est un liant hydraulique qui se présente sous la forme d'une poudre minérale fine s'hydratant en présence d'eau. Le ciment Portland est un mélange de clinker et de gypse finement broyés. Le clinker est obtenu par cuisson jusqu'à la fusion partielle d'un mélange dosé et homogénéisé de matières premières constituées essentiellement par de la chaux (CaO), de la silice (SiO<sub>2</sub>) et en proportions moindres par des oxydes d'aluminium et de fer (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

La composition minéralogique du clinker est la suivante [28] :

- C<sub>3</sub>S = 40 – 65% (55%)
- C<sub>2</sub>S = 10 – 30% (20%)
- C<sub>3</sub>A = 3 – 16% (12%)
- C<sub>4</sub>AF = 1- 18% (8%)
- CaO libre < 1%
- MgO libre < 5

Il existe selon la norme NF EN 197-1 [29], cinq types de ciments courants rassemblés dans le tableau I-6.

Les ciments sont répartis en classes suivant leur résistance en compression, mesurée à 28 jours d'âge. Il existe trois classes de résistance normale à 28 jours, désignées par leur valeur caractéristique inférieure exprimée en Mpa : 32,5 – 42,5 – 52,5 selon la norme NF EN 196-1. Pour chaque classe de résistance normale à 28 jours, existe aussi une sous classe R de résistance au jeune âge.

Tableau I-6 : Dénomination et compositions des ciments normalisés.

Type de ciment	Notation	Clinker (K)	Autres constituants	Constituants secondaires
Ciment Portland	CPA-CEM I	95 -100	-	0 - 5
Ciment Portland compose	CPJ-CEM II/A	80 – 94	6- 20	0 – 5
	CPJ-CEM II/B	65 – 79	21 - 35	0 - 5
Ciment de Haut fourneau	CHF-CEM III/A	35 – 64	36 –65	0 – 5
	CHF-CEM III/B	20 – 34	66 – 80	0 – 5
	CLK-CEM III/C	5 – 19	81 - 95	0 - 5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A	65 – 90	10 – 35	0 – 5
	CPZ-CEM IV/B	45 – 64	36 - 55	0 - 5
Ciment au laitier et aux cendres	CLC-CEM V/A	40 – 64	18 – 30	0 – 5
	CLC-CEM V/B	20 - 39	31 - 50	0 - 5

#### ▪ Le ciment hydraté

Le ciment anhydre mis en présence d'eau s'hydrate, puis change de viscosité pour enfin durcir et résister aux efforts qu'on exerce dessus. Le mécanisme d'hydratation est un phénomène complexe et nous nous limiterons ici à faire un rappel succinct des éléments utiles des mécanismes d'hydratation.

Deux phénomènes graduels et successifs sont alors mis en évidence : la prise qui permet de passer de l'état de suspension à celui de solide en quelques minutes, puis le durcissement correspondant au temps pendant lequel les caractéristiques physiques et mécaniques évoluent, de façon très rapide au début et de plus en plus lentement par la suite.

La première étape correspond au recouvrement des grains de ciment par les premiers produits d'hydratation, les silicates de calcium hydratés- les C.S.H (figure I-5 schémas A et B). Elle dure une vingtaine d'heures. Au fur et à mesure de leur formation, les C.S.H forment des ponts entre les particules de ciment [30]. La portlandite (phase cristallisée  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) cristallise dans la solution entre les grains.

Le durcissement de la pâte de ciment correspond au remplissage progressif de l'espace entre les grains de ciment par les produits de réaction qui continuent de se former (schéma C, figure I-5). La pâte se densifie et la résistance augmente. Cette étape de durcissement peut durer jusqu'à un an, tant que l'hydratation n'est pas complète.

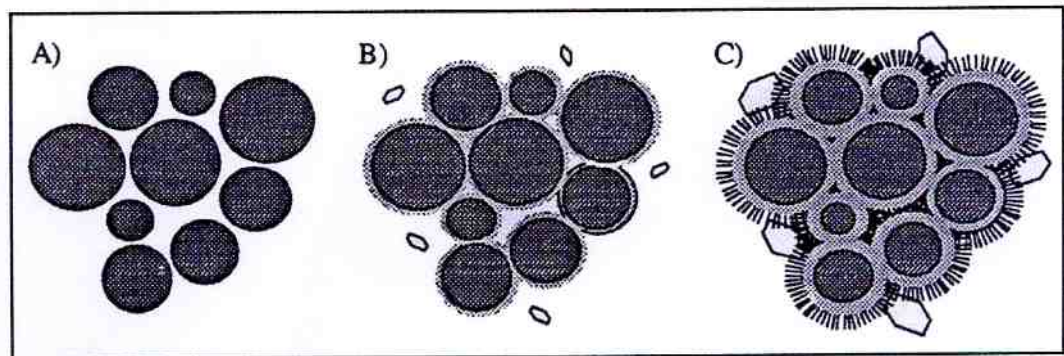
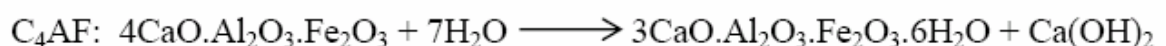
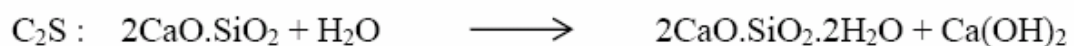
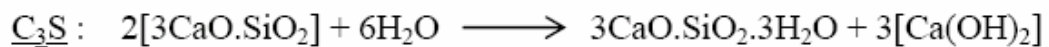


Fig I-5 : Processus de l'hydratation. A) état initial ; B) recouvrement des grains de ciment ; C) création des liens entre particules [31]

Les réactions d'hydratation des principaux minéraux de clinker sont les suivantes :



La matrice durcie peut, seulement sur le plan mécanique, être considérée comme un matériau fragile. Son comportement en traction uniaxiale peut être schématisé comme sur la figure I-6.

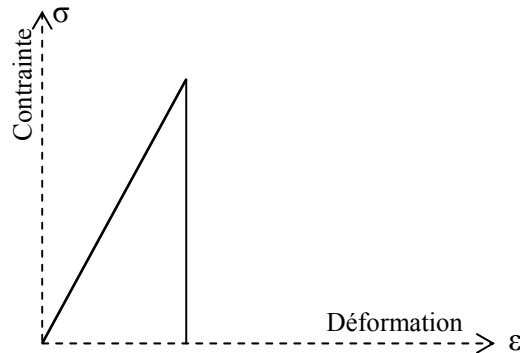


Fig I-6 : Schématisation du comportement en traction uniaxiale de la matrice cimentaire.

## 2.2- Le Sable

Appelé aussi charge, il est habituellement constitué de sable fin à granulométrie continue. Il doit être roulé pour éviter les phénomènes de blocage dans le cas d'une mise en œuvre par projection et faciliter le pompage du mortier.

SOCOTEC [32] propose aux fabricants des CCV un sable siliceux sec dans une plage granulométrique située entre 80 et 500 $\mu$ m.

## 2.3- L'Eau

L'eau présente dans la matrice cimentaire joue deux fonctions principales : elle lui confère sa maniabilité à l'état frais (ses propriétés rhéologiques) et assure l'hydratation du ciment. L'eau est utilisée dans les CCV dans un rapport E/C compris entre 0,3 et 0,4 [33].

## 2.4- Adjuvants

Les adjuvants les plus utilisés pour la confection des composites ciment-verre sont les réducteurs d'eau (plastifiant) et hauts réducteurs d'eau (superplastifiants ou fluidifiants). Le dosage en adjuvants n'excède pas 5% de la masse du ciment [34].

Les adjuvants réducteurs d'eau et hauts réducteurs d'eau, permettent de diminuer la quantité d'eau de gâchage tout en ayant une bonne maniabilité du mélange à l'état frais lors de sa mise en oeuvre. Les fluidifiants sont des macromolécules de composition organique de synthèse et ont une propriété dispersante [35]. Ils agissent de deux manières :

- En s'adsorbant sur les particules de ciment, ils réduisent les forces d'attraction intergranulaires par la diminution des forces de Van der Waals ou la diminution de l'énergie superficielle du minéral.

- En créant des forces de répulsion : encombrement stérique des molécules ou répulsion électrostatique. En effet, ces molécules sont généralement de charge négative.

Les superplastifiants sont des adjuvants à haut pouvoir de réduction d'eau. Ils ont pour rôle de maintenir une maniabilité donnée tout en diminuant la quantité d'eau dans le composite. Ils permettent ainsi d'obtenir un composite plus résistant en raison de la réduction de l'eau. Les superplastifiants permettent de réduire la teneur en eau de 25 à 35% tout en gardant une même maniabilité.

## 2.5- Le Renfort

L'idée de renforcement du ciment par des fibres de verre remonte aux années 1960 et les premières applications se sont portées sur la fibre de verre E. Il est tout de suite apparu que le verre de type E subit dans l'environnement de la matrice d'importantes dégradations et que la durabilité d'un tel système n'est que peu satisfaisante. Ceci est dû à l'attaque chimique des fibres de verre E par les alcalis présents dans le ciment de pH très basique proche de 13. Les travaux de recherches de Majumdar et al. [36] ont ainsi débouché sur la mise au point de fibres de verre contenant de l'oxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) résistant aux alcalis du ciment. La commercialisation de la fibre de verre résistante aux alcalis (notée AR pour Akali-Résistant) a commencé en 1971 par la société anglaise PILKINGTON sous l'appellation fibres de verre CEM-FIL pour le renforcement des ciments (GRC : Glass Reinforced Cement).

## 3.- La mise en œuvre des CCV

Elle peut s'avérer complexe. L'ajout des fibres de verre au liant hydraulique peut susciter des effets tels que :

- la coupure des fibres lors du malaxage

- la baisse de maniabilité
- l'abrasion des fibres

### 3.1- "Eclatement" des fibres lors du malaxage

Le malaxage du mélange devient une opération délicate surtout lors de l'introduction des fibres, et nécessite un soin particulier.

Les fibres de verre moins sujettes à la formation de boules compactes ségréguées peuvent être simplement introduites en dernier dans le malaxeur à cause de leur fragilité. Leur répartition uniforme dans le mélange devient difficile, ces fibres restent en petits faisceaux et nécessitent parfois l'ajout de fluidifiant lorsqu'elles sont dosées à des taux élevés [37].

Les CCV ne supportent pas un malaxage énergétique pour éviter l'éclatement des fibres de verre comme rapporté par le travail de De Chiara et al. [38]. La figure I-7, tirée de ce travail montre l'influence du temps de malaxage sur le comportement en flexion. Avec l'augmentation du temps de malaxage au-delà de 1 mn, le matériau enregistre une chute de résistance et devient plus fragile.

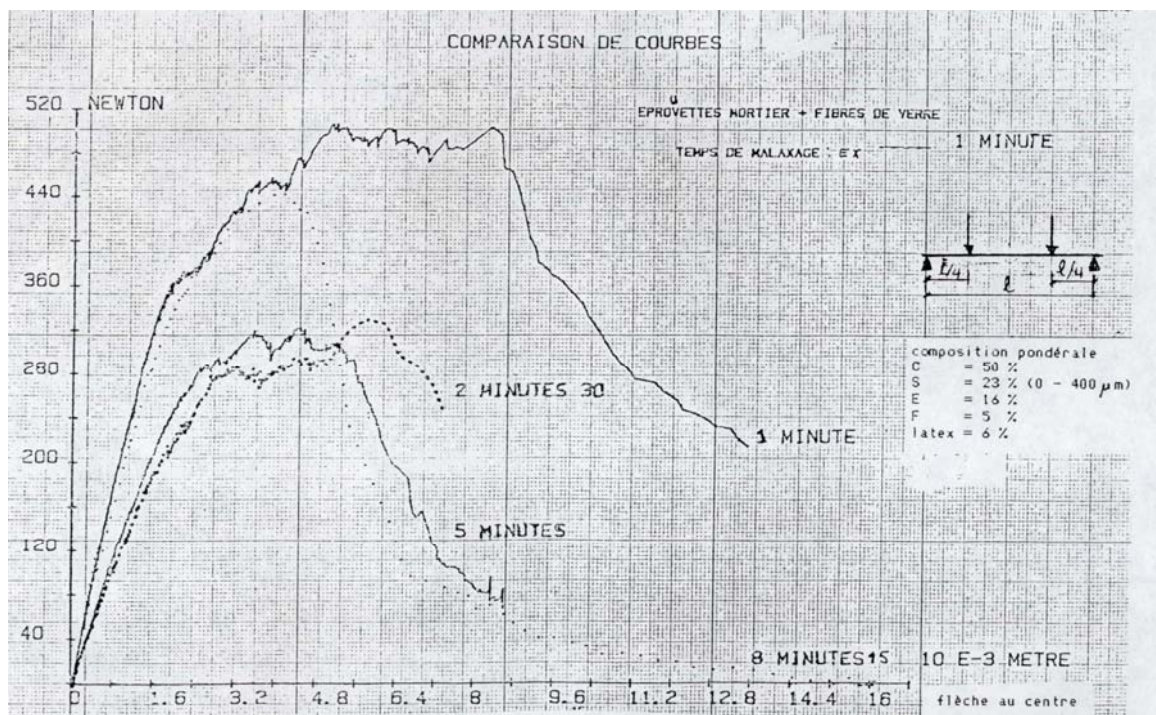


Fig I-7 : Exemple des courbes charge-déplacement des CCV en fonction du temps de malaxage [38].

### 3.2- Caractéristiques rhéologiques

Un bon matériau nécessite une bonne rhéologie pour rendre possible sa mise en œuvre tout en utilisant une quantité d'énergie minimale pour son serrage. Cependant, les composites fibrés posent le problème d'homogénéisation, avec formation possible d'oursins ou de pelotes. Les développements qui suivent ne constituent pas une étude à proprement parler mais résument les enseignements tirés de la littérature.

#### 3.2.1- Rôles de l'élanement de la fibre et du paramètre $V_f \cdot \frac{l}{d}$

L'addition des fibres à un béton ordinaire pose très vite des problèmes d'élaboration, dus à la réduction de la maniabilité du mélange [39]. L'expérience a montré que ce n'est pas uniquement la géométrie des fibres et le volume incorporé qu'influencent les propriétés rhéologiques des CCV, mais aussi la fraction volumique des charges (le sable) [40].

Avec les fibres de verre, le rôle de l'élanement a fait partager les avis des chercheurs. Pour les uns, la longueur (l'élanement) de la fibre ne semble pas avoir un rôle important : les fibres de verre étant très minces, très souples et fortement élanées. Le seul critère d'appréciation reste par conséquent le dosage volumique en fibres [41]. Pour les autres [42], les essais entrepris sur différentes longueurs et teneurs en fibres de verre avaient une influence marquée sur la maniabilité comme l'illustre la figure I-8. Mais, dans ce cas aussi l'élanement perd sa signification géométrique précise étant donné que les fibres de verre sont incorporées en faisceaux et non en fibres individuelles. Ainsi, le paramètre généralement employé pour ce genre de fibre reste la longueur.

Le paramètre  $V_f \cdot \frac{l}{d} < 3$ , paramètre indiquant la limite pratique de faisabilité ne peut s'appliquer pour les fibres de verre que lorsque le diamètre "d" est pris égal au diamètre d'un faisceau de fibres et non pour une fibre individuelle. Ainsi pour augmenter la quantité des fibres, il est impératif de diminuer leur longueur.

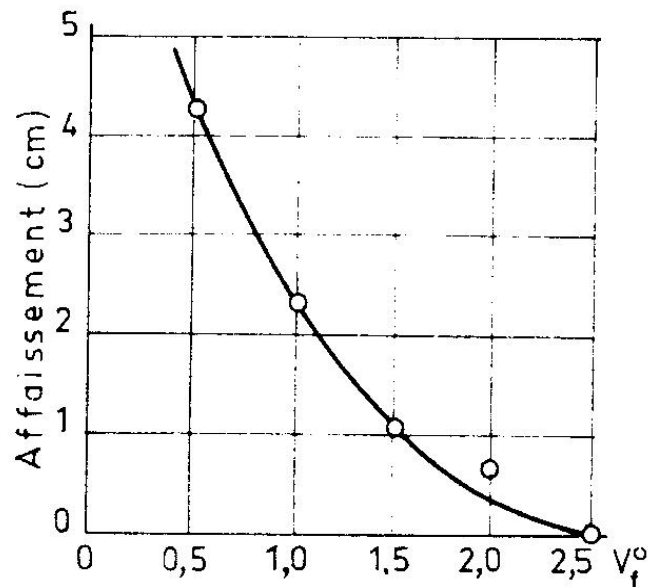


Fig I-8 : Effet de la teneur en fibres de verre (petits faisceaux) sur l'ouvrabilité des bétons [42].

### 3.2.2- Effet d'orientation des fibres

Les performances mécaniques dépendent essentiellement de l'orientation et de la distribution des fibres dans la matrice. Une répartition non uniforme engendre des zones de fragilité vis à vis de la fissuration.

- une orientation triaxiale aléatoire, assurée généralement par le procédé prémix. Le taux de renforcement dépasse difficilement 3% pour des longueurs de fibres de verre de 10 à 15 mm.
- une orientation plane des fibres, obtenue en utilisant une mise en œuvre par projection. Le taux moyen de renforcement est de 5 à 6% (10% maximum), et les longueurs de fibre jusqu'à 45 mm [43].
- une orientation alignée assure une incorporation de fibres à des taux très faibles.

Une orientation triaxiale des fibres donne un coefficient d'efficacité (gain en résistance à la traction) du renfort très faible par rapport aux autres cas d'orientation comme l'illustre la figure I-9. Or, c'est l'orientation triaxiale qui est la plus facile à mettre en œuvre.

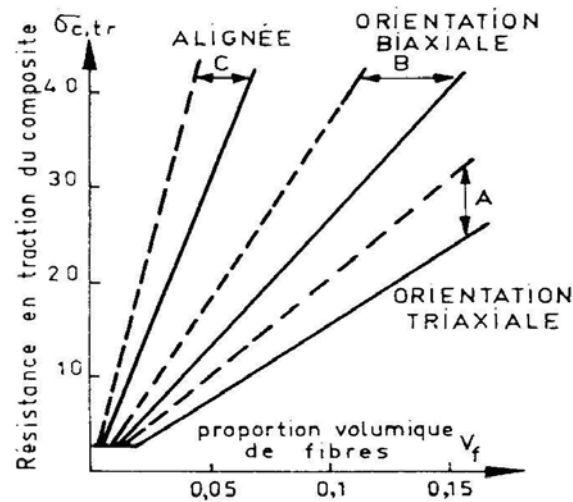


Fig I-9 : Résistance à la traction en fonction de la teneur en fibre  $V_f$  pour les trois degrés de liberté de la distribution des fibres [44].

### 3.3- Méthodes de mise en œuvre des CCV

Actuellement deux grands types de mises en œuvre sont utilisés [45].

- **Méthode Prémix**

Le principe consiste à préparer tout d'abord le mortier dans lequel sont ajoutées par la suite les fibres de verre. Ce type de mise en œuvre nécessite l'utilisation de fibres courtes pour faciliter le malaxage et la vibration lors de la mise en place. La méthode reste limitée à la production de pièces de faibles dimensions.

- **La méthode de Projection**

Par ce procédé, le mortier et les fibres de verre sont projetés simultanément sur (ou dans un moule par l'intermédiaire d'un pistolet de projection qui assure également la coupe de roving de verre et la "pulvérisation" du mortier).

Les opérations de projection se déroulent en plusieurs couches simultanées de mortier et de fibres d'épaisseur comprise entre 2 et 5 mm. Le nombre de couches est fonction de l'épaisseur finale souhaitée. Le compactage des couches successives se fait par

un rouleau. Cette technique utilise un plus grand pourcentage de fibres (jusqu'à 5%) ce qui confère au matériau une plus grande résistance mécanique.

#### 4.- Fissuration et mécanisme d'action des fibres

La matrice est considérée comme un matériau élastique-fragile. Avec l'incorporation des fibres la matrice évolue plus ou moins d'un comportement fragile vers un mode de type ductile. Dans cette partie nous expliquerons le rôle des fibres face la propagation des fissures dans le composite.

##### 4.1- Mécanisme d'arrêt de la fissuration

Plusieurs chercheurs ont essayé de relier la résistance mécanique du composite à la répartition des fibres et à l'espacement moyen entre les fibres considéré comme un facteur de limitation de la fissuration. Le mécanisme de la propagation des fissures formulé par Griffith : qu'il y a fissuration si le taux d'énergie de déformation élastique libérée est supérieur au taux d'énergie nécessaire pour augmenter la fissure. Ce mécanisme a été modélisé de façon mécanique en se basant sur le champ de contrainte à la pointe d'une fissure par Irwin. En se basant sur cette théorie, Romualdi et al. [46] proposaient le concept d'espacement moyen "s" entre fibres.

$$s = 13,8d \sqrt{\frac{1}{V_f^0}} \quad (1)$$

d et  $V_f^0$  : sont respectivement le diamètre et le pourcentage volumique des fibres

Ce concept est définie de la façon suivante : un composite contenant un volume ( $V_f$ ) de fibres à distribution aléatoire, est censé se comporter en présence des efforts uniaxiaux, comme un composite à distribution uniaxiale de fibres de même diamètre, espacées de "s" et orientées dans le sens des efforts. Par la suite, une approche plus réaliste a été proposée par AVESTON et KELLY [47] plus connue sous l'appellation de "théorie d'A.C.K".

#### 4.2- Théorie d'A.C.K

Elle tient compte d'un mécanisme de rupture progressive lié aux déformations respectives de la matrice et des fibres. Pour le cas des matrices fragiles qui nous intéresse, la déformation à rupture des fibres est supérieure à la déformation de rupture de la matrice. Lorsque une fissure se développe dans la matrice ce sont les fibres qui s'opposent à sa propagation. Les auteurs de cette théorie définissent en prenant le taux de fibres ( $V_f$ ) comme paramètre, une condition de fissuration simple ou multiple.

- Fissuration simple (cas où les fibres sont incapables de supporter une déformation supplémentaire) :

$$V_f \leq \frac{\sigma_{mu}}{\sigma_{mu} + \sigma_{fu} - \sigma'_f} \quad (2)$$

- Fissuration multiple (cas contraire) :

$$V_f > \frac{\sigma_{mu}}{\sigma_{mu} + \sigma_{fu} - \sigma'_f} \quad (3)$$

$\sigma_{mu}$  : est la contrainte à rupture de la matrice

$\sigma_{fu}$  : est la contrainte à rupture des fibres

$\sigma'_f = E_f \cdot \varepsilon_{mu}$  : est la contrainte dans les fibres pour une déformation de rupture  $\varepsilon_{mu}$  de la matrice.

En fissuration multiple, l'espacement entre fissures est compris entre  $x'$  et  $2x'$  définie par la relation :

$$x' = \frac{V_m \cdot \sigma_{mu} \cdot d}{V_f \cdot 4 \cdot \tau_i} \quad (4)$$

$V_m$  et  $V_f$  : sont respectivement le volume de la matrice et le taux de fibres

$\tau_i$  : est contrainte maximale de cisaillement à l'interface

### 4.3- Mécanisme d'action des fibres

Les fibres dans une matrice cimentaire ont un rôle analogue à celui des armatures dans le béton, c'est-à-dire reprendre les efforts de traction. Les fibres (macro ou micro) limitent la formation, la propagation et la coalescence des microfissures au sein de la matrice cimentaire. Les fibres cousent à la fois les fissures existantes en empêchant leur développement et limitent la formation d'autres fissures en renforçant la matrice cimentaire [48]. Ces mécanismes sont montrés à la figure I-10, qui présente les trois étapes de propagation de fissures dans une matrice cimentaire lors d'un essai de traction.

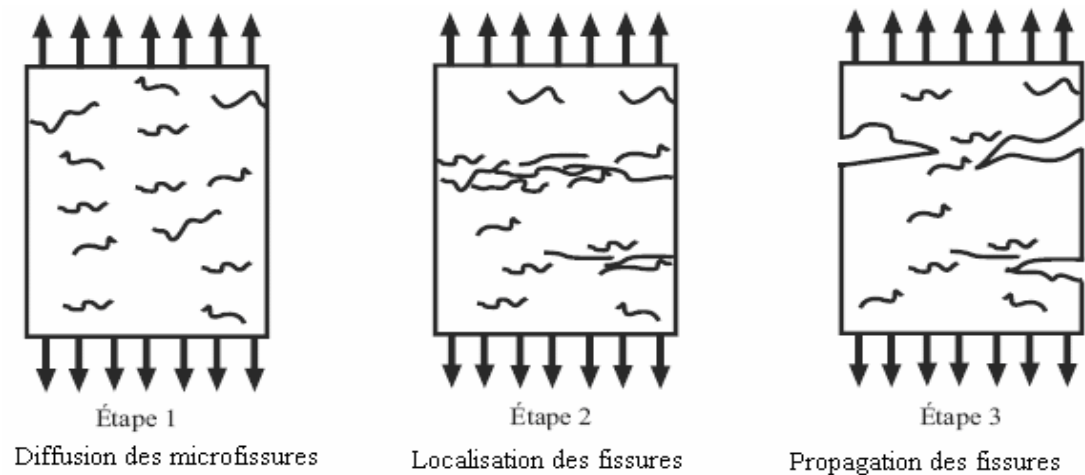


Fig I-10 : Illustration du processus de fissuration d'une matrice cimentaire

Durant la première étape se développe une microfissuration se répartissant uniformément dans le volume. Seules les micro-fibres ( $l_f \approx 10\text{mm}$  de longueur et moins), en raison de leurs petites dimensions, peuvent agir au niveau du matériau endommagé et stabiliser ainsi la microfissuration. En effet, lorsqu'elles sont utilisées en grand nombre, ces fibres constituent des obstacles efficaces et s'opposent à la propagation des microfissures à l'échelle de la matrice. En seconde étape, ces microfissures tendent à s'orienter suivant les directions d'extensions maximales. Ceci se traduit par des concentrations de déformations qui conduisent à la localisation d'une ou plusieurs macrofissures. Celles-ci se propagent dans la direction principale de l'effort en troisième

étape et ce n'est que les macro-fibres qui sont en mesure de stopper la fissuration en cousant les macrofissures augmentant ainsi le travail nécessaire à leur propagation. Les macro-fibres limitent les ruptures catastrophiques d'une structure. Utilisés en petit nombre, en raison de leur rôle et de leurs dimensions plus importantes, les macrofibres agissent à l'échelle de la macrostructure du matériau en reprenant les efforts de traction lorsque la matrice endommagée n'en est plus capable.

Dans la première étape du chargement, l'interaction entre les fibres et la matrice est de nature élastique. Au cours de cette étape, la taille des fissures est très petite par rapport à la taille de la structure, le matériau est donc homogène du point de vue macroscopique. Pierre [49] présente les travaux bien connus de Cox [50] qui a développé un premier modèle analytique qui décrit le transfert d'effort dans la zone élastique. Son modèle est basé sur l'analyse du champ de transfert d'une fibre discontinue entourée d'une matrice cimentaire élastique. La figure I-11 montre bien le champ de déformée et la figure I-12 illustre la distribution des contraintes dans la fibre.

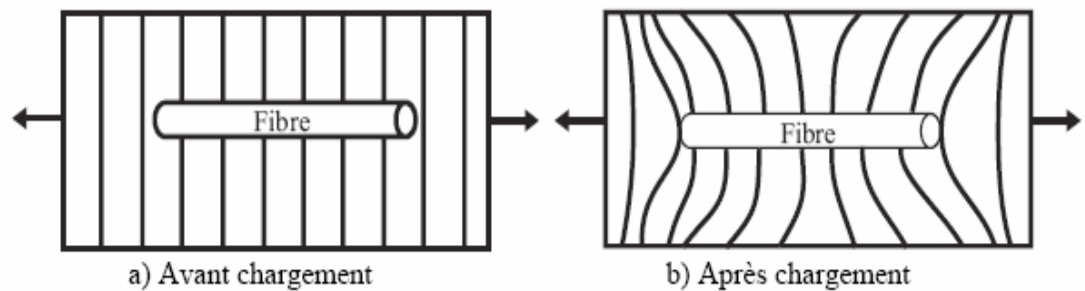


Fig I-11 : Modèle de transfert de charge élastique

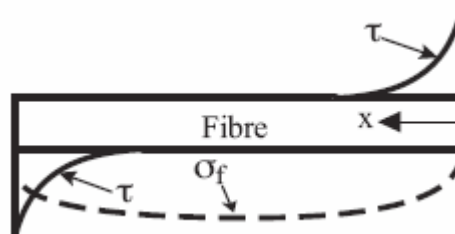


Fig I-12 : Répartition longitudinale de la contrainte axiale dans la fibre et la contrainte de cisaillement à l'interface fibre-matrice.

En fait, dans le domaine élastique, la fibre développe des contraintes jusqu'à ce que l'adhérence fibre-matrice cède et donc se fissure. A partir de ce moment, les fibres agissent via le frottement. Toutefois, cette théorie fonctionne seulement lorsque la compacité granulaire et le squelette granulaire de la matrice sont normaux. C'est-à-dire qu'il doit y avoir assez de pâte pour enrober toutes les fibres afin que l'hypothèse de l'adhérence parfaite entre la fibre et la matrice soit respectée.

Les fibres jouent également un rôle dans les composites cimentaires fissurés. Elles consistent à coudre les fissures déjà présentes et à empêcher leurs ouvertures incontrôlées qui peuvent être interprétées comme une ruine locale. Les fibres permettent d'augmenter considérablement le travail qui mène à la rupture [49]. Les mécanismes de transfert d'efforts dans les matrices fissurées sont pratiquement identiques à ceux des matrices non fissurées. La différence majeure apparaît lorsque l'adhérence cède. Alors, la distribution des contraintes de cisaillement sera une combinaison d'un cisaillement de friction adjacente à la fissure ( $\tau_{fu}$ ) et de contrainte décroissante de cisaillement élastique ( $\tau_{au}$ ) en s'éloignant de cette fissure, comme montré à la figure I-13. Pour que les fibres améliorent beaucoup la ténacité, il faut que leur longueur soit suffisamment grande pour permettre de développer du frottement.

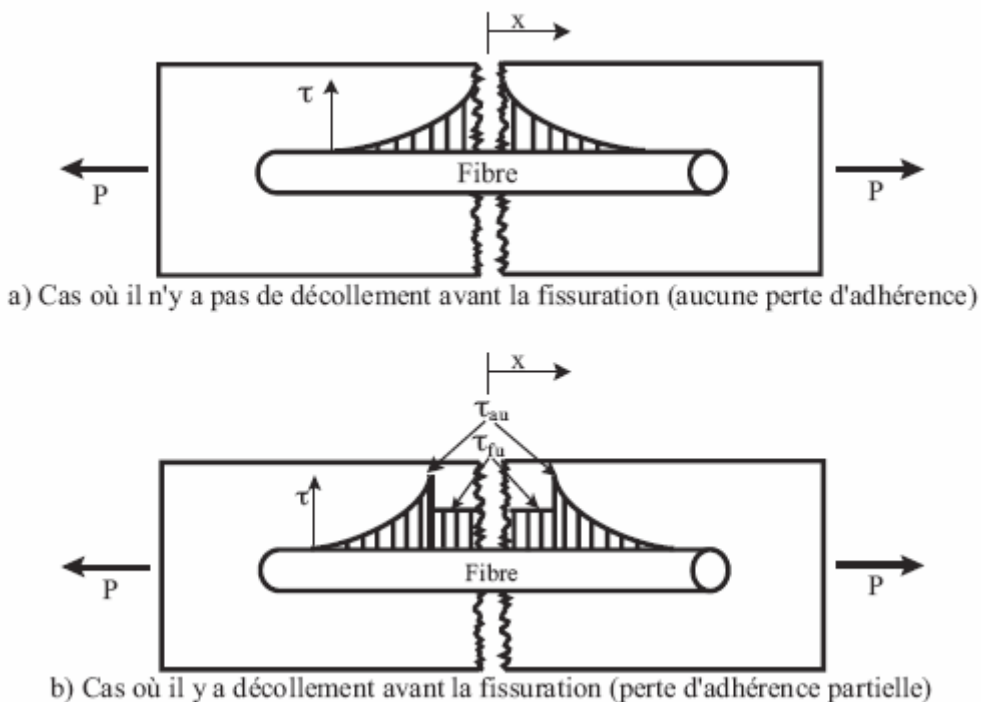


Fig I-13 : Répartition de la contrainte de cisaillement à l'interface fibre-matrice dans une matrice fissurée.

#### 4.4- Mécanisme de décollement des fibres

##### 4.4.1- Notion de longueur critique

Pour un diamètre de fibre donnée et une résistance à la traction du verre connue, il y a une longueur de la fibre dite "critique" à dépasser pour utiliser les propriétés du renfort. Cette longueur critique est définie comme étant la longueur pour laquelle la fibre peut atteindre, par transfert de contrainte interfaciale  $\tau_i$ , sa propre contrainte de rupture  $\sigma_{fu}$ .

Si nous considérons un élément de fibre de longueur  $dx$  (figure I-14), l'équation d'équilibre est la suivante :

$$\frac{\pi}{4}d^2 \cdot (\sigma_f + d\sigma_f) - \frac{\pi}{4}d^2 \cdot \sigma_f - \tau\pi d \cdot dx = 0 \quad (5)$$

$$\text{soit : } \frac{d\sigma_f}{dx} = \frac{4\tau}{d} \quad (6)$$

Par intégration de l'équation (6), l'expression de la distribution de la contrainte normale sera :

$$\sigma_f = \frac{4}{d} \int_0^x \tau \cdot dx \quad (7)$$

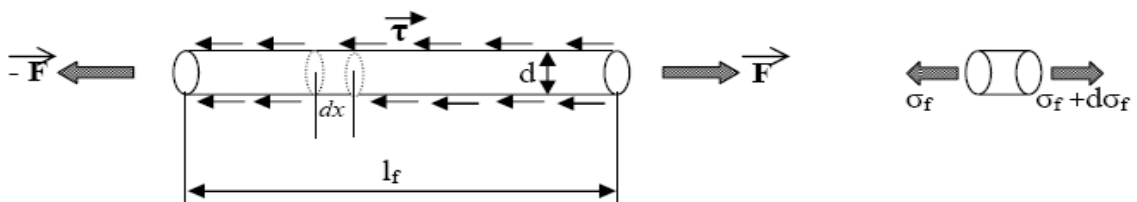


Fig I-14 : Equilibre d'une fibre droite et alignée

En faisant l'hypothèse d'une distribution uniforme de la contrainte de cisaillement à l'interface  $\tau_i$ , la contrainte au niveau de la fibre est :

$$\sigma_f = \frac{4\tau_i}{d} \cdot x \quad (8)$$

La contrainte maximale dans la fibre est donc :

$$\sigma_{fmax} = 2 \cdot \tau_i \cdot \frac{l}{d} \quad (9)$$

L'expression de la longueur critique de fibre  $l_c$  est de la forme suivante :

$$l_c = \frac{\sigma_{fu}}{2 \cdot \tau_i} \cdot d \quad (10)$$

Suivant la longueur de la fibre par rapport à cette valeur critique comme nous le montre la figure I-15, la rupture du composite se fera par :

- rupture des fibres si  $l_f \geq l_c$
- déchaussement partiel si  $l_f < l_c$ ; les fissures apparaissent et se propagent, soit dans la matrice, soit au niveau de l'interface.

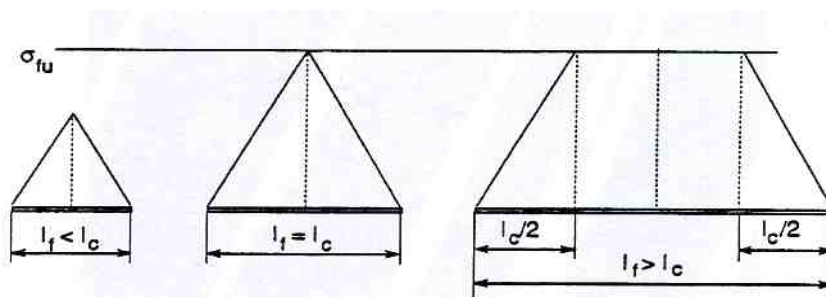


Fig : I-15 : Longueur critique de fibre et contrainte ultime dans la fibre [51].

Les fibres de verre présentes dans le ciment sont sous forme de mèches composées de 200 filaments chacune et non comme fibres dispersées. Cette configuration complique considérablement la détermination du périmètre des éléments de renforcement, un paramètre important dans la détermination de la contrainte d'adhérence [52].

## 5.- Evaluation des propriétés mécaniques

### 5.1- Propriétés élastiques : Approche basée sur la loi des mélanges

Connaissant les propriétés intrinsèques des fibres et de la matrice, cette loi permet d'évaluer l'influence de la proportion de fibres incorporées sur les propriétés élastiques d'un composite unidirectionnel dans le sens du chargement. Plus connu sous le vocable "loi des mélanges", ce modèle est attribué aussi à Krenchel [53].

$$E_c = E_m \cdot V_m + E_f \cdot V_f \quad (11) \quad \text{où } V_m + V_f = 1$$

$E_c$ ,  $E_m$ ,  $E_f$ : sont respectivement les modules d'élasticité du composite, de la matrice et des fibres.  $V_m$  et  $V_f$  sont les volumes de la matrice et des fibres.

$$\sigma_c = \sigma_m \cdot V_m + \sigma_f \cdot V_f \quad (12)$$

Cette loi des mélanges simple est incapable de déterminer avec précision acceptable le module d'élasticité des CCV à fibres courtes alignées, encore moins celui des CCV à fibres d'orientation quelconque. La loi des mélanges ne tient pas compte, ni de la discontinuité du renfort, ni de l'orientation des fibres, ni de la véritable nature de l'interface fibre-matrice [54].

Krenchel semble être le premier à appliquer ce modèle pour le cas des matériaux à base de ciment. Il a proposé une loi des mélanges amélioré à laquelle des coefficients "réducteurs", qui prennent en compte le "rendement" des fibres vis-à-vis de la sollicitation et donc de leur efficacité, sont introduits. Cette loi devient de la forme suivante :

$$\sigma_c = \sigma_m \cdot V_m + \beta \cdot \sigma_f \cdot V_f = \sigma_m \cdot V_m + \beta \cdot E_f \cdot \varepsilon_{mu} \cdot V_f \quad (13)$$

$\beta$ : coefficient d'efficacité est égal :  $\beta = \beta_l \cdot \beta_0$

$\beta_l$ : est associé à la géométrie des fibres (élancement ou longueur),  $\beta_l = 1 - \frac{l_c}{2l}$  (14)

$\beta_0$  : est relatif à l'orientation des fibres

Plusieurs auteurs ont proposé des expressions de  $\beta_0$  variant selon les hypothèses considérées et rassemblées au tableau I-7.

Tableau I-7 : Valeurs de  $\beta_0$  relatif à l'orientation des fibres [39].

Auteurs \ Orientation	Biaxiale	Triaxiale
Krenchel	0.637	0.405
Romualdi-Mandei		0.405
Aveston-Kelly	0.637	0.5
Parimi-Rao	0.637	0.5
Kar-Pal		0.333 Suivant la position 0.444 des fibres vis-à-vis 0.825 de la fissure
Rajagopalan-Parameswaran	0.637	0.405
Laws	0.375 Pas de contraction latérale 0.333 (libre)	0.250 Pas de contraction latérale 0.166 (libre)
Dehousse		$25 N \cdot \frac{\pi d^2}{V_f^2}$
Schnütgen	$1 - \frac{1}{8} (1 - V_f) \left[ \frac{3(n-1)}{n} + V_m \right]$	$1 - \frac{2}{15} (1 - V_f) \left[ \frac{6(n-1)}{n} + V_m \right]$

Selon Laws [44], le coefficient  $\beta_1$  doit être déterminé dans deux régions (domaine élastique et domaine où la matrice est fissurée jusqu'à rupture finale). Pour le domaine de déformation élastique, il a proposé pour le coefficient  $\beta_1 = 1 - \frac{l_c}{2l} \cdot \frac{\varepsilon_{mu}}{\varepsilon_{fu}}$  en tenant compte du mécanisme de la fibre dans la matrice et en particulier le glissement relatif de la fibre par rapport à la matrice.

Laws a proposé aussi un coefficient global  $\beta = \beta_1 \cdot \beta_0$  en fonction du rapport  $l/l_c$  en tenant compte aussi du rapport de la contrainte d'adhérence interfaciale par frottement ( $\tau_i$ ) à la contrainte interfaciale ultime ( $\tau_u$ ), et le rapport  $\tau_i/\tau_u$  peut varier de 0 à 1. Ces valeurs de  $\beta$  sont rassemblées sur la figure I-16.

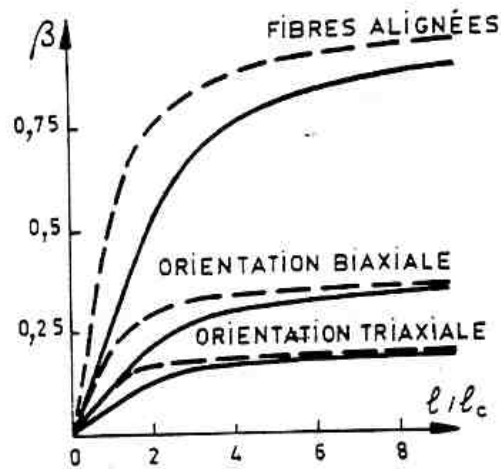


Fig I-16 : Coefficient d'efficacité global en fonction du rapport  $l/l_c$  [44].

## 5.2.- Prédiction de la contrainte du composite

La résistance en flexion des CCV est en général approximée par la contrainte du composite à la fissuration de la matrice. Plusieurs modèles basés sur la loi des mélanges modifiée ont été développés. Pour les bétons de fibres métalliques Swamy et al. [55], ont proposé un modèle semi empirique pour l'évaluation de la résistance en flexion dont la formulation est :

$$\sigma_{cu(fl)} = 0,97 \cdot \sigma_{mu(fl)} \cdot (1 - V_f) + 3,41 \cdot \frac{l_f}{d} \cdot V_f \quad (15)$$

$\sigma_{cu(fl)}$  : contrainte ultime de flexion du composite,

$\sigma_{mu(fl)}$  : contrainte ultime de flexion de la matrice,

$V_f$ ,  $l_f$  et  $d$  : sont respectivement la fraction volumique, la longueur et le diamètre des fibres.

La formulation de Swamy est limitée entre autre par sa spécificité empirique. Tous les modèles ne tiennent pas compte de l'interface en tant que point faible de la structuration interne du composite. L'état de l'interface au moment de la fissuration de la matrice (adhésion élastique, décohésion partielle ou totale) influence logiquement la forme

des équations constitutives du matériau. Les formulations précédentes négligent une telle influence.

### 5.3- Approche probabiliste

Un grand nombre de données expérimentales ainsi que des travaux parus dans la littérature [56, 57] montrent avec certitude que le comportement mécanique des composites fibrés est en général non seulement de type statistique à l'échelle macroscopique, mais aussi résulte d'événements de rupture à l'échelle microscopique eux-mêmes stochastiques. Ce caractère statistique résulte de la nature fragile des constituants (pris individuellement, la fibre et la matrice ont un comportement stochastique) et des variations locales de la structure (défauts de mise en œuvre) et de la microstructure (porosité, hétérogénéités...).

Ces effets se traduisent par une dispersion significative des résultats d'essais sur des échantillons de forme et de dimensions cependant identiques. Cette dispersion influence donc naturellement la valeur des caractéristiques du matériau à prendre en compte dans les calculs de comportement, ainsi que les résultats du calcul eux-mêmes qui peuvent souffrir d'effets d'échelle non considérés par les méthodes de calcul déterministe.

Pour donner un sens à l'éparpillement des résultats, une approche probabiliste pour décrire la rupture des solides fragiles a été proposée par Weibull [58]. Son modèle permet d'analyser statistiquement la rupture des matériaux fragiles, en prenant les défauts comme une distribution aléatoire et il est fondé sur la conception du maillon le plus faible. Dans cette théorie, le matériau est assimilé à une chaîne de maillons (éléments de volume) dont la rupture du plus faible conditionne la ruine de l'ensemble. Le modèle de Weibull prend en compte l'effet d'échelle (un élément de grande dimension a une résistance plus faible qu'un petit élément), et l'effet de la distribution des contraintes (un élément en traction a une résistance plus faible qu'un élément en flexion 4 points ou qu'un élément en flexion 3 points).

Différents types estimateurs sont utilisés pour le calcul de la probabilité de rupture expérimentale. L'estimateur le plus largement utilisé est :

$$P_i = \frac{i}{N+1} \quad (16)$$

Asloun et al. [59] recommandent d'utiliser l'estimateur suivant pour un échantillonnage inférieur à 50.

$$P_i = \frac{i-0,5}{N} \quad (17)$$

La probabilité de rupture ( $P_f$ ) selon le modèle de Weibull s'écrit :

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m \right] \quad (18)$$

où  $P_f(\sigma)$  : est la probabilité de rupture cumulative à la contrainte  $\sigma$ ,

$m$  : paramètre de forme ou module de Weibull

$\sigma_o$  et  $\sigma_u$  sont respectivement les paramètres d'échelle et de seuil de contrainte en-dessous duquel la probabilité de rupture est nulle.

La densité de probabilité associée à la statistique de Weibull est donnée par :

$$p(\sigma) = \frac{m}{\sigma_o} \cdot \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^{m-1} \exp \left[ - \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m \right] \quad (19)$$

Le paramètre  $\sigma_u$  est généralement utilisé comme paramètre d'ajustement. Son utilisation pratique peut néanmoins masquer le caractère bimodal de la distribution des défauts menant à la rupture et peut conduire à des résultats biaisés [59]. La fonction de distribution de Weibull à deux paramètres est utilisée en considérant  $\sigma_u=0$ . Dans le cas d'une rupture provoquée par une multitude de défauts, l'utilisation d'une fonction multimodale est indispensable. La fonction de distribution bimodale de Weibull à deux paramètres est la suivante :

$$P_f(\sigma) = 1 - p \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{s_1} \right)^{m_1} \right] + (1-p) \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{s_2} \right)^{m_2} \right] \quad (20)$$

où  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $s_1$  et  $s_2$  sont les paramètres de forme et d'échelle des deux distributions de défauts respectivement.  $p$  est le paramètre représentant la proportion due aux défauts les plus graves.

La forme linearisée de l'équation (18) avec  $\sigma_u=0$  est utilisée afin de vérifier si la rupture peut être décrite à l'aide de la statistique de Weibull :

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - P_f(\sigma)} \right) \right] = m (\ln \sigma - \ln \sigma_o) \quad (21)$$

Si la rupture est provoquée par une catégorie unique de défauts,  $\ln(-\ln(1-P))$  varie de manière linéaire avec  $\ln(\sigma)$  et le module de Weibull  $m$  est donné par la pente de la

courbe. Lorsque la distribution est bimodale l'équation (21) n'est plus linéaire, et un changement de pente indique le passage d'une distribution de défauts à l'autre.

## 6.- Comportements mécaniques des CCV

### 6.1- Comportement en traction direct

Ce comportement est schématiquement décrit par la courbe type d'essai de traction, qui est constituée par trois zones distinctes (figure I-17).

- Zone I : correspond à la zone élastique (comportement linéaire). Un lien parfait entre la matrice et les faisceaux de fibres de verre est supposé dans cette zone. La rigidité  $E_i$  de la matrice est dominante, le renfort n'intervient pas.

- Zone II : apparition de la première fissure, la charge se développe lentement, un modèle de petites fissures s'établit graduellement. Le transfert de charge est assuré par friction à l'interface fibre-matrice.

- Zone III : les fissures s'ouvrent davantage jusqu'à un niveau d'ouverture de fissures "appelé saturation d'espacement des fissures". Cette zone est appelée aussi post-fissuration. Les fibres supportant la totalité de la charge commencent à glisser de la matrice. Le comportement du matériau est régi par la résistance des fibres et de l'interface, qui confèrent au composite un comportement "pseudo-ductile".

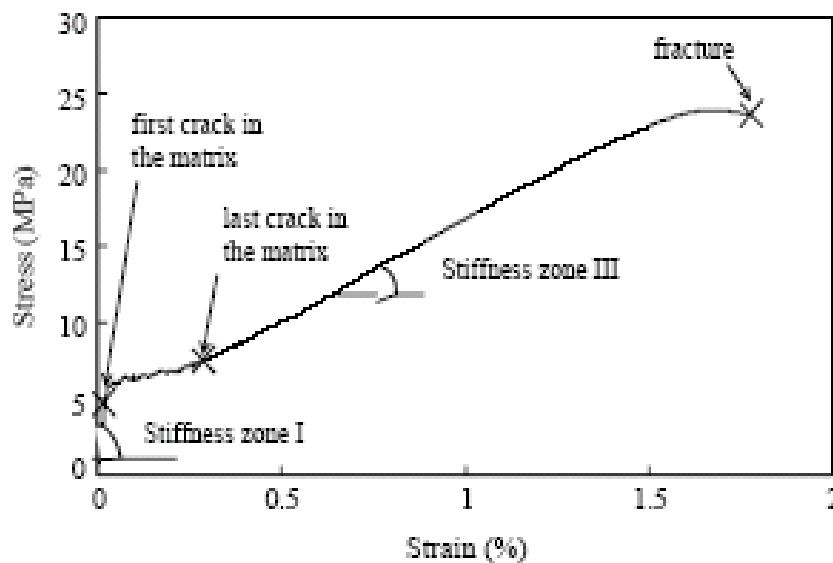


Fig I-17 : Représentation schématique d'une courbe Contrainte-Déformation d'une matrice renforcée de fibres de verre E (aléatoirement dispersées en 2D) [60].

La figure I-18 tirée des travaux de Majumbar [61] a l'intérêt de mettre en évidence les deux paramètres (longueurs et teneurs en fibres de verre) qui jouent un rôle primordial dans la résistance à la traction. Cependant, il existe une valeur limite de teneur en fibres (entre 4 et 6%) à laquelle la résistance est directement et linéairement proportionnelle. Dépassé cette valeur limite de teneur, ces deux paramètres agissent dans le même sens mais de façon non linéaire.

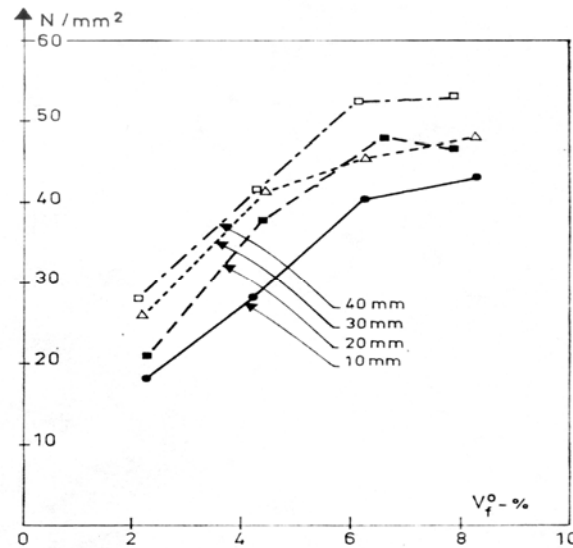


Fig I-18 : Résistance à la traction du ciment armé de fibres de verre en fonction de la teneur en fibres et pour différentes longueurs [61].

## 6.2- Comportement en traction par fendage

La difficulté de mise en place d'un essai de traction directe, oriente vers l'utilisation de l'essai de fendage pour la mesure de la résistance à la traction du béton. Yeol Choi et al. [62] décrivent l'influence de l'addition des fibres de verre et de polypropylène sur les résistances en traction par fendage et en compression et montrent que les courbes contraintes-déplacement en traction de GFRC et PFRC ont un comportement linéaire jusqu'à l'apparition de la première fissure (figure I-19). Ce comportement est similaire à celui obtenu par l'essai direct. Au-delà de la limite proportionnelle, les valeurs de contraintes sont en dents de scie et l'explication avancée par les auteurs est un effet de fibres qui jouent des rôles additionnels dans la résistance à la traction et la ductilité du béton renforcé de fibres.

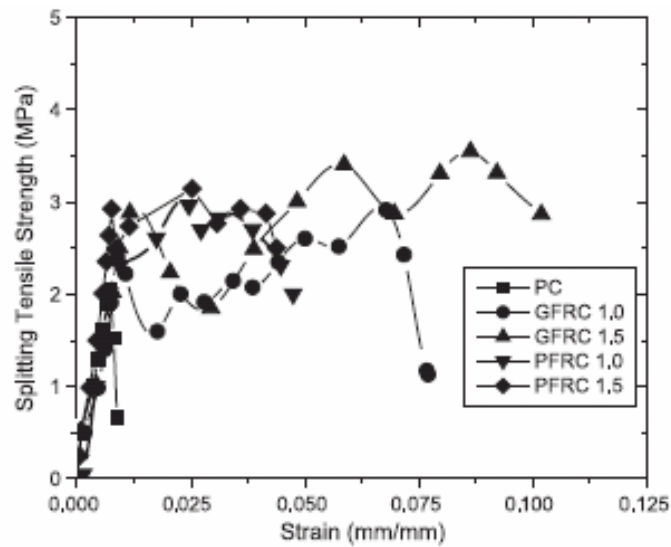


Fig I-19 : Courbes contraintes-déplacement en traction par fendage [62].

Un modèle analytique, a été proposé pour décrire la relation entre la résistance à la traction par fendage et la résistance à la compression, représenté par l'équation 17.

$$f_{(st)i} = K.(f'_c)_i^{0.5} \quad (22)$$

$f_{(st)i}$  et  $(f'_c)_i$  sont respectivement la résistance à la traction par fendage et la résistance en compression. K représente l'intersection, c'est valeur constante pour chaque âge de l'analyse régression.

Les équations 23 et 24 décrivent la relation entre la résistance à la traction par fendage et la résistance en compression respectivement du GFRC et du GFRC pour tous les ages de cure.

$$f_{(st)} = 0,60.(f'_c)^{0.5} \text{ , pour GFRC} \quad (23)$$

$$f_{(st)} = 0,55(f'_c)^{0.5} \text{ , pour PFRC} \quad (24)$$

L'équation pour le cas du GFRC est tracée dans la figure I-20 avec les résultats expérimentaux. Pour apprécier la corrélation entre la résistance en traction par fendage et la résistance en compression et qui permet aussi par la connaissance d'une variable donne les limites dans lesquelles peut être comprise l'autre variable, le coefficient de détermination ( $R^2$ ) trouvé est de 0,81. Ce coefficient semble significatif en le comparant à la valeur arrêtée par les statisticiens qui est de 0,7.

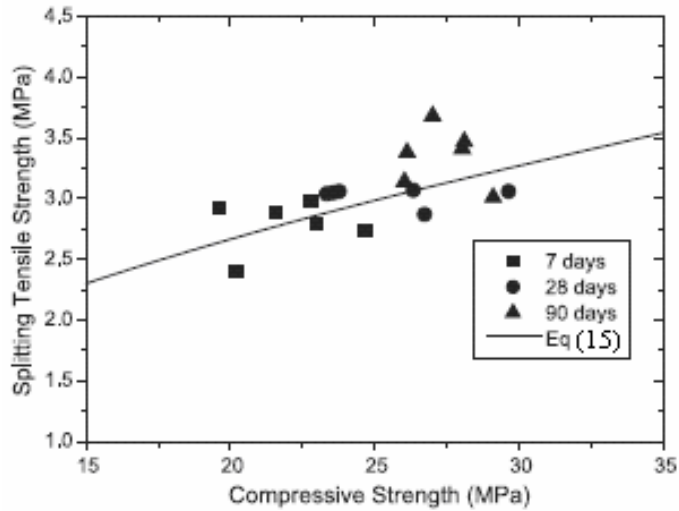


Fig I-20 : Tracé de l'équation (23) avec des données expérimentales pour le GFRC [62].

### 6.3- Comportement en flexion

Après apparition des fissures, l'état de contrainte schématisant le comportement en flexion d'une poutre de CCV se traduit par un déplacement de la fibre neutre vers la zone comprimée donnant ainsi une distribution de contrainte non linéaire (figure I-21). En zone de traction, les contraintes ne sont plus proportionnelles aux déformations. Les bonnes performances obtenues par un essai de flexion pourraient amener une mauvaise interprétation et faire attribuer à la résistance mécanique ce qui est dû à la déformabilité du matériau.

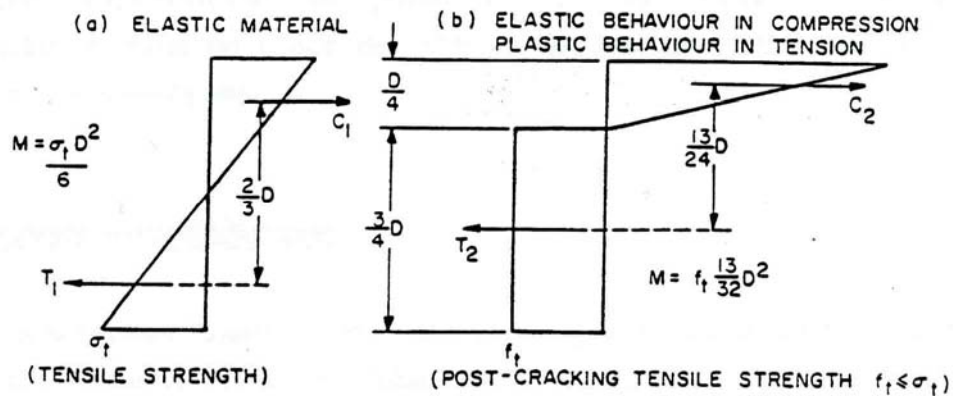


Fig I-21 : Distribution des contraintes en flexion pour un béton sans fibres et un béton avec fibres [63].

Les caractéristiques mécaniques les plus importantes du composite ciment-verre sont à déduire d'un essai de flexion où la longueur, la nature et la teneur en fibres sont étroitement liées à ces caractéristiques et par conséquent conduisent à l'augmentation de la résistance, de la résistance à la fissuration et de la ténacité [64] qui a été quantifiée par différents chercheurs.

Selon la norme américaine ASTM C 1018 [65], l'indice de ténacité est défini comme étant un rapport entre deux surfaces sous la courbe charge-déformation. La norme américaine donne trois indices de ténacité  $I_5$ ,  $I_{10}$  et  $I_{20}$  et trois critères de déformations  $3 \delta_f$ ,  $5,5 \delta_f$  et  $10,5 \delta_f$  ou  $\delta_f$  est la déformation du matériau correspondant à la première fissure (déformation en phase linéaire). Un exemple de calcul des indices de ténacités et des critères de déformations sont représentés dans la figure I-22 [66].

L'essai d'ASTM C 1018 a fait l'objet de nombreuses critiques [67] parce qu'il dépend excessivement de la définition de la première fissure et la courbe de charge-déplacement peut avoir une zone d'instabilité. Cette formation de première fissure devient souvent difficile à localiser. Malgré de telle critique, cet essai reste toujours le plus répandu pour mesurer la ténacité.

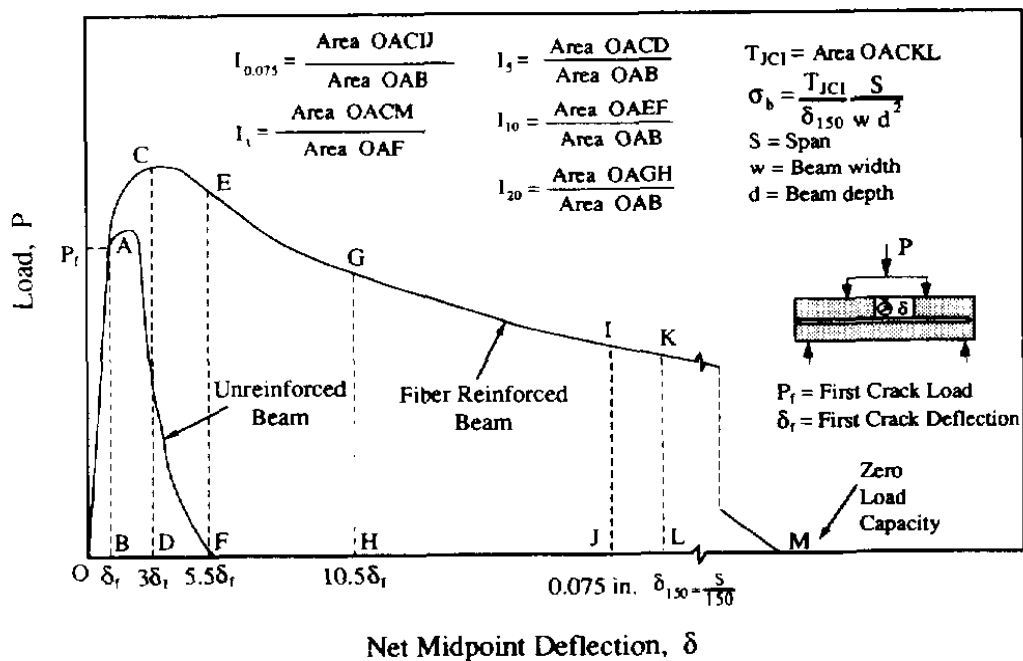


Fig I-22 : Définition de l'indice de ténacité selon l'ASTM C 1018 et JCI SF4 [66].

La norme japonaise JCI SF4 [68] détermine l'indice de ténacité (par flexion) en utilisant la formule suivante :

$$\sigma_b = \frac{T_{JCI}}{\delta_{tb}} \times \frac{1}{bh^2} \quad (25)$$

$\sigma_b$  : indice de ténacité ( par flexion) en N/mm<sup>2</sup>

$T_{JCI}$ : ténacité en Joules

$\delta_{tb}$  : déformation correspondante à 1/150 de la portée de l'éprouvette en mm

b et h : dimensions transversales de l'éprouvette en mm

Des essais sur des spécimens renforcés de fibres de verre et d'autres fibres ont mis en évidence la performance de la distribution spatiale des fibres par l'amélioration des indices de ténacité surtout lorsque les fibres sont concentrées dans la zone tendue [69].

En fait, les fibres augmentent le travail nécessaire pour propager une fissure et atteindre la rupture telle que décrite par la mécanique de la rupture [70]. De ce fait les fibres augmentent la ductilité du composite cimentaire, c'est-à-dire ses caractéristiques en post-fissuration.

#### 6.4- Comportement en compression

De façon générale, l'incorporation de fibres n'apporte pas d'amélioration sensible en compression comme le montre la figure I-23 [71]. Pour le composite ciment-verre le constat est le même [72], du fait que les fibres de verre vont introduire une hétérogénéité supplémentaire dans le composite. Cette hétérogénéité entraîne une diminution de la compacité (diminution de la masse volumique : Fig I-24) se traduisant par une légère chute des propriétés. Cette augmentation de porosité est le résultat d'une plus grande difficulté de mise en œuvre des CCV et cette conséquence s'aggrave en présence des fibres longues et des taux très élevés.

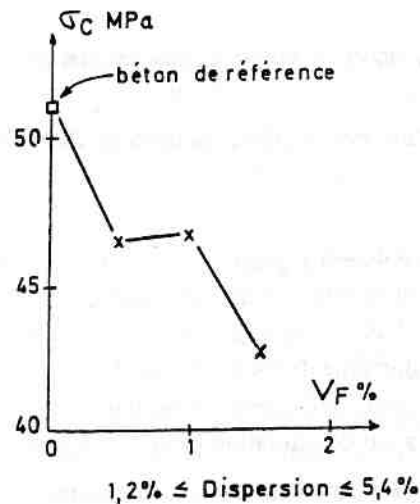


Fig I-23 : Résistance en compression en fonction du pourcentage de fibres [71].

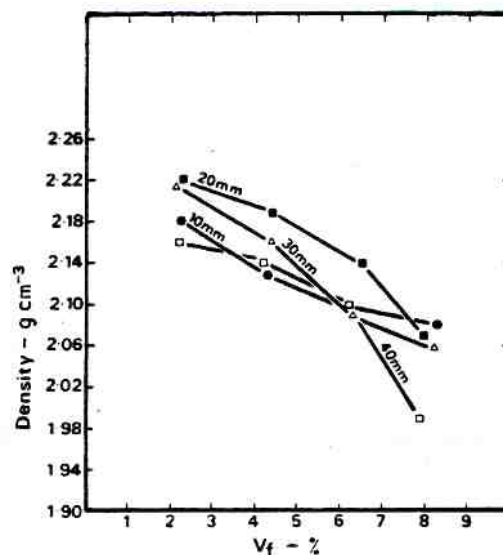


Fig I-24 : Relation entre taux volumique de fibres de longueur variable et densité du GRC à 28 jours [73].

## 6.5- Comportement sous sollicitations cycliques

### 6.5.1- Introduction

Une sollicitation cyclique peut conduire à la ruine d'un matériau par effet de fatigue. Selon SETRA [74] : " le phénomène de fatigue est la conséquence de la dégradation progressive d'une structure soumise à des sollicitations fluctuantes ou répétées, qui se traduit par l'apparition et le développement de fissures, endommagent ces structures et pouvant les amener à la ruine par rupture brutale ".

La nature hétérogène des matrices cimentaires renforcées par des fibres qui induisent une forte dispersion de résultats, empêche l'établissement d'un critère fiable de prévision de durée de vie. Toutefois, cette dispersion de résultats d'essais de fatigue est acceptée aujourd'hui comme étant un aspect physique du phénomène [75]. Les causes physiques qui entraînent une dispersion peuvent être :

- internes au matériau : inclusions, hétérogénéités,.....
- dues ou liées à la mise en œuvre des éprouvettes
- extérieurs à l'éprouvette : fréquence des cycles, influence de l'environnement,.....

Les composites à matrices cimentaires qui ont fait l'objet de nombreuses campagnes expérimentales en fatigue depuis 3 décennies sont beaucoup plus sur les bétons à fibres métalliques [76, 77]. Peu de travaux se sont intéressés aux fibres de verre sous sollicitation de fatigue et le peu qui existe concerne l'application de ces fibres pour la réparation [78].

### 6.5.2- Les paramètres mécaniques définissant la fatigue

Un essai de fatigue peut être défini à l'aide de cinq paramètres de base :

- La nature du signal ou bien la nature du contrôle de la sollicitation essentiellement en déplacement imposé ou force imposée.
- La forme du signal : sinusoïdale, triangulaire ou carrée.
- La valeur du rapport R de contrainte ou de déformation ( $R_\sigma = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$ ) ou ( $R_\epsilon = \epsilon_{\min} / \epsilon_{\max}$ ).
- Nature de la sollicitation : traction, compression, flexion,.....
- La fréquence du cycle.

La figure I-25, schématise les différents cas de sollicitations de fatigue.

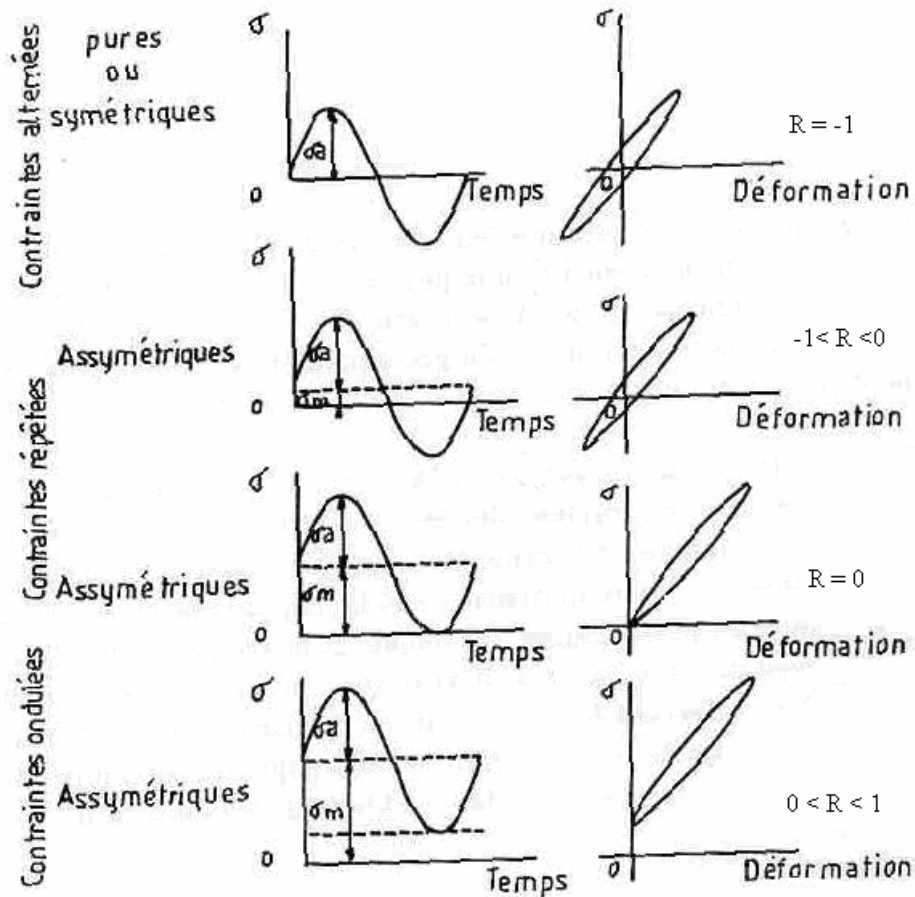


Fig I-25 : Différents cas de sollicitations : efforts-temps, effort-déformation

### 6.5.3- Les différents types d'essais pour les composites cimentaires

Les trois catégories d'essais mécaniques utilisés pour caractériser les composites à matrice cimentaire sous sollicitations cycliques sont des essais de compression, de traction uniaxiale et flexion.

L'essai de flexion reste la référence en matière d'endommagement par fatigue [79]. Cet essai est choisi beaucoup plus par sa simplicité de mise en place et le test est très proche des conditions réelles de fonctionnement en service des éléments.

La littérature consultée, montre qu'il est difficile de parvenir à une corrélation fiable reliant la résistance en flexion et la durée de vie en fatigue [80]. Ce problème est lié au nombre de paramètres en relation directe avec la résistance mécanique. De ces paramètres on peut citer les dimensions des échantillons testés, la qualité de l'interface

fibre-matrice (relié à la compacité de la matrice), la géométrie des fibres, leur état de surface, leur orientation, leur pourcentage volumique, le taux de chargement, l'amplitude de contrainte, ect....Autant de facteurs qui contribuent à rendre la compréhension des mécanismes plus complexes.

#### **6.5.4- Rôle de l'interface fibre-matrice**

Le comportement des matrices cimentaires renforcées de fibres est intrinsèquement lié à l'interface fibre-matrice. Une fois la fissuration de la matrice initiée, généralement dès le premier cycle de chargement, le transfert des efforts s'opère vers les fibres via l'interface.

En prenant comme référence les travaux de Rouby et Reynaud [81] sur les céramiques fibrées, Cherouali [82] dans son travail de thèse explique le rôle du frottement aux interfaces fibre-matrice dans le cas des sollicitations mécaniques cycliques. Les mécanismes d'endommagement sont schématisés sur la figure I-26, pour un composite unidirectionnel avec une fissure matricielle située au milieu. Dans le cas d'un frottement constant, la contrainte de frottement admet un maximum à la position de la fissure matricielle et décroît linéairement dans la zone de décohésion ( $2L_1$ ) (profil a) sur la figure I-26. Sous l'effet de la fatigue, une décroissance continue de la contrainte de frottement correspondant à une pente plus faible (profil b) sur la figure I-26, nécessite une zone de transfert de charge ( $2L_2$ ) plus large. L'augmentation de la zone de transfert de charge, à mesure que le frottement à l'interface diminue, implique une grande probabilité de rupture des fibres.

Un constat similaire a été apporté par une étude expérimentale de Parrant [83] sur le béton de fibres métalliques. Dans ce cas précis, l'interface fibre-matrice s'est détériorée très fortement sous la sollicitation cyclique à cause de l'emploi de méso-fibres (courtes). Ces dernières sont devenues inactives, la résistance du composite s'est fortement altérée et une ruine rapide s'en est produite.

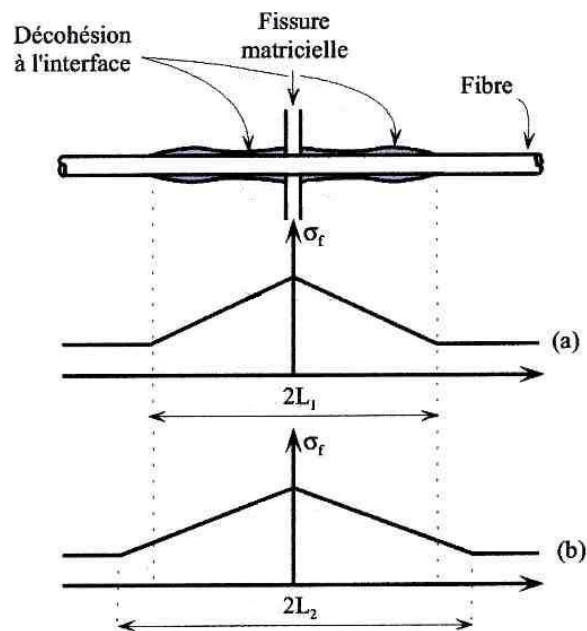


Fig I-26: Evolution du transfert de charge à l'endroit d'une fissure matricielle

### 6.5.5- la limite d'endurance

Les principaux facteurs ayant une influence sur la résistance à la fatigue (ou limite d'endurance) sont le nombre de cycles à rupture et le niveau de chargement. Ces facteurs permettent de tracer des courbes de résistances à la fatigue dite "courbe de Wöhler" ou courbes "S-N" [84]. La représentation graphique des courbes de Wöhler est l'expression du niveau de chargement "S" en fonction du logarithme du nombre de cycles à rupture. La représentation mathématique de la courbe de Wöhler est :

$$S = a - b \cdot \text{Log} (N) \quad (26)$$

S : exprime le niveau de chargement appliqué

N : nombre de cycles à rupture

a et b : des constantes du matériau

a : représente la contrainte de rupture statique

La définition d'une limite d'endurance nécessite un nombre d'essais important pour pouvoir définir la contrainte de fatigue au dessous de laquelle le matériau n'est pas sensible au phénomène de fatigue. En pratique, la détermination de la limite d'endurance devient difficile à réaliser par suite du caractère aléatoire des ruptures de fatigue dans la zone d'endurance. Les seules méthodes fiables d'appréciation de la limite d'endurance font appel à des méthodes statistiques.

Selon la synthèse de Lee [85] réalisée à partir des résultats de la littérature pour le cas des bétons de fibres métalliques, les remarques suivantes peuvent être dégagées :

- il faut aller au-delà de 1 million de cycles pour pouvoir définir une limite d'endurance
- le dosage volumique en fibres apparaît comme le facteur principal dans la résistance à la fatigue.
- Le paramètre  $(l_f/d)$  est un paramètre secondaire dans la tenue à la fatigue.

## 7.- Conclusion

Les points suivants peuvent être retenus :

- La fragilité des fibres de verre s'accroît avec un malaxage énergétique.
- Pour une bonne maniabilité, le sable doit avoir un squelette à granulométrie fine et en proportion avec le ciment jusqu'à un rapport de 1.
- La longueur des fibres reste le seul paramètre géométrique d'appréciation dans le cas des CCV à cause de la spécificité des fibres de verre.
- Cette dernière configuration complique la détermination de la longueur critique des fibres et de ce fait une difficulté de quantifier la contrainte d'adhérence.
- Les formulations présentées pour modifier la loi des mélanges restent insuffisantes et faisant abstraction à l'état de l'interface comme élément important dans la structure interne du composite.
- Selon la littérature consultée, les fibres de verre restent sous forme de paquets compliquant l'extrapolation de la loi des mélanges en vue d'une estimation des propriétés mécaniques des CCV.
- L'approche probabiliste permet de décrire l'effet de taille. En présence de plusieurs populations de défauts, la rupture devient difficile à cerner. Cette approche probabiliste paraît délicate à élaborer et peu d'auteurs ont emprunté cette voie.
- L'effet des fibres est beaucoup plus important en flexion qu'en compression. Cet effet est apprécié en post première fissuration et améliore la ténacité du composite.
- La nature hétérogène des matrices cimentaires complique l'établissement d'un critère fiable de prévision en fatigue.
- La rupture par fatigue n'est pas prévisible et non maîtrisable, car elle est influencée par une multitude de paramètres.
- Le dosage volumique en fibres peut être un critère déterminant dans la résistance à la fatigue.
- Un déficit de connaissance est relevé quant à la compréhension des mécanismes d'endommagement de l'interface fibre-matrice. Pour comprendre le phénomène, les travaux proposés s'inspirent des modèles développés pour les céramiques fibrées.
- Un nombre élevé de cycles de chargement pour l'établissement d'une résistance de fatigue (limite d'endurance).

## 3- DURABILITE

### 1.- Introduction

Les fibres de verre possèdent une résistance à la traction et un module d'élasticité particulièrement élevés, comparativement à d'autres fibres organiques ou minérales. De ce fait, elles constituent un matériau de choix pour améliorer les propriétés mécaniques de nombreux produits composites.

Cependant, les travaux de recherches menés beaucoup plus au Royaume-Uni sur les composites à matrice cimentaire renforcées par des fibres de verre sous l'appellation GFRC (Glass Fibre Reinforced Cement), ont montré que ces fibres subissent des dégradations à long terme [86, 87, 88]. Les fibres de verre de type alkali-résistant (CemFil) sont spécialement conçues pour inhiber l'attaque des matrices cimentaires par l'adjonction d'oxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) dans la composition chimique des fibres, n'échappent pas elles aussi à une fragilisation dans un environnement humide due à une attaque alcaline des fibres de verre. Ceci a pour conséquence une évolution à la baisse des résistances en flexion comme le montre les figures I-27. La dégradation est due au comportement interne du composite où la matrice constitue un environnement très agressif pour la fibre [89].

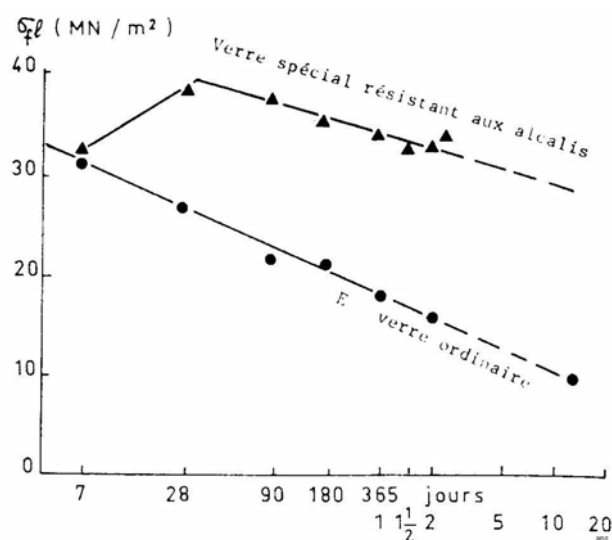


Fig I-27 : Résistance à la flexion du ciment portland armés de fibre de verre en fonction du temps de conservation (éch. log) [90].

De nombreuses techniques ont été adoptées pour essayer d'améliorer la durabilité dans le temps des CCV en agissant au niveau de la fibre de verre ou au niveau de la matrice.

## 2.- Les mécanismes d'attaque chimique du verre par une solution alcaline

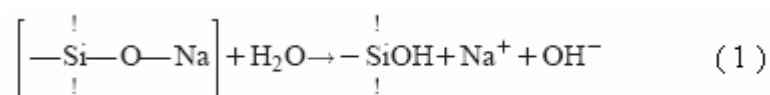
Une idée répandue est que les verres sont des matériaux inertes d'un point de vue chimique. En effet, ils ont une plus grande résistance à la corrosion à température ambiante, comparés aux autres matériaux. Mais quel que soit le type de fibres de verre considéré, quand celles-ci sont mises en contact avec une solution aqueuse, elles sont dégradées à un degré plus ou moins important ce qui se traduit par la modification de la composition de la surface [91].

Lavoisier a mis en évidence pour la première fois au XVIII<sup>e</sup> siècle l'altérabilité chimique du verre et ce sont les solutions alcalines qui sont les agents les plus actifs pour l'attaque du verre. Cette altérabilité dépend fortement de la composition du verre et de la nature altérante. Deux mécanismes d'attaque chimique sont à distinguer : la dissolution des éléments alcalins du verre et la dissolution du réseau.

### 2.1.- Le mécanisme d'alcanisation (Leaching)

Le premier mécanisme est l'échange d'ions entre la solution aqueuse et la surface du verre : c'est la désalcanisation de la surface [92] où l'ion alkali est diffusé hors de la structure de verre. Ce processus s'appelle également dans la littérature "lixiviation". Cette étape est appelée "leaching", terminologie anglaise couramment utilisée.

Les cations présents dans le réseau du verre, Na<sup>+</sup> par exemple, sont échangés avec les ions H<sub>2</sub>O<sup>+</sup> provenant de la solution. Ces derniers forment des complexes ≡SiOH dans le réseau selon la réaction suivante :



Non seulement, une couche se forme à la surface du verre mais le pH de la solution augmente aussi quand cette réaction a lieu.

Dans le cadre d'une attaque du verre par une solution d'acide chlorhydrique (HCl), ce mécanisme est illustré sur la figure I-28.

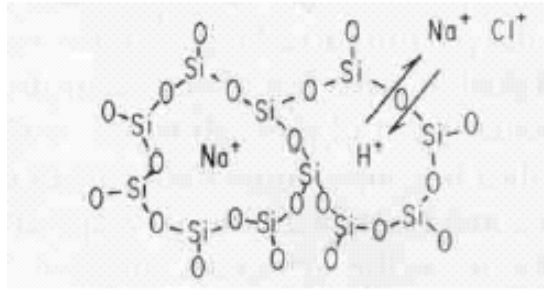
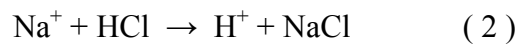


Fig I-28 : Mécanisme de désalcanisation du verre . Ce type d'attaque est caractéristique des solutions acides [91].

L'équation de la réaction illustrée sur la figure III.1 s'écrit:



La vitesse d'attaque dépend de la vitesse de diffusion des ions  $\text{Na}^+$  dans le verre. Ces réactions prédominent quand le pH de la solution est inférieur à 9. Ce mécanisme est ainsi caractéristique de l'attaque du verre par une solution acide.

Des essais effectués sur des faisceaux de fibres de verre de type E, après immersion d'une durée de 72 heures dans des acides à différentes concentrations ont montré à l'aide d'images au microscope électronique à balayage qu'il y a eu un effet corrosif qui a causé une réduction lente de la superficie des fibres de verre [93].

D'autres travaux se sont intéressés à comparer l'altérabilité des fibres de verre de types E et ARG placées dans des solutions acides (avec 5% de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à pH=0) et une solution alcaline (avec 5% de  $\text{NaOH}$  à pH=13,1) [94]. La figure I-29 illustrant ces recherches montre parfaitement la durabilité des fibres de verre en présence de telles solutions.

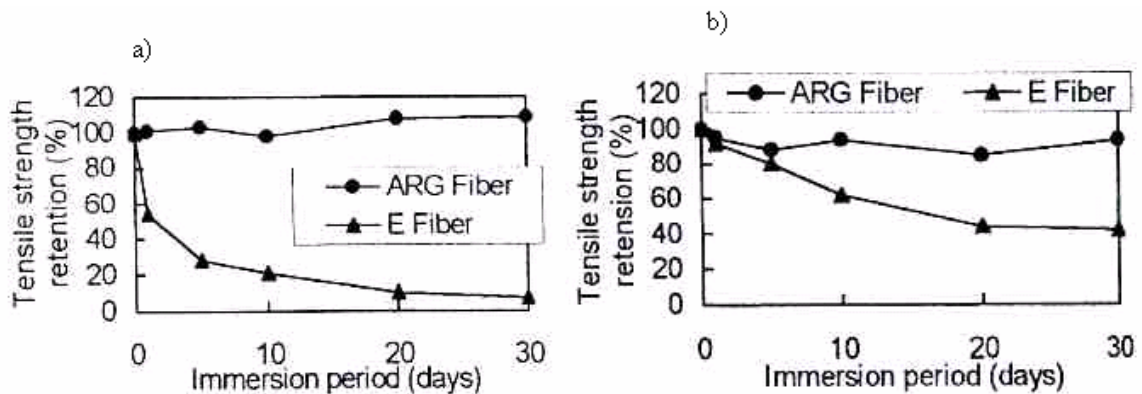
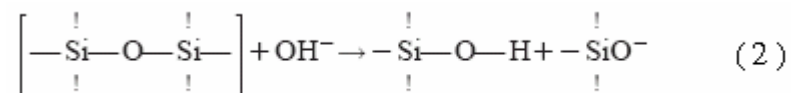


Fig I-29 : Evolution de la résistance à la traction des fibres de verres en rétention dans des solutions : **a)** solution acide  $\text{H}_2\text{SO}_4$  et **b)** solution alcaline  $\text{NaOH}$  [94]

## 2.2.- Le mécanisme de dissolution du réseau (etching)

Le deuxième mécanisme qui représente la dégradation du réseau silicique est assimilé à une érosion ou des encoches appelé "etching". Le verre est hydraté puis totalement dissous par rupture des ponts (Si-O-Si) à la surface du verre. Ce mécanisme est prédominant pour des pH supérieurs à 10. La figure I-30 représente le cas typique des attaques du verre par des solutions alcalines.

La réaction illustrée sur la figure I-30 s'écrit donc:



Les ions hydroxyle (OH<sup>-</sup>) contenus dans la solution rompent les liaisons (≡Si-O-Si≡) et forme des liaisons (Si-O-Na) et (Si-OH). La réaction avec une solution de soude peut s'écrire comme suit:

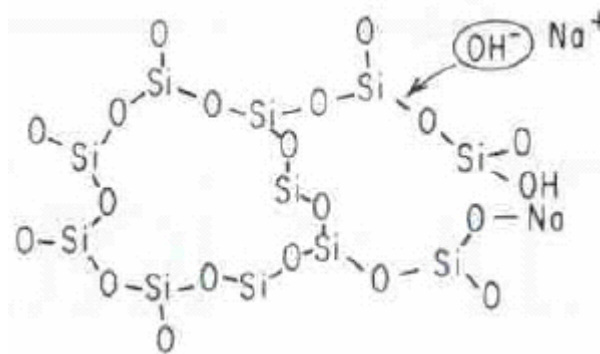
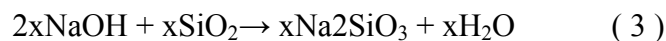


Fig I-30 : Mécanisme d'attaque du verre par une solution alcaline [91].

Les composants sont détruits les uns après les autres si qu'aucune couche de protection ne se forme à la surface du verre, et que la solution ne change pas, la réaction est linéaire en fonction du temps.

Le taux d'extraction du silica (SiO<sup>-</sup>) est fortement lié à la quantité d'ions sodium dans la solution et dans le verre [95]. Les ions sodium apportés dans la solution par l'échange ionique sont très importants dans la rupture du réseau. Ils se combinent avec la silice pour former du silicate de sodium.

Byars et al[96] montrent que le taux d'attaque chimique (ou pertes de masse) varie essentiellement avec :

- la température, qui affecte le taux de réaction et le taux de diffusion.
- le pH : la décomposition du verre devient plus importante pour des valeurs de pH supérieures à 9.
- la qualité de l'ensimage (protection des fibres).

Si la dissolution est totale, la surface du verre est "lisse". Si elle est partielle, la surface du verre est "rugueuse". La figure I-31 présente la modification de la surface d'un verre qui subit à la fois la lixiviation des ions alcalins et la dissolution du réseau (*etching*) [91].

La réaction d'un verre à l'attaque d'une solution aqueuse peut induire la coexistence des deux phénomènes dont l'un est prédominant sur l'autre. La durabilité du verre se retranscrit par la formation d'une couche protectrice à la surface du verre.

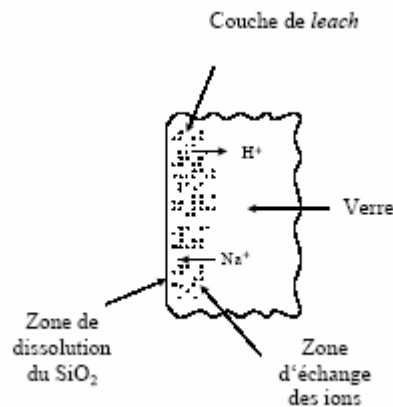


Fig I-31 : Mécanismes d'attaque du réseau du verre par une solution de soude [91].

Le mécanisme de la chute des résistances avec le temps est loin d'être clair et très complexe. Bien que les causes finales de ce phénomène restent encore discutables, deux facteurs ont été avancés dans les pertes de résistance et de ductilité du composite dans des environnements humides : l'un est chimique, l'autre est physique. L'attaque alcaline, des fibres de verre par le ciment surtout en milieu humide est avancée comme facteur chimique de la dégradation des fibres, tandis que la dégradation due à un facteur physique est associée au dépôt et la croissance de la portlandite [ $Ca(OH)_2$ ] qui remplit les espaces entre et autour des filaments des fibres de verre, les cimentant ensemble et réduisant la flexibilité. La fragilisation se produit sur une zone de concentration locale des efforts au droit des pailles préexistantes sur les fibres [97].

### 3.- Amélioration de la durabilité

Plusieurs techniques sont utilisées pour améliorer la longévité des fibres de verre. La modification de la matrice est une des voies largement employée et ceci peut être accompli par l'introduction de matériaux pouzzolanique, pour réduire l'effet de la chaux. La seconde voie consiste à modifier la composition de verre ou traitement spécifique de la surface de la fibre de verre. La figure I-32 résume les voies améliorant la durabilité des CCV.

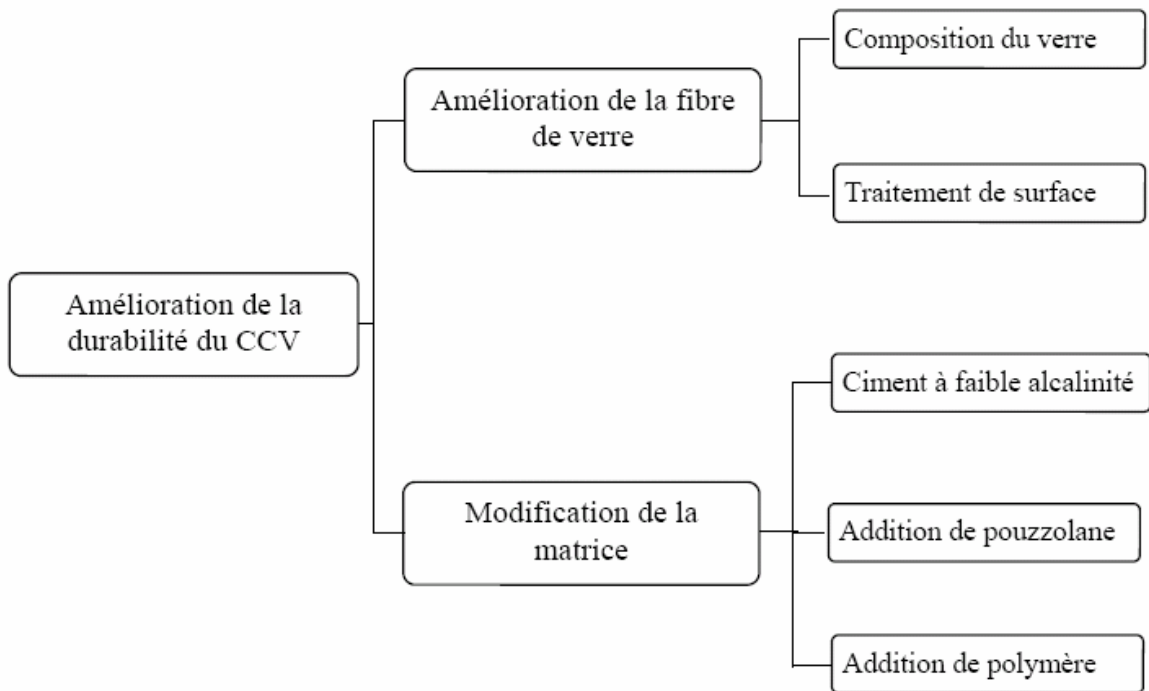


Fig. I-32 : Voies d'améliorations de la durabilité des CCV.

#### 3.1- Amélioration au niveau de la matrice

Une première solution consiste à utiliser des ciments à faible alcalinité tels que les ciments composés (CEM II) à la place d'un ciment classique (CEM I). Cependant, ce remplacement n'a pas donné des améliorations en gain de résistances ou du moins la conservation des propriétés mécaniques requises au premier mois de durcissement [98].

Le mis en cause de la détérioration des fibres de verre reste le ciment et son alcalinité. Certains chercheurs ont proposés l'utilisation de nouveaux types de matrices de ciment. Parmi les ciments développés, le ciment inorganique à base de phosphate (IPC) à

pH 7 qui a été développé en Belgique à l'université de Vrije de Bruxelles [99]. Des améliorations de longévité ont été obtenues avec ce type de ciment. Après 3 mois de durcissement, la résistance à la traction a conservé 90% de sa résistance initiale, en le comparant à un ciment portland ordinaire de pH 13 qui a vu sa résistance à la traction perdre 50% de sa valeur initiale [57].

Un autre ciment mélangé avec une pouzzolane de synthèse très réactive (métakaolin), expérimenté par Péra et al [100] puis ensuite par Purnell et al. [101, 102], semble donner des résultats encourageants. La nouvelle matrice (ciment-métakaolin) a fait baisser la concentration de l'ion hydroxyle [OH<sup>-</sup>] de moitié au cours des 2 premiers mois de durcissement, une des causes principale de la corrosion des fibres de verre. L'absence de portlandite a été constatée après 6 mois de conservation dans un bain à 65°C. Les réactions pouzzolaniques entre le métakaolin et la portlandite se sont déroulées au cours du premier mois de cure, notent les auteurs de ces articles. Ces constatations ont été confirmées par la suite par Purnell et al. [103].

L'ajout ou la substitution au ciment portland de charges minérales de type : fumée de silice [104-107], les cendres volantes [108] et les laitiers de haut fourneau [109], a été entrepris dans le but de faire baisser l'alcalinité du ciment. Les résultats obtenus sont assez contradictoires. Les ajouts de ces charges affectent les propriétés mécaniques des composites aux jeunes âges et ne sont efficaces qu'au-delà de 6 mois de cure.

D'autres procédés d'améliorations au niveau de la matrice ont été employés par divers spécialistes du domaine. Le traitement thermique (autoclavage) à des températures élevées de vapeur saturante, s'est avéré très préjudiciable pour la tenue des fibres de verre [110]. Péra et Ambroise [111] traitant des échantillons renforcés de fibre de verre dans un four à micro-onde aboutissent à des résultats au-dessous des résultats obtenus en traitement thermique.

Purnell et al. [112-114] ont testé des matrices renforcées de fibre de verre AR par l'action accélérée de la carbonatation par du gaz carbonique. A la suite des observations sur l'état de surface des fibres, le traitement par ce gaz améliore les performances mécaniques des composites. Cependant, la carbonatation reste tributaire du taux d'humidité contenu dans les échantillons. Par une carbonatation normale, le processus prendra plusieurs années et le procédé accéléré reste très coûteux.

Une autre technique consiste à densifier l'interface fibre-matrice par des polymères pour empêcher la diffusion des ions alcalins vers les renforts [6, 115, 116]. L'addition de

polymère à la matrice n'a pas empêché la dégradation des fibres. Les polymères les plus utilisés sont : l'alcool polyvinylique (PVA), acrylique copolymère (AC) et copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle (VAC).

### **3.2- Amélioration au niveau des fibres**

Une des premières solutions pour minimiser l'attaque des fibres par les milieux fortement basiques, est la mise sur le marché des fibres de verre à composition appropriée. Ainsi, la résistance des fibres de verre est fortement accrue en utilisant des compositions de verre comprenant une teneur élevée en zirconium ( $ZnO_2$ ). Les fibres de verre à base de zirconium se sont avérées aussi vulnérables à l'attaque des milieux alcalins à long terme comme mentionné précédemment.

D'autres solutions ont été proposées par des traitements de surface des fibres. Bartos et al. [117] présentent une étude sur la modification de la matrice et le traitement des fibres en utilisant une microsilice et une dispersion acrylique de polymère (Forton). Le traitement des fibres par ces deux produits a donné de meilleurs résultats de longévité que la solution de modification de la matrice. D'autres chercheurs [118] ont employé une pulvérisation d'un enduit de polymère (styrene-butadiene) sur les fibres. Les fibres pulvérisées ont subi de faibles dégradations par la concentration alcaline de NaOH à pH10.

#### **4.- Conclusion**

Le phénomène de dégradation des fibres dans la pâte de ciment est très complexe. Toutefois, deux causes principales ont été avancées dans la littérature et qui sont responsables de la fragilisation des fibres de verre dans les matrices cimentaires :

- l'attaque chimique par les alcalins du ciment.
- la croissance des cristaux de portlandite  $[Ca(OH)_2]$  entre les filaments de fibres.

Un pH et une température élevés accentuent les phénomènes de dégradation.

L'emploi des fibres de verre riche en zirconium minimisent l'attaque mais ne constituent pas une solution adéquate pour la pérennité de celles-ci.

Les techniques d'amélioration atténuent le phénomène, mais le coût de ces solutions greve sensiblement le prix de revient de tels CCV et complique d'autant le procédé de fabrication.

La modification de la matrice par des ajouts de pouzzolanes est à effet "long terme"

Le traitement de surface des fibres semble la solution la plus efficace pour une protection.

Les voies d'améliorations préconisées jusqu'à présent restent insuffisantes et ouvrent la voie à de nouvelles améliorations.

**CHAPITRE II**

**MATERIAUX UTILISES ET  
TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

# 1- MATERIAUX UTILISES

Le but de ce chapitre est de présenter les matériaux utilisés dans le présent travail. Dans cette partie, nous présenterons les différentes caractéristiques des constituants qui composent le composite ciment-verre.

## 1.- Les ciments :

Deux types de ciment ont été utilisés. Le ciment CPJ-CEM II/B 32,5R(V) qui a servi en tant que ciment de base pour cette étude et un ciment CPA-CEM I 52,5 utilisé pour une comparaison dans la partie durabilité. Le CPJ-CEM II/B 32,5R est composé de 72% de clinker et 24% de cendres volantes et le CPA-CEM I 52,5 est constitué de 95% de clinker.

Ces deux ciments ont été fournis par le groupe Lafarge de l'usine de Saint Pierre La Cour (en région de Bretagne, France). Le tableau II-1 montre la composition chimique de ces deux ciments.

Tableau II-1 : Composition chimique des ciments utilisés en (%)

Constituants en %	CPJ-CEM II/B 32,5R	CPA-CEM I 52,5
SiO <sub>2</sub>	25,05	19,7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,6	4,9
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,5	2,8
CaO	55,4	64,5
MgO	0,9	0,9
K <sub>2</sub> O	1	0,9
Na <sub>2</sub> O	0,15	0,2
SO <sub>3</sub>	2,7	3
S <sup>-</sup>	<0,01	<0,01
Cl <sup>-</sup>	0,022	0,01
Insolubles	11,8	0,2
Perte au feu	2,2	2,7
TiO <sub>2</sub>	-	-
MnO	-	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-
Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-
Sulfate de calcium (gypse)	4	5

La composition potentielle (minéralogique) des ciments sans ajout calculée par les équations de Bogue [28] à partir de l'analyse chimique du tableau II-1 est reportée dans le tableau II-2.

Tableau II-2 : Composition minéralogique (en %) des ciments employés sans ajout.

Composants	CEM II/B 32,5R	CEM I 52,5
C <sub>3</sub> S	65,3	79,84
C <sub>2</sub> S	13,5	2,22
C <sub>3</sub> A	10,76	9,10
C <sub>4</sub> AF	10,6	9,41
CaO libre	1,2	1,4

Les caractéristiques physiques et mécaniques sont reportées dans le tableau II-3. Ces caractéristiques moyennes ont été réalisées en usine.

Tableau II-3 : Caractéristiques physiques et mécaniques des ciments.

Ciment	CEM II/B 32,5R	CEM I 52,5
Résistance en compression.		
2 j	18,0 MPa	29,0
7 j	33,0	46,0
28 j	48,0	60,0
Début de prise	200 mn	170
Stabilité	2,0 mm	2,0
Masse volumique	$2,99 \cdot 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$	3,15
Surface spécifique	$350 \text{ m}^2.\text{kg}^{-1}$	330
Chaleur d'hydratation. 12h	$140 \cdot 10^3 \text{ J.kg}^{-1}$	220

## 2.- Le sable

C'est un sable siliceux reconstitué (de sable fin naturel et avec un ajout alluvionnaire) à granulométrie initiale de 0/4 mm et provenant d'une sablière de la région de Bretagne en France. Pour notre étude nous avons conservé uniquement les grains inférieurs à 500  $\mu\text{m}$ . L'analyse de la granulométrie a été réalisée à l'aide d'un granulomètre LASER sur deux échantillons. La distribution granulométrique est présentée sur la figure II-1.

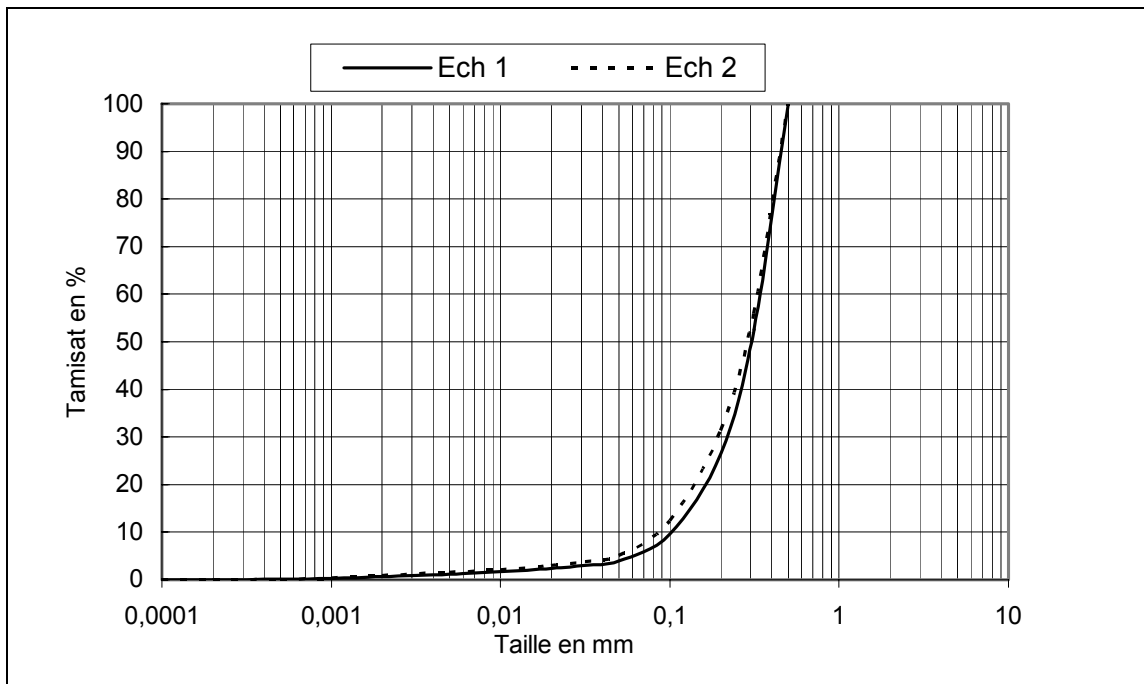


Fig II-1 : Distribution granulométrique du sable (superposition de 2 échantillons).

La propreté du sable est déterminée par l'essai dit "Equivalent de sable" suivant la norme NF P 18-598 [29].

$$E.S. = 100 \frac{h_1}{h_2} = 100 \frac{185}{190} = 97,36$$

$h_1$  : hauteur du dépôt de sable visible.

$h_2$  : hauteur totale y compris le flocculat

Ainsi le sable employé selon cette valeur de E.S est un sable très propre.

### 3.- La fibre de verre

La fibre de verre montrée sur la figure II-2 est de type CemFil (alcali-résistante) fabriquée par Vetrotex Saint Gobin (France). Elle est livrée en fils coupés à des longueurs de 3, 6 et 12 mm. Chaque fil est composé de 204 filaments ayant chacun un diamètre de 10  $\mu\text{m}$  environ. La fibre de verre utilisée se caractérise par son enrichissement en zirconium qui lui confère une meilleure durabilité vis à vis de l'attaque alcaline du ciment. La composition chimique et les caractéristiques physico-mécaniques de la fibre de verre, données par le fabricant sont respectivement reportées sur les tableaux II-4 et II-5.



Fig II-2 : Fibre de verre utilisée de type Cemfil (A.R).

Tableau II-4: Composition chimique du verre A.R

Composants	Verre A.R
SiO <sub>2</sub>	66
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-
Alcalins (Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O)	12
CaO	-
MgO	2
ZrO <sub>2</sub>	16,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5
TiO <sub>2</sub>	-

Tableau II-5 : Propriétés physico-mécaniques de la fibre de verre A.R.

Propriétés	Fibre A.R
Masse volumique (densité) $\rho$	2,68 g/cm <sup>3</sup>
Contrainte à rupture en traction : Filament vierge	3000 Mpa
Module d'élasticité en traction	73 000 Mpa
Allongement à rupture	4,3 %
Coefficient de dilatation linéique $\alpha$ (entre 20 et 100°C)	5.10 <sup>-6</sup> m/m/°C
Comportement au feu	Incombustible
Softening point (point de ramollissement)	773°C

#### 4.- Le fluidifiant

Pour améliorer la maniabilité des mélanges frais, un superplastifiant a été utilisé c'est le Sikament FF86, selon la norme NF.EN 9342 en solution aqueuse dont les caractéristiques physiques et chimiques figurent au tableau II-6.

Tableau II-6 : Caractéristiques physiques et chimiques du fluidifiant

Caractéristiques	Fluidifiant (Sikament FF86)
Densité	1,23
pH	7-11
Teneurs en Cl <sup>-</sup>	<0,1 %
Teneurs en Na <sub>2</sub> O équivalent	<6,0 %

#### 5.- La fumée de silice

La fumée de silice utilisée dans la présente étude est employée comme charge minérale uniquement dans la partie durabilité. Elle est un sous produit de l'industrie des semi conducteurs provenant d'un site dans la région de Bretagne en France. Cette fumée de silice est totalement amorphe (pas de raies de diffraction X), elle contient quasiment que du SiO<sub>2</sub>. Sa perte au feu est inférieure à 1% (pas d'eau). La composition chimique fournie par le fabricant est présentée au tableau II-7 et l'analyse granulométrique est présentée sur la figure II-3. L'observation au MEB (figure II-4) montre une structure morphologique de la fumée de silice en forme de billes et essentiellement constituée de grains aux alentours de 100 nm.

Tableau II-7 : Composition chimique de la fumée de silice

Teneurs en oxydes en (%)	
SiO <sub>2</sub>	95,3
SiC	1,4
C free	1,1
C	1,5
CaO	0,37
H <sub>2</sub> O	0,4
K <sub>2</sub> O	0,6
MgO	0,2
Na <sub>2</sub> O	0,2
SO <sub>3</sub>	0,2
pH	7,8

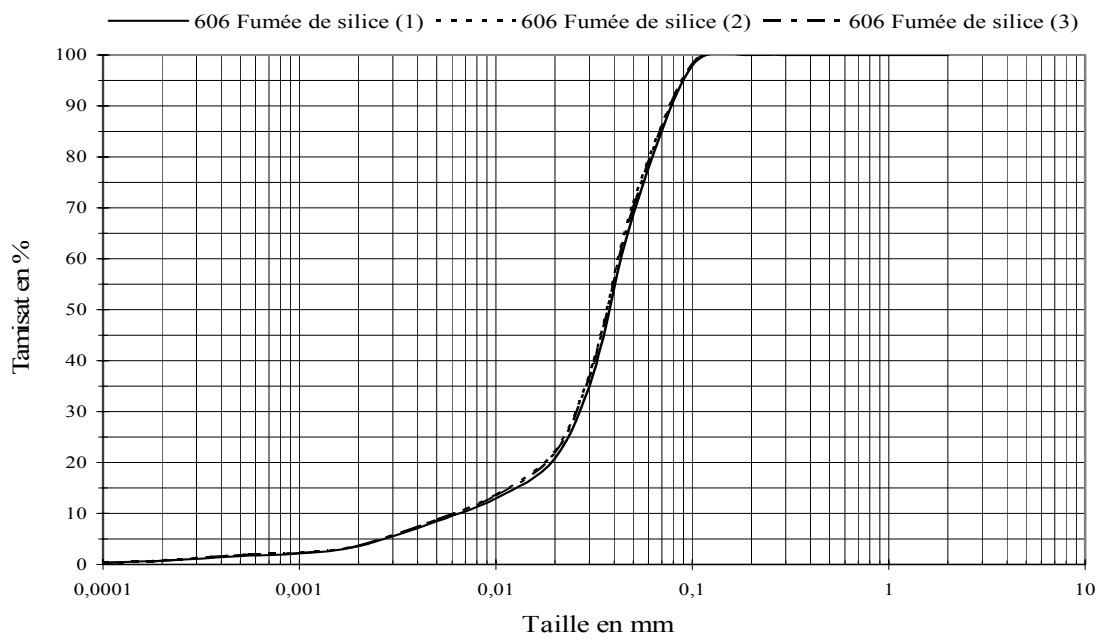


Fig. II-3: Distribution granulométrique de la fumée de silice (analyse faite au laser)

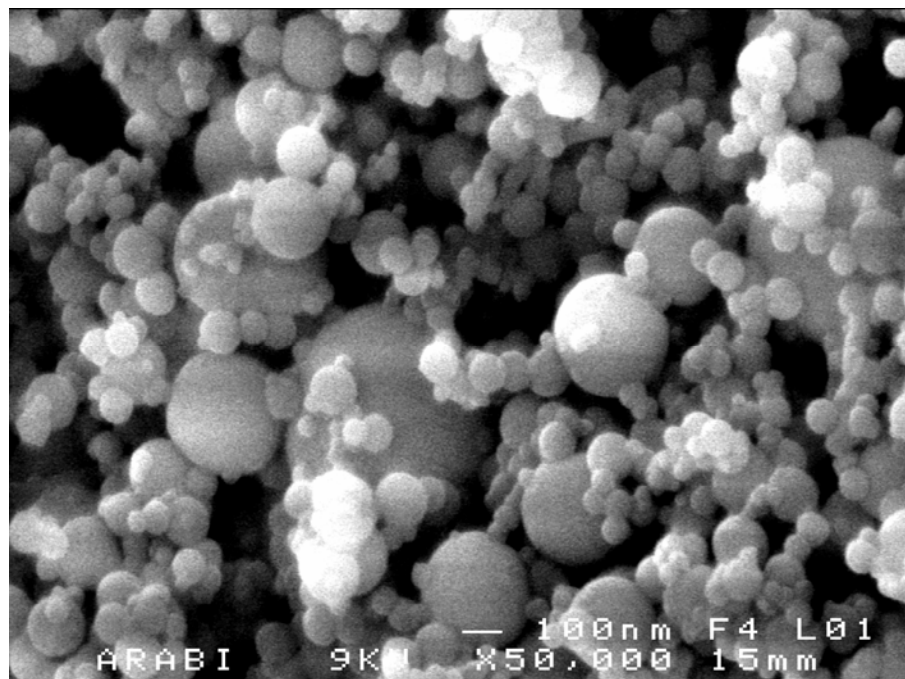


Fig. II-4: Observation au MEB de la fumée de silice

## 2- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

L'intérêt de ce chapitre est d'exposer la méthodologie des expériences menées sur les différents échantillons confectionnés. Ces techniques expérimentales seront menées conformément aux normes en vigueur.

### 1.- Mise en œuvre

#### 1.1- Malaxage

La réaction entre les différents composants est d'autant plus complète que le mélange est homogène. Trois étapes constituent le mode de fabrication des CCV :

- l'homogénéisation du mélange à sec (ciment et sable) pendant 2 mn environ à vitesse lente.
- introduction de l'eau de gâchage au cours du malaxage qui a pour but de mouiller le mélange d'une part et de faciliter la mise en place d'autre part et ceci pendant 2 mn à vitesse rapide.
- les fibres de verre sont ajoutées progressivement en forme de pluie au mélange lors de la troisième phase de malaxage à grande vitesse de manière à éviter la formation "d'oursins". Cette étape prendra environ 1<sup>mn</sup> 30<sup>s</sup> de temps de malaxage pour éviter l'éclatement des fibres.

L'homogénéisation est réalisée à l'aide d'un malaxeur à axe vertical d'une capacité de 5 litres pour les essais de formulation et un malaxeur de 12 litres pour les essais de caractérisation.

#### 1.2- Coulage et Vibration

Le mélange préparé est mis en place par coulage et vibration selon la méthode prémix. Le coulage se fait en deux phases. Le moule rempli aux trois quarts est soumis à une vibration jusqu'à l'apparition d'un léger ressuage. Ensuite le moule est complété et la vibration reprend pendant une minute.

## 2.- Détermination de la maniabilité

Il s'agit de déterminer le temps d'écoulement des mélanges fibrés, c'est à dire de définir la maniabilité des mortiers. Pour le cas des mortiers, il n'existe en fait aucun appareil normalisé ou universellement reconnu pour réaliser ce type d'essai. Dans notre cas, nous avons utilisé un modèle de maniabilimètre semblable au maniabilimètre L.C.P.C (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris) mais de dimensions inférieures pouvant contenir juste 1 litre de volume en mortier. Comme vibrateur externe, nous avons utilisé la table vibrante du laboratoire. L'essai de mesure du temps d'écoulement a été mené conformément à la norme NF P 18-452 (norme utilisée pour le cas béton).

## 3.- Mesure d'air occlus

Pour réaliser un mortier le plus compact possible, il faudra donc diminuer le volume d'eau sans augmenter le volume d'air occlus et par conséquent sans diminuer la maniabilité du mélange. Il est possible d'évaluer la quantité d'air enfermée lors de remplissage d'un volume en exploitant un volume de référence cylindrique. La procédure expérimentale se fera de la même manière de remplissage des moules (hauteur de couche et vibration). Le volume de référence est préalablement pesé, il est ensuite rempli de mortier, arasé et pesé. La masse effective de l'ensemble est comparée à la masse théorique calculée en exploitant les dosages du mélange. L'écart de masse est retraduit en volume d'air occlus. L'estimation de l'air occlus se fera par les formules suivantes :

La masse du mélange introduit dans le récipient de référence est :

$$M_3 = M_2 - M_1 \quad (1)$$

$M_1$  : masse du récipient de référence vide,

$M_2$  : masse du récipient de référence plein,

La masse volumique du mélange est :

$$\rho = \frac{M_3}{V_3} \quad (2)$$

$V_3$  : volume du récipient de référence ( $V_3=500 \text{ cm}^3$ )

Le volume occupé par les composants constituant le mélange  $V^0$  :

$$V^0 = \frac{M_c}{\rho_c} + \frac{M_e}{\rho_e} + \frac{M_s}{\rho_s} + \frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M_{\text{plas}}}{\rho_{\text{plas}}} \quad (3)$$

$M_c$  : masse de ciment introduite dans le malaxeur,

$M_e$  : masse d'eau,

$M_s$  : masse de sable,

$M_f$  : masse des fibres,

$M_{\text{plas}}$  : masse du fluidifiant

$\rho_c, \rho_e, \rho_s, \rho_f$  et  $\rho_{\text{plas}}$  : leurs masses volumiques respectives.

Si le mélange ne contient pas d'air occlus, sa masse volumique serait :

$$\rho^0 = \frac{M_c + M_e + M_s + M_f + M_{\text{plas}}}{V^0} \quad (4)$$

Si  $\rho = \rho^0$ , le mélange est effectivement sans vide. Si  $\rho < \rho^0$ , il y a un volume  $\mathbf{v}_v$  d'air occlus dans le mélange. Soit

$$\beta = \frac{\rho}{\rho^0} \quad (5)$$

Le mélange en place occupe en fait un volume  $V > V^0$  :

$$V = \frac{V^0}{\beta} = V^0 + \mathbf{v}_v \quad (6)$$

Le volume d'air occlus  $V_v$  par unité de volume de mélange en place est ainsi égal :

$$V_v = \frac{\mathbf{v}_v}{V} = (V - V^0)/V \quad \text{ou} \quad V_v = 1 - \beta \quad (7)$$

#### 4.- Les modes de conservation des échantillons

Pour le mûrissement des échantillons, nous avons employé 3 modes de conservations. Pour les essais de comportement mécanique (chapitre III), un seul mode a été employé et c'est le mode en conservation humide. Pour les essais de durabilité (chapitre IV) : 3 modes employés (en salle humide, à l'air libre et en salle sèche)

Les conditions de la salle humide sont une température de 20°C et une hygrométrie de 95%. Les échantillons conservés à l'air libre sont placés dans une salle

non chauffée et bien aérée, la température et l'hygrométrie variant en fonction des saisons (climat de la Bretagne, France). La série stockée en salle sèche est maintenue à une température de 20°C et une hygrométrie de 50%. Les éprouvettes démoulées après 24 heures sont conservées en salle humide pendant les sept premiers jours. Elles sont ensuite soit maintenues en salle humide, soit placées à l'air libre, soit en salle sèche.

### 5.- Variations dimensionnelles

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressés uniquement aux variations dimensionnelles dues au retrait. Ce dernier est un processus relativement complexe et par conséquent des contraintes internes de traction dans la matrice cimentaire encore jeune peuvent se produire et provoquer ainsi des déchirures ou fissures au sein de la matrice. La pâte de ciment manifeste des variations dimensionnelles en l'absence de chargement. Ces variations sont surtout en relation avec la dessiccation (évaporation de l'eau libre) et sa structuration progressive (par hydratation du ciment). Il est donc important de bien connaître l'évolution du phénomène retrait dans le temps.

La variation dimensionnelle est mesurée sur des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm<sup>3</sup> munies de deux plots placés sur les faces de 4x4 cm<sup>2</sup>. Le retrait est relevé à l'aide d'un comparateur monté sur le dilatomètre spécialement conçu pour les échantillons 4x4x16 cm<sup>3</sup>. La mesure relevée par le comparateur est le double de la mesure réelle à cause du bras de levier du dispositif de montage (figure II-5). Avant toute mesure l'appareil est étalonné par un étalon INVAR de longueur 160 mm.



Fig II-5 : Dispositif de mesure de la variation dimensionnelle pour éprouvette 4x4x16 cm<sup>3</sup>.

La variation dimensionnelle de l'éprouvette est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_t = \frac{l_0 - l_t}{l_0} \quad (8)$$

où  $l_0$  représente la longueur initiale de l'éprouvette à un instant "0 jours" et  $l_t$  la longueur à " t jours" . Les échantillons sont conservés pendant 24 heures en salle humide. Puis stockés en salle sèche dans une ambiance atmosphérique contrôlée (humidité relative : 50%, température : 20°C). Une première mesure est relevée dès le démoulage. Les valeurs retenues pour résultats sont la moyenne des lectures sur 3 éprouvettes.

#### 6.- Résistance en traction par flexion 4 points

L'essai de traction par flexion a été mené sur des éprouvettes  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$  sur une presse manuelle de 1,5 tonnes munie d'un banc de flexion 4 points.

Le procédé expérimental est conforme à la norme NF P 18407 et représenté sur la figure II-6.

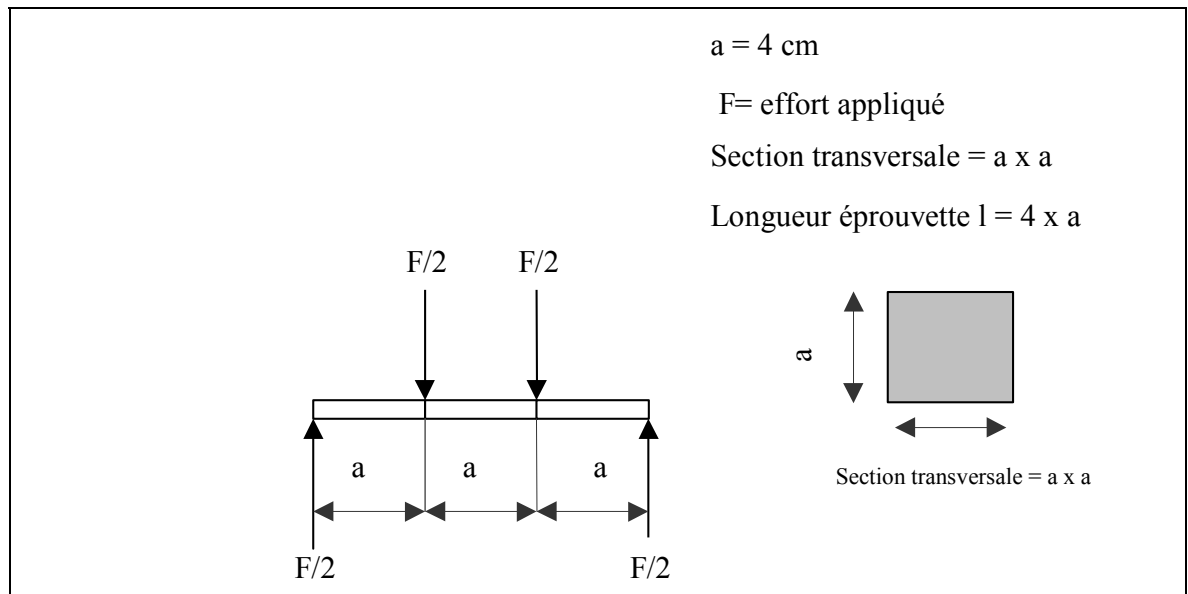


Fig II-6 : Dispositif d'essai de traction par flexion 4 points

La force de rupture par flexion (F) est indiquée par un dynamomètre en KN. La contrainte de rupture de traction par flexion sera déterminée par la formule (9) :

$$\sigma_f = \frac{M.y}{I} \quad (9)$$

M : moment de flexion

I : moment d'inertie de la section transversale

y : distance de la fibre extrême par rapport à l'axe neutre de l'éprouvette

### 7.- Résistance en compression

L'essai de compression est mené sur les demi éprouvettes rompues en flexion. La section de compression est 4x4 cm<sup>2</sup>. La vitesse de chargement est constante et la presse utilisée est de capacité 60 tonnes.

La contrainte de compression, considérée comme uniforme sur l'ensemble de la surface de charge est donnée par la formule de RDM selon la formule (10).

$$\sigma_c = \frac{F_r}{S} \quad (10)$$

F<sub>r</sub> : charge ultime de rupture

S : section droite de l'échantillon

Le comportement à rupture en compression est déterminé à partir des essais sur cylindres de 50 x 100 mm. Pour ce faire, deux jauges de déformation ont été placées sur l'échantillon. L'une sur la surface latérale pour la mesure de la déformation radiale et l'autre pour le suivi de la déformation longitudinale. Comme le montre la figure II-7, l'essai de compression a été effectué sans plateau de compensation (les surfaces de l'éprouvette sont en contact direct avec les plateaux métalliques de la presse).

Le comportement à rupture en traction par fendage a été déterminé aussi sur des cylindres de mêmes dimensions que pour l'essai de compression. La déformation est mesurée à partir d'une jauge placée sur la face circulaire dans le sens radiale comme le montre la figure II-8.



Fig. II-7: Système de compression instrumenté

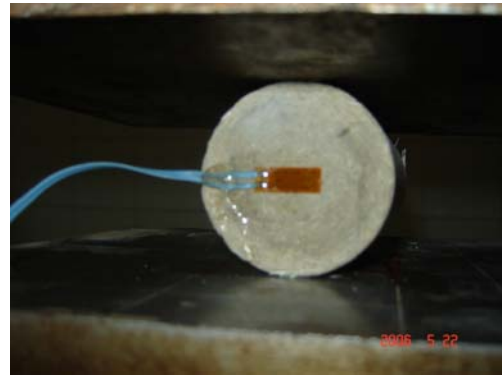


Fig. II-8: Système de traction par fendage instrumenté

Une chaîne d'acquisition de données de type VISHAY (model 5100B Scanner) a été utilisée pour la mesure des déformations à raison de 10 points par seconde. Les jauges utilisées sont de type CEA.06.375UW.120.

## 8.- Essai de fatigue

L'essai de fatigue a été conduit en flexion 3 points. La presse utilisée, est une machine hydraulique (traction-compression) équipée d'un capteur de charge de capacité 5 KN. L'asservissement est assuré par un automate programmable. Le canal maître est le signal d'effort.

L'essai a été conduit à contrainte de traction par flexion imposée, via le contrôle précis par la boucle d'asservissement de l'effort appliqué. La sollicitation de fatigue est de type sollicitation triangulaire assymétrique ondulée (figure II-9). La fréquence de la sollicitation est prise égale à 1 Hz. Le rapport de la contrainte minimale à la contrainte maximale  $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max} = 0,16$ .

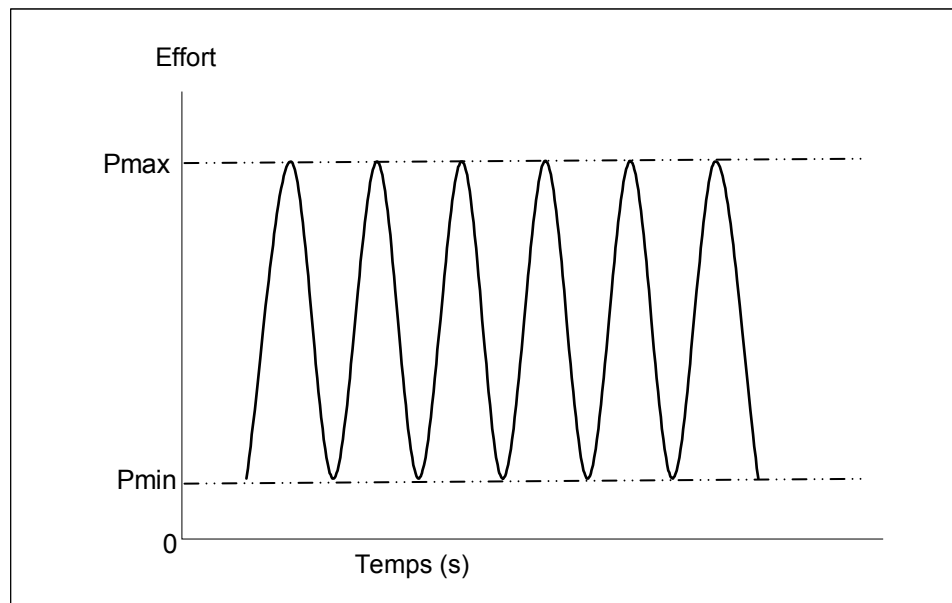


Fig II-9: Définition du chargement triangulaire assymétrique ondulé

Les tests ont été menés sur des éprouvettes prismatiques  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$  à l'âge de 28 jours de durcissement, Les échantillons ont été chargés à des niveaux de chargement de 70, 60, 50, 40 et 30 % de la charge à la rupture statique. Trois échantillons par niveau ont été testés. Toutes les éprouvettes ont été essayées jusqu'à la ruine finale. Le nombre de cycle à la rupture est noté pour chaque échantillon testé.

### 9.- Microscope électronique à balayage (M.E.B)

La microscopie électronique à balayage permet la réalisation d'une analyse élémentaire par détection de l'énergie des rayons X émis.

Le fort grandissement et la profondeur de champ très importante de cette technique d'analyse permettent de former des images de surfaces rugueuses ou lisses avec un grand pouvoir de résolution. L'observation d'échantillons isolants nécessite une métallisation de l'échantillon qui permet ensuite de le relier à la masse avec une colle conductrice qui permet d'évacuer les charges et de la fixer sur le porte échantillon.

Les observations ont été faites avec un microscope électronique à balayage de l'université Rennes 1 (France) et pratiquées sur des fractures d'échantillons, préalablement métallisés sous vide permettant d'obtenir des résolutions par électrons secondaires. Ces observations permettent de visualiser l'état de dégradation des fibres de verre.

## 10.- Diffraction des rayons X

Technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction de rayons X permet la détermination des phases minérales des matériaux. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins, présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace.

Les distances interréticulaires sont de l'ordre de 0,15 Å à 15 Å et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X. Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée :

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta$$

Avec  $\lambda$  : désigne la longueur d'onde du rayonnement X,

$d_{hkl}$  : la distance entre plans réticulaires d'une même famille,

$\theta$  : l'angle de diffraction,

n : un nombre entier (ordre de la réflexion).

L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires "d" aux angles  $2\theta$  enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. La position des pics peut également servir à identifier des transformations ordre-désordre tandis que la forme du pic peut permettre d'identifier des micro-déformations.

L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi-quantitatives, en considérant que le pourcentage d'une espèce minérale est proportionnel à l'aire des pics enregistrés sur le

diffractogramme. Ces valeurs sont utilisées dans l'établissement des diagrammes d'équilibre.

Le diffractomètre utilisé pour l'analyse de nos échantillons par diffraction des rayons X est de marque Philips PW3310 (rayonnement Cu-K $\alpha$ ) du laboratoire de métallurgie de l'insa de Rennes (France). Les analyses sont effectuées dans la plage  $2\theta = 2$  à  $65^\circ$ . Les essais de diffraction de rayons X ont été réalisés sur des échantillons en poudres préalablement séchés et passés au tamis 50  $\mu\text{m}$ .

## 3- FORMULATION

Le problème de la formulation des composites s'est singulièrement compliqué ces dernières années. De nombreux nouveaux constituants tels que les adjuvants organiques, les additions minérales (cendres volantes, fillers,...) ou les fibres sont venus s'ajouter à la composition classique des granulats et des ciments.

La recherche de meilleures propriétés notamment les bonnes résistances mécaniques et une durabilité accrue par un choix judicieux des constituants, pose parfois le problème de faisabilité. Celle-ci se complique davantage pour les composites fibrés lors de la mise en œuvre. Le formulateur cherche toujours à trouver un compromis entre les différentes propriétés du composite (depuis son comportement rhéologique à l'état frais jusqu'à sa durabilité dans différentes ambiances). Pour les affronter au mieux, il est indispensable de recourir à des méthodes scientifiques fondées et de faire appel aussi à des informations de la recherche et des essais précédents.

### 1.- Démarches de la formulation

Il est bien connu que l'incorporation des fibres est d'améliorer la résistance à la traction du composite et de contrôler le comportement post-fissuration. Cela impose l'utilisation de plusieurs dimensions de fibres en fort pourcentage pour intervenir de l'initiation des micro-fissures jusqu'à leurs coalescences en macro-fissures. La formulation du composite ne suffit pas à caractériser le matériau. Il est nécessaire de le qualifier par une application empruntant obligatoirement un process de mise en œuvre facile sans utilisation de moyens trop énergiques.

L'objectif recherché ici est d'optimiser le taux de fibres à incorporer en fonction des différentes tailles de fibres. La composition du composite doit répondre à des exigences de compacité et de fluidité, les résistances mécaniques n'étant pas le but de notre démarche dans la partie formulation. Le composite ciment-verre n'est pas encore régi par des normes spécifiques. Le dosage des différents constituants est choisi en fonction de l'usage de ce genre de matériau et principalement de ses propriétés rhéologiques obtenues.

Les démarches empruntées pour la formulation s'articulent sur une idée initiale par le choix d'une matrice constante (invariable) avec le souhait de pouvoir augmenter le dosage en fibres. La deuxième étape consiste à apporter des corrections à la première, dans la composition de la matrice et de réduire le squelette granulaire tout en faisant varier le dosage en fibres. La finalité sera à triples dimensions :

- dosage optimal
- bonne rhéologie
- bonne compacité

### 1.1- Première approche

Notre première démarche est le choix d'un mortier classique (Ciment/Sable = 1/3) en le renforçant par des fibres de verre dont le volume des fibres remplace une partie du squelette granulaire (matières sèches). La composition de ce composite étant la suivante:

- une partie de ciment
- trois parties de sable à granulométrie 0 ÷ 4 mm
- un rapport eau/ciment de 0,5
- le taux et la taille des fibres de verre comme paramètres variables.

Le but recherché étant le temps d'écoulement en utilisant le maniabilimètre LCPC. Trois longueurs de fibres (3, 6 et 12 mm) ont été utilisées pour cette formulation.

En se référant à la bibliographie et par soucis de bonne faisabilité, la fraction volumique de fibres arrêtee comme une limite supérieure pour le renforcement doit

satisfaire la condition  $\left[ V_f \frac{l}{d} < 3 \right]$ , limite pratique de faisabilité. Cette limite sera un

paramètre d'appréciation et non une limite restrictive. Pour la formulation et la suite des expériences, nous considérerons que les faisceaux de fibres de verre se comportent comme une entité propre de renforcement (de diamètre de faisceau "d" et de longueur "l") et non en fibres individuelles.

Par application de la condition précédente les valeurs limites théoriques du taux de fibres à incorporer pour les longueurs 3, 6 et 12 mm sont présentées dans le tableau II-8. Ces valeurs sont calculées en tenant compte, qu'un faisceau de fibres est composé de 204 filaments ayant chacun un diamètre de 10 µm.

Tableau II-8: Taux volumique théorique à incorporer pour les 3 longueurs de fibres utilisées

Longueur des fibres	3	6	12
Taux volumique $V_f$ en %	2,04	1,02	0,5

Le tableau II-9 récapitule les valeurs en secondes du temps d'écoulement chronométré sur le maniabilimètre LCPC pour les longueurs de fibres 3, 6 et 12 mm à des taux volumiques de (0-0,5-1-1,5-2 et 2,5). Pour chaque test, nous avons relevé 3 mesures de temps d'écoulement.

Tableau II-9 : Temps d'écoulement en fonction de la taille et du taux de fibres

Taux de fibres (en %)	Taille des fibres (en mm)		
	3	6	12
Temps d'écoulement en secondes			
Référence	$\left. \begin{array}{c} 2 \\ 3 \\ 2 \end{array} \right\} 2,3$		
0,5	$\left. \begin{array}{c} 3 \\ 3 \\ 3 \end{array} \right\} 3$	$\left. \begin{array}{c} 20,5 \\ 22 \\ 21,5 \end{array} \right\} 21,1$	$\left. \begin{array}{c} 49 \\ 53 \\ 51 \end{array} \right\} 51$
1	$\left. \begin{array}{c} 5,5 \\ 6 \\ 6 \end{array} \right\} 5,8$	$\left. \begin{array}{c} 47 \\ 49 \\ 47,5 \end{array} \right\} 47,8$	$\left. \begin{array}{c} 56 \\ 59 \\ 60,5 \end{array} \right\} 58,5$
1,5	$\left. \begin{array}{c} 7,5 \\ 6,5 \\ 7 \end{array} \right\} 6,6$	$\left. \begin{array}{c} 58 \\ 61 \\ 57,5 \end{array} \right\} 58,8$	Pas d'étalement
2	$\left. \begin{array}{c} 9,5 \\ 10 \\ 9,5 \end{array} \right\} 9,6$	Pas d'étalement	-
2,5	$\left. \begin{array}{c} 11 \\ 12 \\ 11,5 \end{array} \right\} 11,5$	-	-

La première constatation à tirer de ce stade de l'expérimentation, est que le temps d'écoulement augmente avec le pourcentage et la longueur des fibres de verre incorporées. La figure II-10 illustre la maniabilité appréciée par la mesure du temps d'écoulement en fonction du taux volumique et les longueurs des fibres. En faisant une superposition de ces résultats à ceux mentionnés pour le cas béton selon la classification donnée par Dreux [119], les mélanges, avec la fibre de longueur 3 mm et dosés jusqu'à un taux volumique de 2,5% aisément, présentent une rhéologie à caractère plastique, tandis que les mélanges avec les longueurs 6 et 12 mm n'ont pu être dosés respectivement qu'à 1,5% et 1% et présentent une maniabilité très ferme. Au-delà de ces taux pour les longueurs 6 et 12 mm

nous avons enregistré une impossibilité d'étalement. Ces limites de valeurs de taux de fibres obtenues par la pratique sont très proches à celles obtenues théoriquement et que nous avons présenté au tableau II-8.

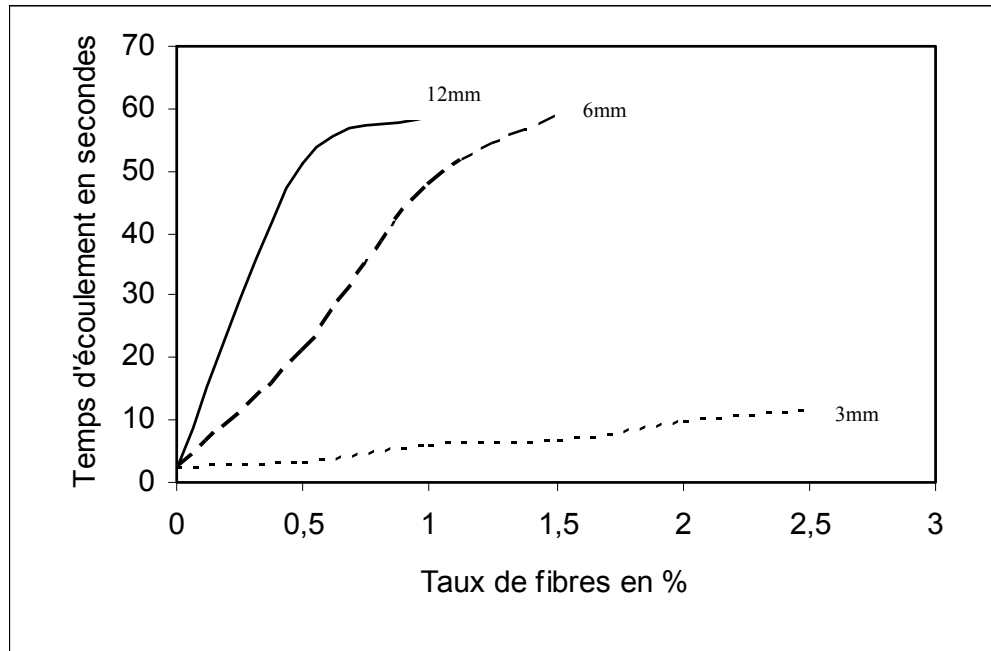


Fig. II-10: Maniabilité en fonction du % et la longueur des fibres

La fibre de verre de 3 mm se situe dans le fuseau granulaire du sable qui est de  $0 \div 4$  mm. Cette longueur perturbe beaucoup moins l'empilement granulaire. Le volume de fibre de longueur de 3 mm interviendra de la même manière qu'un volume de sable équivalent en terme de compacité du squelette granulaire. Ces explications semblent les plus plausibles pour la bonne maniabilité obtenue avec des taux volumiques jusqu'à 2,5% pour la longueur de 3 mm.

L'impossibilité d'étalement pour les longueurs de fibres 6 et 12 mm lorsque la teneur en fibres croît, est due à l'augmentation de l'élanement des fibres ( $l_f/\Phi_f$ ) comme a été rapporté par les différents travaux traitant le cas et cité dans la bibliographie [39, 42]. Les fibres longues desserrent l'empilement granulaire et forment un écran par un effet de paroi local [120] dans le sens de la dimension longue (longueur 3 à 4 fois plus longues que le plus gros granulat). L'autre dimension qui est le diamètre se situe dans le fuseau granulaire du sable.

Au cours de la vibration, les fibres ont tendance à s'orienter parallèlement aux lignes de courant de l'écoulement, c'est-à-dire parallèle à la surface de la paroi du moule.

Cette conséquence s'amplifie davantage lorsque le pourcentage et la longueur des fibres augmentent. Les renforts en forme de faisceaux constituent des zones d'enchevêtrement denses orientées par lit qui nuisent à l'écoulement général du matériau. La phase granulaire (sable) de dimensions  $0 \div 4$  mm qui est de quantité importante et la présence des fibres longues, résistent au cisaillement en faisant intervenir l'enchevêtrement et les frottements des grains.

Dans la figure II-11, est représenté le temps d'écoulement en fonction de la longueur à différentes fractions volumiques de fibres. La longueur des fibres est prise comme paramètre intrinsèque à la place de l'élanement de celles-ci ( $l_f/\Phi_f$ ). Il est à noter qu'aucune relation n'existe entre la géométrie des fibres qui varie de 3 à 12 mm et le temps d'écoulement pour les taux de fibres de 0,5 à 1,5%. Pour un volume de fibres donné, la maniabilité semble évoluer linéairement avec l'accroissement de la longueur (cas des mélanges dosés à 0,5% de fibres). D'autres mélanges contenant un même volume de fibres et en fonction des mêmes longueurs de fibres n'évoluent pas de la même manière que le cas cité précédemment (cas des mélanges dosés à 1 et 1,5%). La pente des lignes droites augmente à mesure que la fraction volumique augmente, montrant de ce fait que pour une maniabilité fixée, on peut soit introduire un dosage important de fibres courtes, soit un dosage faible de fibres longues.

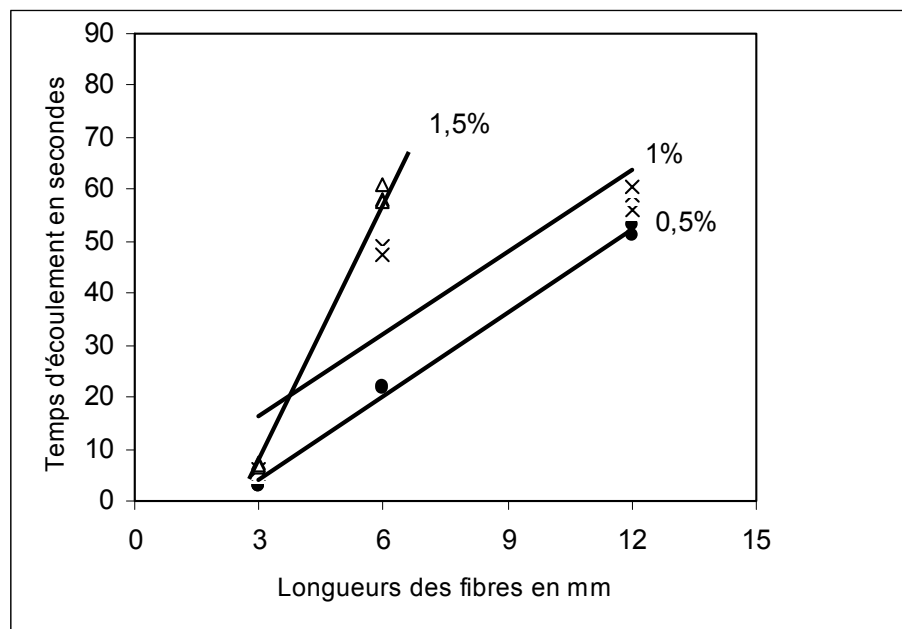


Fig II-11: Evolution de la maniabilité en fonction de la longueur des fibres

La conclusion à tirer de cette première tentative, est que la formulation de ces matériaux ne peut pas, et ne doit pas se résumer, à l'introduction directe d'un certain pourcentage de fibres, dans une composition optimisée préalablement sans fibres. Pour une démarche cohérente, une formulation systématique s'impose lorsque de nouveaux constituants (cas des fibres par exemple) viennent s'ajouter à la composition du composite.

### 1.2- Deuxième démarche de la formulation

Les différents résultats tirés de la littérature concernant l'amélioration de la maniabilité, concordent vers l'enrichissement du mélange en éléments fin (beaucoup plus par un apport en liant supplémentaire) ou l'ajout d'un fluidifiant [40].

Pour limiter le domaine d'étude, des choix s'imposent pour se focaliser uniquement sur l'optimisation du renfort et avoir une maniabilité acceptable. Pour ce faire, les paramètres retenus sont :

- Le squelette granulaire du sable  $0 \div 500 \mu\text{m}$ . Nous avons rapproché le diamètre du plus gros granulat à celui des faisceaux de fibres. Le choix est donc pris de considérer qu'un volume de fibres interviendra de la même manière qu'un volume de sable en terme de compacité.
- Le rapport Eau/Ciment pris égal à 0,5.
- Une seule longueur de fibre : 6 mm
- Un seul type de fluidifiant : un superplastifiant Sikament FF86.
- Pour enrichir le mélange en éléments fin, trois rapports de Ciment/Sable ont été testés ( $C/S = 0,3 - 0,4$  et  $0,5$ ).

Quatre mélanges ont été expérimentés en faisant varier le rapport C/S. La teneur en fluidifiant est prise égale 1% de la quantité de ciment. Le temps d'écoulement sur le maniabilimètre LCPC est chronométré pour chaque mélange. Le tableau II-10 résume les compositions testées.

Tableau II-10 : Compositions des composites ciment-verre testés

	CCV1	CCV2	CCV3	CCV4
Fibres (%)	0	1	2	2
Fluidifiant (%)	0	0	0	1

La maniabilité des mélanges est exprimée par les temps d'écoulement et rassemblée dans le tableau II-11. Pour chaque mélange, 3 mesures de temps ont été relevées.

Au regard des résultats exposés dans ce tableau, les valeurs du temps d'écoulement diminuent pour les 4 mélanges testés lorsque le rapport ciment/sable augmente. Une diminution très remarquable du temps d'écoulement en passant d'un rapport C/S de 0,3 à 0,4 pour les mélanges fibrés est notée comme nous le fait constater la figure II-12.

Tableau II-11 : Temps d'écoulement des mélanges en fonction du rapport C/S

Mélanges	Temps d'écoulement en secondes		
	C/S=0,3	C/S=0,4	C/S=0,5
CCV1	16 } 19 } 17,3 17 }	12,5 } 13 } 11,8 10 }	4 } 3,5 } 4,1 5 }
CCV2	55 } 58 } 55 52 }	18 } 18 } 18,3 19 }	5,5 } 6 } 5,8 6 }
CCV3	107 } 111 } 110 112 }	27,5 } 25 } 26,8 28 }	6 } 7,5 } 6,3 5,5 }
CCV4	70 } 73 } 70,3 68 }	15 } 15 } 16,6 15,5 }	3 } 2,5 } 2,6 2,5 }

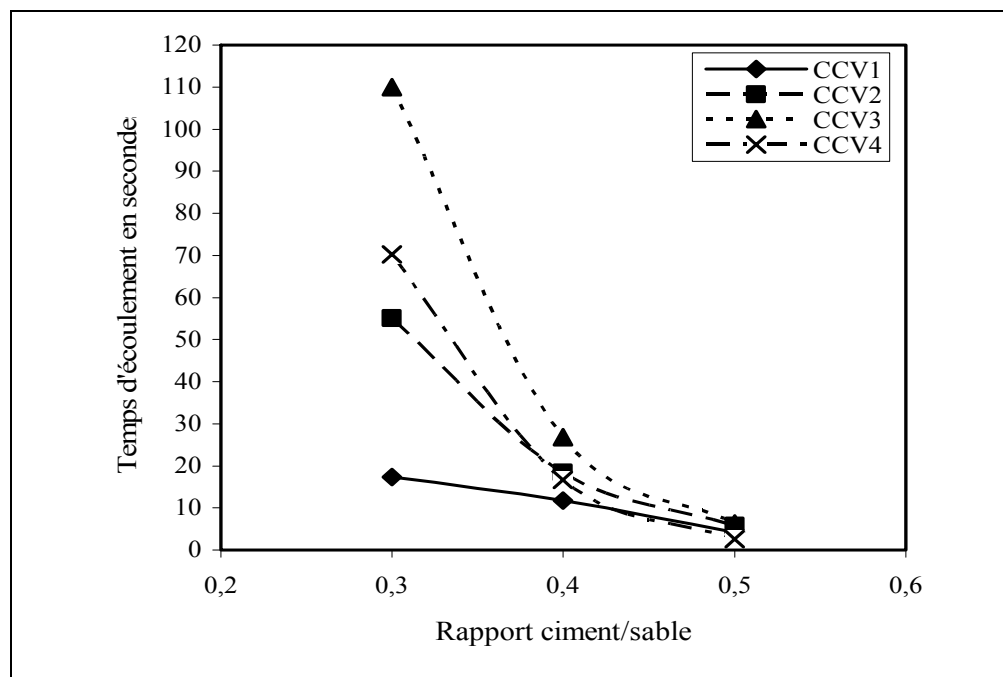


Fig. II-12: Evolution de la rhéologie des mélanges en fonction du rapport ciment/sable

L'amélioration de la maniabilité est beaucoup plus importante dans la fourchette de rapport C/S compris entre 0,3 et 0,4 que celle entre 0,4 et 0,5. Avec l'introduction du fluidifiant de 1% de la quantité de ciment, le mélange à 2% de fibres et un rapport de C/S de 0,5 est devenu presque à rhéologie autoplaçante. L'apport du fluidifiant a contribué à la défloculation du ciment ce qui améliore le comportement rhéologique et contribue aussi à une bonne répartition des fibres dans la matrice.

L'accroissement du rapport ciment/sable a contribué à l'amélioration de la rhéologie des mélanges par un apport supplémentaire en éléments fins. Ces derniers jouent le rôle de lubrifiant et augmentent la viscosité du matériau. Le facteur essentiel qui contribue au bon écoulement est l'apport d'une quantité d'eau en plus. Le maintien d'un même rapport Eau/Ciment de 0,5 constant et d'un rapport ciment/sable qui augmente, aboutissent à une quantité supplémentaire d'eau au mélange selon la formule de Feret [121].

Ainsi, une granulométrie du sable inférieure à 500  $\mu\text{m}$ , un apport en éléments fin par l'augmentation du rapport ciment/sable et des fibres de diamètre de même ordre de grandeur que le diamètre des granulats, contribuent à l'amélioration de la compacité des mélanges.

Cette compacité est étroitement liée à la présence dans le mélange frais de l'air occlus et qui est aussi indispensable pour faciliter l'écoulement du béton frais. Le tableau II-12 récapitule le calcul des volumes d'air occlus en fonction de la variation du rapport ciment/sable pour les 4 compositions de mélange représentées sur le tableau II-10. Les valeurs des volumes d'air occlus représentent la moyenne de 3 mesures par mélange.

La figure II-13, illustre la variation du volume d'air occlus des différents mélanges en fonction des rapports ciment/sable. Le volume d'air occlus diminue en fonction de l'augmentation du rapport ciment/sable. Cette diminution d'air occlus contribue à l'amélioration de la compacité des matériaux. Cette dernière est le résultat de l'augmentation de la quantité de ciment apporté par l'accroissement du rapport C/S, ces particules fines de ciment remplissent les espaces entre les grains du sable fin.

Tableau II-12 : Tableau de calcul du volume d'Air Occlus

Mélanges	Rapport C/S	M <sub>1</sub> (g)	M <sub>2</sub> (g)	V <sub>3</sub> (cm <sup>3</sup> )	V <sup>o</sup> (cm <sup>3</sup> )	M <sub>3</sub> (g)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho^o$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\beta$	V <sub>v</sub> (%)
CCV1	0,3	323	1338	500	586,4	1015	2,03	2,3	0,882	11,8
	0,4	323	1360	500	635,75	1037	2,07	2,265	0,913	8,7
	0,5	323	1375	500	709,78	1052	2,1	2,218	0,946	5,5
CCV2	0,3	323	1327	500	591,2	1004	2,008	2,3	0,873	12,7
	0,4	323	1349	500	640,60	1026	2,052	2,267	0,905	9,5
	0,5	323	1366	500	714,97	1043	2,086	2,221	0,939	6,1
CCV3	0,3	323	1330	500	794,66	1007	2,014	2,3	0,8756	12,4
	0,4	323	1325	500	861,1	1002	2,00	2,268	0,8818	11,8
	0,5	323	1312	500	960,78	989	1,978	2,223	0,8897	11,02
CCV4	0,3	323	1330	500	598,26	1007	2,014	2,3	0,8756	12,43
	0,4	323	1328	500	648,60	1005	2,01	2,264	0,8878	11,17
	0,5	323	1328	500	966,04	1005	2,01	2,217	0,9066	9,33

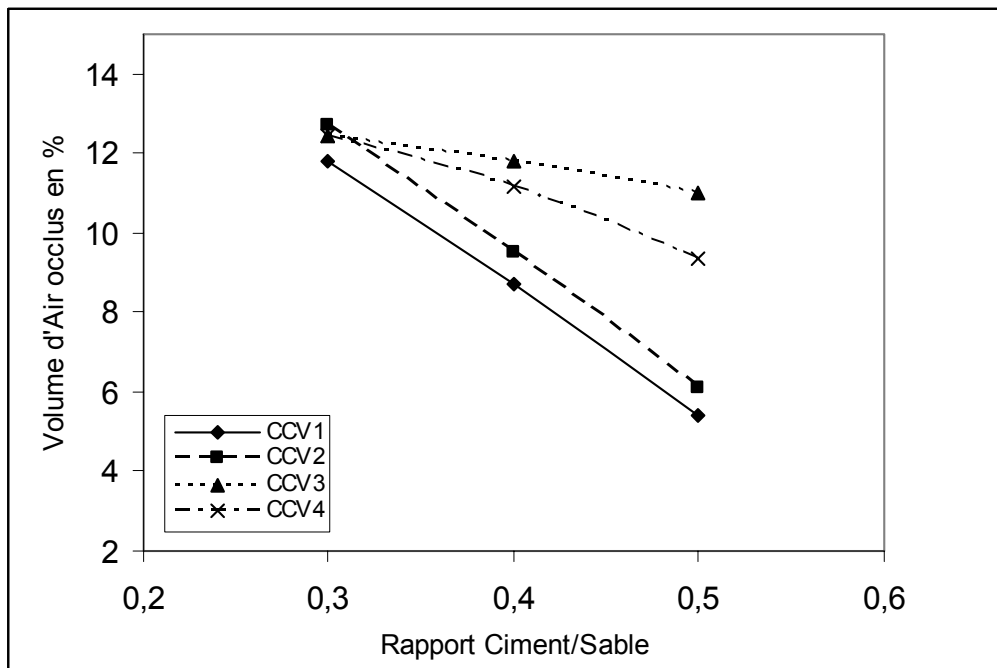


Fig. II-13: Variation du volume d'air occlus en fonction du rapport Ciment/sable

Les compositions de la matrice cimentaire et du composite sont synthétisées dans le tableau II-13. Celles-ci demeureront par la suite inchangées pour l'étude des comportements physiques et mécaniques.

Tableau II-13 : Compositions de la matrice et du composite arrêtées à la suite de l'étude de la formulation

Composition	Valeurs
Rapport ciment/sable	0,5
Rapport eau/ciment	0.5
Fluidifiant	1% de la quantité de ciment
Taux de fibres ( en % de matières sèches)	0 – 0,5 – 1 – 1,5 – 2 et 2,5%
Longueurs des fibres	3 – 6 et 12 mm

## 2.- Conclusion

Au terme de l'étude de formulation, les principaux enseignements à retenir sont :

- La formule  $V_f \cdot l/d < 3$  est utile pour une première approche du matériau, mais reste trop restrictive pour en tirer le meilleur parti. Elle conduit des fois à des recommandations erronées. Pour le cas des fibres de verre, avec un fluidifiant et un squelette granulaire de même ordre de grandeur que les renforts, on peut doser bien au-delà des limites de la formule.
- La mesure du temps d'écoulement ne permet pas d'avoir une mesure directe des caractéristiques intrinsèques des matériaux (comportement rhéologiques). Cette appréciation reste un essai empirique.
- L'enrichissement en fibres correspondra incontestablement à un appauvrissement de la fraction granulaire la plus grossière.

## **CHAPITRE III**

# **COMPORTEMENTS MECANIQUES :**

# **ANALYSES DES RESULTATS**

# 1- VARIATIONS DIMENSIONNELLES ET PONDERALES

Le retrait des matrices cimentaires est un processus relativement complexe. La pâte de ciment manifeste des variations dimensionnelles en l'absence de chargement. Ces variations sont surtout en relation avec la dessiccation (évaporation de l'eau libre) et sa structuration progressive (par hydratation du ciment).

Les divers retraits qui se développent dans une matrice sont :

- le retrait plastique
- le retrait de séchage
- le retrait thermique
- le retrait de carbonatation et endogène.

Ce chapitre présente les résultats obtenus que du retrait de dessiccation qui est le cas le plus visible.

## 1.- Variations dimensionnelles

Les valeurs des mesures de retrait pour les différents âges sont exposées dans le tableau Annexe 1. La première mesure a été relevée 24 heures après le coulage et nous avons suivi l'évolution du retrait jusqu'à 3 ans de conservation dans une salle à atmosphère contrôlée.

De façon générale les valeurs de retrait pour tous les mélanges étudiés sont proches de la valeur de retrait d'un mortier normal qui est limitée à la valeur de 0,8 mm/m selon la norme NF P 15.433. La composition de la matrice de cette étude renferme plus de ciment que la quantité contenue dans un mortier normal, ce qui donnera néanmoins un retrait un peu plus que celui-ci.

La matrice étudiée contient un excès d'eau liée beaucoup plus aux choix des rapports E/C et C/S de 0,5 et une quantité de 1% de fluidifiant, ainsi que comme expliqué dans la partie formulation à l'existence d'une partie d'eau additionnelle selon la formule de Feret [121]. Cette eau va éventuellement s'évaporer beaucoup plus rapidement en salle sèche. Il faut signaler par ailleurs que la granulométrie fine du sable accentue aussi le retrait. Ce sont les raisons pour lesquelles les valeurs de retrait obtenues sont légèrement supérieures à celles normalisées dans le cas du matériau de référence.

### 1.1- L'effet du dosage en fibres

L'évolution des retraits en fonction du dosage en fibres, est montré sur les figures III-1, III-2 et III-2 respectivement pour les tailles de fibres employées 3, 6 et 12 mm. L'échantillon témoin est représenté aussi sur les trois figures. Ces courbes montrent que le retrait total augmente en fonction du temps. Cependant, la majeure partie du retrait a lieu aux premiers jours de durcissement pour devenir stable à partir de 1 mois d'âge environ. Ce constat est le même pour les 4 mélanges étudiés représentés sur les 3 figures citées.

Au regard des courbes représentées sur ces figures, il apparaît que de manière générale le retrait diminue en fonction de l'augmentation de la teneur en fibres. Ce cas est apparemment beaucoup plus nuancé pour la fibre de 3 mm. Cependant, pour les longueurs 6 et 12 mm cette nuance n'est pas respectée pour certaines fractions volumiques de fibres. Il a été même constaté que c'est plutôt l'effet inverse qui s'est produit à l'exemple de la fibre de 6 mm dosée à 2% qui présente un retrait inférieur à celui obtenu à 2,5% de fibres. Ceci pourrait être attribué à l'effet de fibres et à leur l'orientation aléatoire ainsi que probablement aussi aux conditions de mise en œuvre. Du point de vue expérimentale, comme il a été remarqué dans la partie formulation c'est la fibre de longueur 3 mm qui a présenté une meilleure maniabilité par rapport aux autres longueurs et ceci pourrait être expliqué dans le cas du retrait de la manière suivante : pour un dosage donné, la surface spécifique de la fibre courte sera importante et plus le nombre sera grand. Une surface spécifique très développée conduit à des frottements plus importants entre la fibre et la matrice ce qui pourrait gêner la contraction de celle-ci.

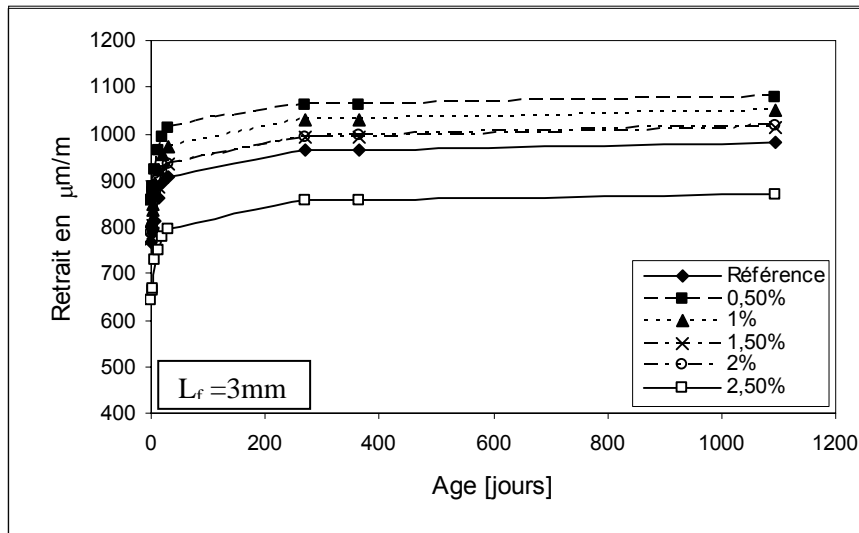


Fig III-1: Variation du retrait pour différents % de fibres de 3mm en fonction du temps

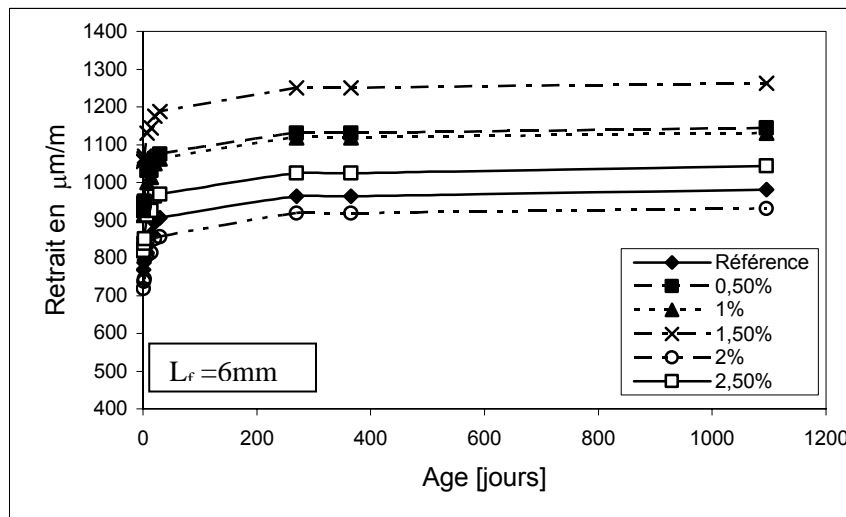


Fig III-2: Variation du retrait pour différents % de fibres de 6 mm en fonction du temps

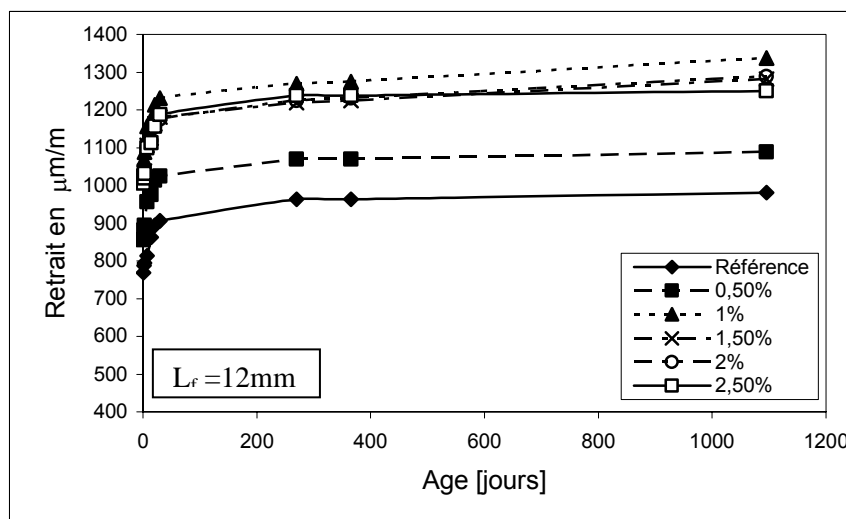


Fig III-3: Variation du retrait pour différents % de fibres de 12 mm en fonction du temps

## 1.2- L'effet de la longueur des fibres

Les figures III-4 et III-5 montrent l'évolution du retrait dans le temps en fonction de la longueur des fibres. La figure III-5 permet de valider l'hypothèse du développement d'une surface spécifique importante pour la fibre de longueur 3 mm dosée à des teneurs élevées, ce qui a réduit le retrait par rapport au matériau témoin en faisant la comparaison entre les courbes. Il apparaît cependant, que les fibres de tailles 6 et 12 mm n'améliorent pas les variations dimensionnelles. L'échantillon de référence présente une tenue au retrait meilleure que pour les matériaux renforcés avec les longueurs 6 et 12 mm. Ces dernières rendent la structure des matériaux moins compacte. Le départ de l'eau de constitution, contenue dans les alvéoles formées par l'enchevêtrement des fibres, se fera sans gêne.

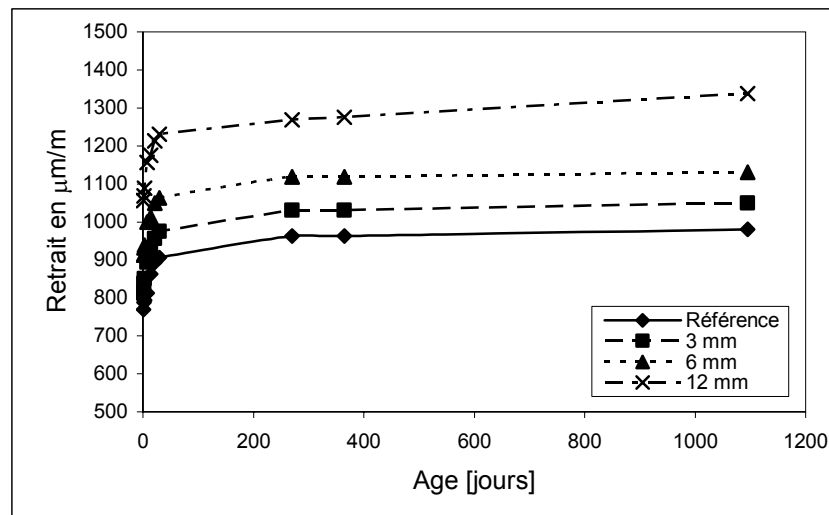


Fig. III-4: Influence de la longueur des fibres sur la variation du retrait ( $V_f=1\%$ )

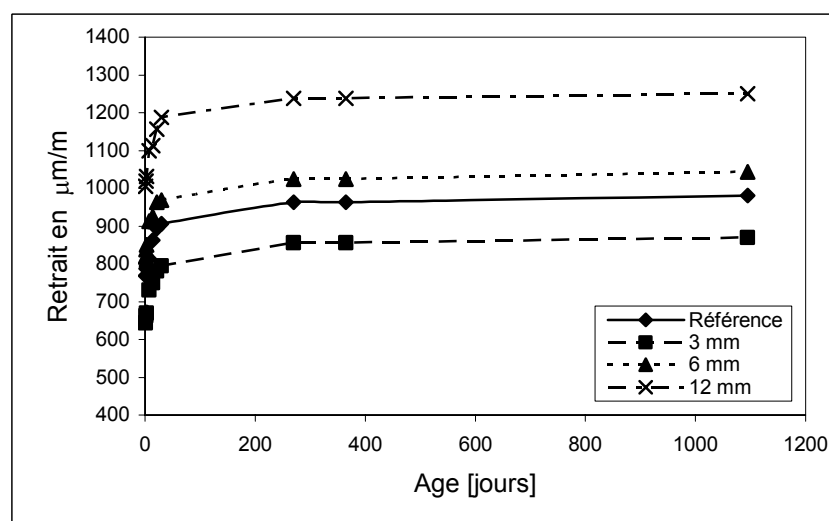


Fig. III-5: Influence de la longueur des fibres le retrait ( $V_f=2,5\%$ )

## **2.- Variations pondérales**

Le retrait ne serait déroulé sans qu'il y ait eu une perte d'eau et par conséquent une perte de masse. Les figures III-6, III-7 et III-8, relatives à la perte de masse dans le temps pour les 3 longueurs de fibres employées, confirment bien l'existence du retrait enregistré dans les matériaux testés. Les valeurs de mesure du poids échelonnées dans le temps sont représentées dans le tableau Annexe 2.

La perte de masse est aussi importante comme dans le cas du retrait dans les premiers jours et devient par la suite presque constante. Sur ces courbes, nous constatons comme pour le cas du retrait l'influence de la longueur des fibres sur la dispersion des résultats, le fuseau des valeurs est étroit pour la longueur de 3 mm et il est étiré pour les longueurs de 6 et de 12mm. Ces dernières semblent causer une hétérogénéité dans la structure des matériaux.

Il apparaît que certains échantillons enregistrent un gain en poids au cours du séchage. Ce phénomène est probablement dû à la carbonatation ou bien à l'absorption par les échantillons de l'humidité amenée par d'autres matériaux fraîchement entreposés dans l'enceinte de séchage.

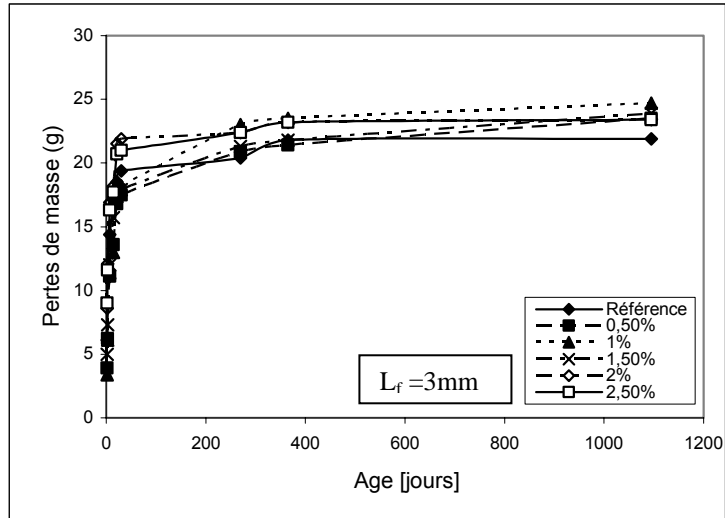


Fig. III-6: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 3mm

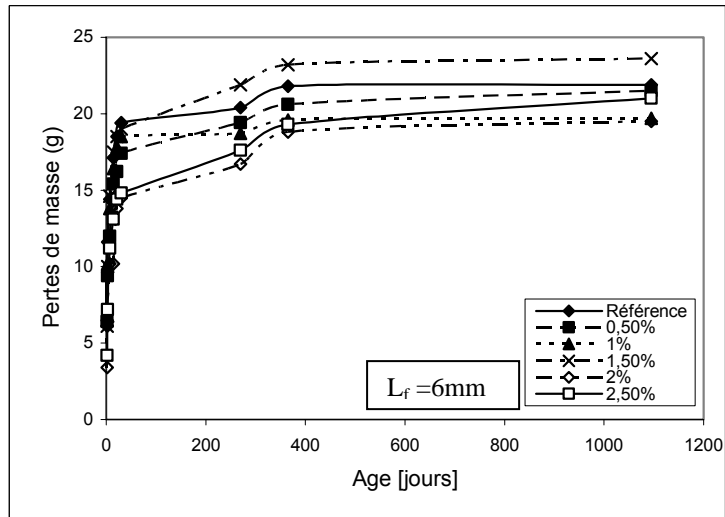


Fig. III-7: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 6mm

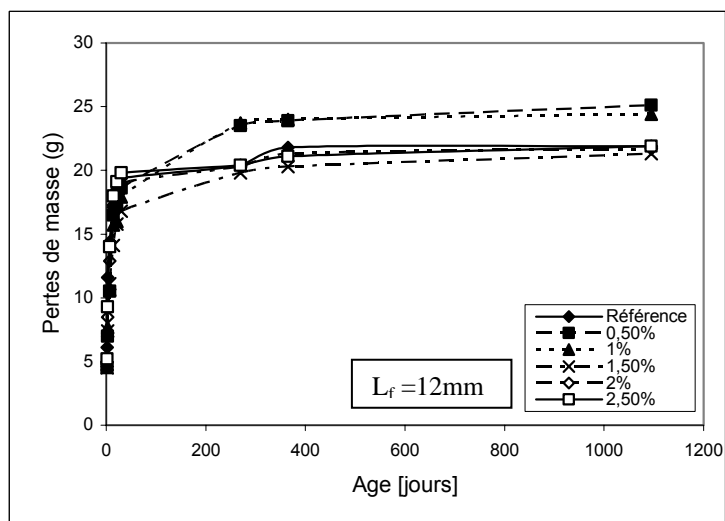


Fig. III-8: Variation de la perte de masse en fonction du temps pour la fibre 12mm

Sur figure III-9, ont été rassemblés toutes les valeurs de la variation de retrait en fonction de la perte de masse, en tenant compte des variations de fraction volumique et de longueurs de fibre en fonction du temps. Même si le nuage de points expérimentaux est très dispersé, les droites de régression mettent en évidence la liaison très étroite entre le retrait et la perte de masse. La figure montre bien qu'à même perte de masse, le retrait augmente en fonction de l'accroissement de la longueur des fibres et validant ainsi l'effet de la longueur des fibres sur le retrait total. L'effet d'échelle des fibres ne semble donc pas intervenir sur l'amplitude du retrait.

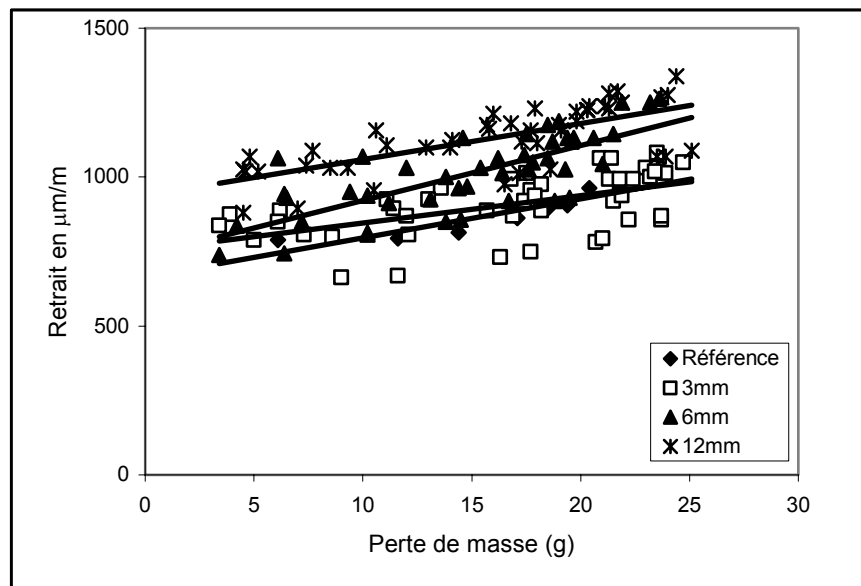


Fig. III-9: Variations de retrait en fonction de la perte de masse

## 2 – COMPORTEMENT À RUPTURE DES CCV

L'intérêt de ce chapitre est de définir une "carte d'identité" du matériau par une présentation des principales caractéristiques mécaniques du matériau composite renforcé de fibres de verre. La définition des comportements à rupture en compression et en traction semble un passage obligé de la caractérisation mécanique. Les essais mécaniques à rupture sont réalisés sur 3 types d'échantillons (à 0%, 1 et 2% de fibres de longueur 12 mm) à l'âge de 28 jours de durcissement et conservés dans une enceinte humide.

### 1.- Comportement en compression

La figure III-10 illustre un exemple de courbes contrainte-déformation enregistré en compression simple pour le matériau de référence et des matériaux fibrés à 1 et 2% pour la longueur de fibres 12 mm. Sur ces courbes sont représentées la variation de la contrainte en fonction des déformations longitudinales et radiales. Ces courbes sont classiques des matériaux granulaires en compression. Les échantillons fibrés présentent une déformation à rupture nettement supérieure à celle obtenue pour l'échantillon de référence et le constat est identique lorsque la teneur en fibres passe de 1 à 2%. La similitude est la même aussi en faisant une comparaison entre les deux types de déformations longitudinale et radiale. La déformation transversale à rupture a augmenté pour les échantillons fibrés, ce qui laisse penser que des fibres, ont pris une orientation transversale lors de la mise en œuvre.

Ces courbes se caractérisent d'abord par un comportement linéaire traduisant le caractère élastique jusqu'à un niveau de contrainte de 15 Mpa et cette limite de linéarité est constatée pour les 3 types d'échantillons. Au-delà de cette valeur de contrainte, les courbes s'incurvent en s'écartant de la linéarité traduisant le développement d'un endommagement progressif. La limite de linéarité, représente en moyenne 70% de la contrainte ultime pour l'échantillon de référence, tandis que pour les matériaux fibrés elle ne représente que 40%, alors que la contrainte à la rupture de ces derniers est presque le double de celle du matériau de référence. Pour le cas du matériau non fibré au-delà de ce niveau de

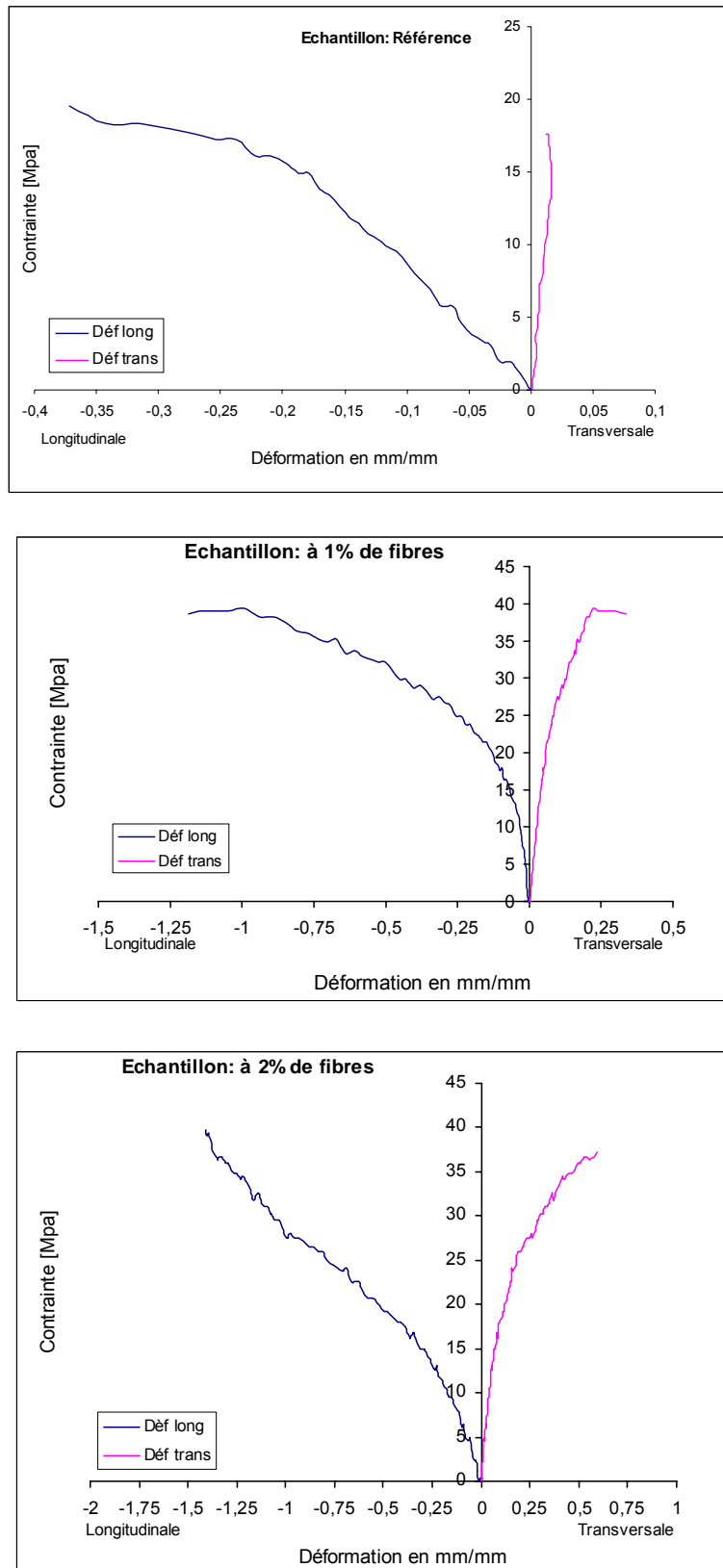


Fig. III-10 : Déformations longitudinale et transversale obtenues avec un essai de compression

contrainte la propagation de la fissuration semble évoluer rapidement, c'est le cas typique des matériaux de type élastique fragile. Il apparaît que les fibres retardent l'endommagement brusque des matériaux et n'apportent pour ce type de sollicitation aucune ductilité. A partir de ces résultats, il apparaît que les fibres de verre n'interviennent pas dans le domaine élastique et les propriétés mécaniques élastiques en compression des CCV semblent avant tout régies par celles de la matrice.

La figure III-11 montre des lignes de fissures dans le sens de l'application de l'effort de compression donnant un mode de rupture sous forme de lamelles. Il est à noter que l'essai de compression a été réalisé sans plateau de compensation.



Fig. III-11 : Mode de rupture en compression de l'échantillon cylindrique

Le tableau III-1 regroupe les principales caractéristiques mécaniques des échantillons. Celles-ci sont obtenues à partir des courbes contrainte-déformation.

Tableau III-1 : Propriétés mécaniques obtenues des matériaux de référence et fibrés

Echantillons	Référence	1% de fibres	2% de fibres
Module de Young ; E [Gpa]	21,0	21,7	21,1
Coefficient de Poisson ; $\nu$	0,18	0,22	0,24
Limite élastique [Mpa]	16,0	16,5	15,1
Contrainte de rupture [Mpa]	21	39,4	39,8

## 2.- Comportement en traction par fendage

La résistance en traction demeure la spécificité des composites fibrés. Cependant, la réalisation d'un essai de traction direct est délicate et l'appréciation de cette caractéristique est souvent réalisée à partir de l'essai de fendage.

Les courbes présentées sur la figure III-12 relatives aux échantillons de référence non fibré et aux échantillons fibrés à 1 et 2% de fibres de longueur 12 mm, sont similaires à celles obtenues en traction direct, et rapportées dans la bibliographie [60]. La contrainte ultime voisine de 6 Mpa pour l'échantillon à 2% de fibres, est proche des résultats disponibles dans la littérature [62] pour des matériaux fabriqués et conservés dans les mêmes conditions.

Avec l'échantillon à 1% de fibres, la limite élastique a doublé quasiment par rapport à celle de la matrice non fibrée et elle est presque de 4 fois pour l'échantillon à 2% fibres, soulignant ainsi l'apport des fibres et le dosage dans cette zone. A la limite de la linéarité des courbes, les matériaux fibrés semblent présenter un léger saut d'effort et ceci marque le début d'endommagement sous formes de petites fissures ou microfissures non visibles à l'œil. Par ailleurs, au-delà de cette zone apparaît un palier légèrement croissant et ceci est obtenu uniquement avec les spécimens fibrés. Ce palier est caractéristique d'une pseudo-ductilité du composite qui semble intéressante pour les matrices cimentaires (on atteint un rapport *déformation irréversible/déformation élastique* égal à  $\approx 5$ ), avec une déformation ultime qui atteint l'ordre de 0,45 mm/mm quand celle de l'échantillon non fibré est limitée à 0,02. La figure III-13, montre une photo illustrant le mode de rupture obtenu en traction par fendage. A travers la fissure on remarque la disposition des fibres dans le sens de l'écartement des deux lèvres de celle-ci ce qui dénote d'une amélioration obtenue de la résistance en traction par fendage des échantillons fibrés.

Dans le tableau III-2 sont rassemblés les principales valeurs remarquables relevées lors de l'essai de fendage effectué sur les mortiers élaborés..

Tableau III-2 : Principales valeurs remarquables relevées dans l'essai de fendage

Echantillons	Référence	1% de fibres	2% de fibres
Limite élastique [Mpa]	1,2	2,2	4,4
Contrainte de rupture [Mpa]	1,3	2,8	6,1
Déformation à rupture [mm/mm]	0,02	0,39	0,47
Gain de contrainte dû à l'écrouissage en %	0	21	27,5

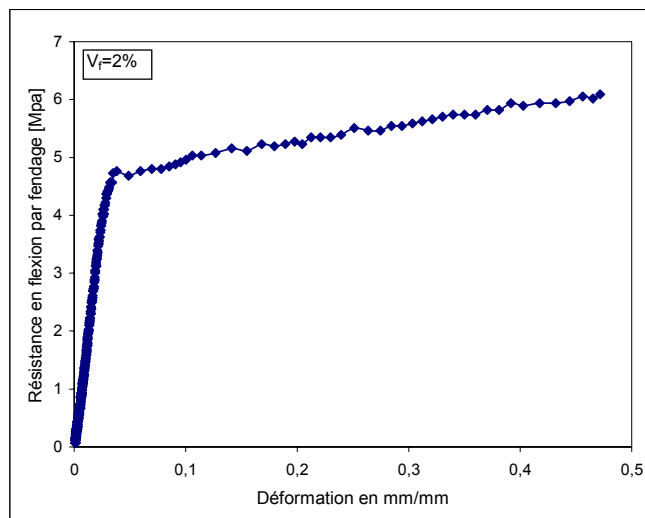
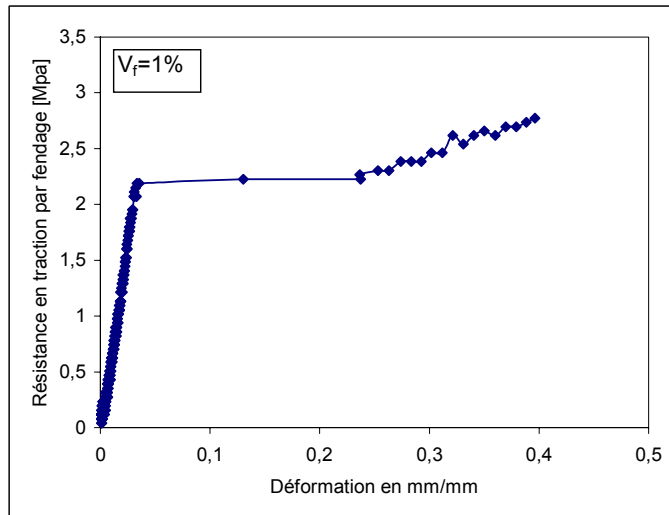
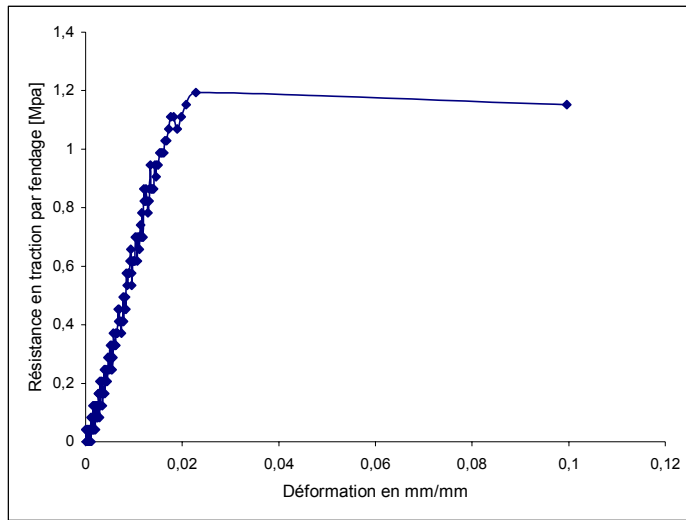


Fig. III-12 : Courbes contrainte-déformation de traction par fendage



Fig. III-13: Mode de rupture en traction par fendage

### 3.- Comportement en flexion

La figure III-14 présente les allures type de 3 courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de *flexion 3 points*. Ces essais ont été effectués à 28 jours sur des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm et ils ont été menés à vitesse de déplacement de la traverse constante de 0,5 mm/mn avec une acquisition de 10 points/seconde sur une machine Instron. Ces courbes sont relatives aux comportements à rupture des matériaux : non fibré, à 1% et à 2% de fibres respectivement.

L'échantillon de référence a un comportement quasi-linéaire suivi d'une chute brutale de la contrainte (rupture totale de l'échantillon) traduisant son caractère fragile dans ce type de sollicitation.

L'échantillon renforcé avec 1% de fibres possède un comportement similaire à l'échantillon de référence jusqu'à la contrainte maximale où le comportement est élastique. Au-delà du pic, une première fissure s'initie et une rupture semble se produire brutalement comme le montre la chute de l'effort mais les fibres interviennent en formant des ponts entre les fissures empêchant l'endommagement brusque du composite et favorisant plutôt son développement progressif.

L'échantillon renforcé avec 2% de fibres a un comportement un peu différent de ceux des échantillons de référence et à 1% de fibres. La courbe montre trois phases : une phase élastique linéaire se terminant à l'ouverture de la première fissure (point A de la figure III-14 "échantillon à 2% de fibres"), suivie d'une autre non linéaire traduisant le début de l'endommagement sous formes de microfissures et de déchaussement des fibres.

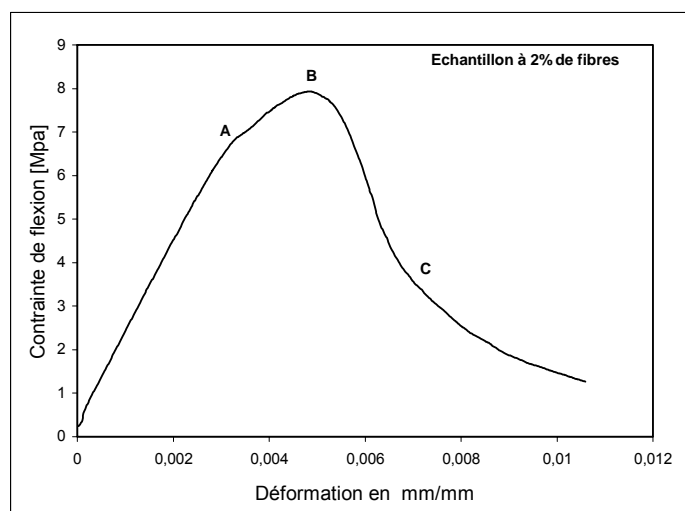
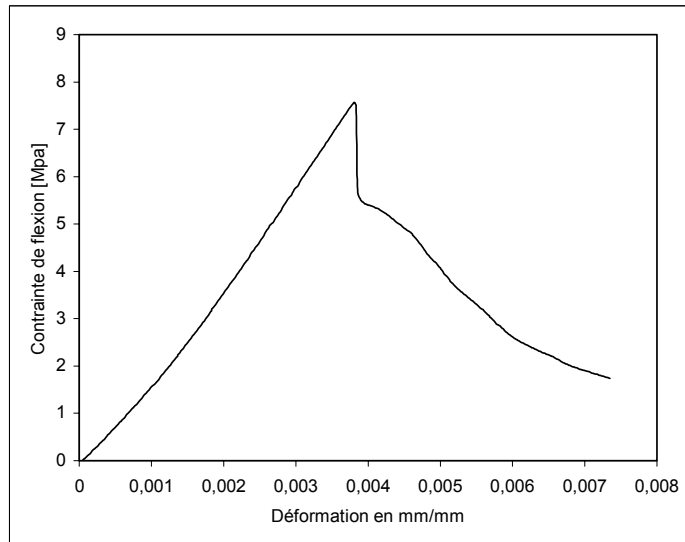
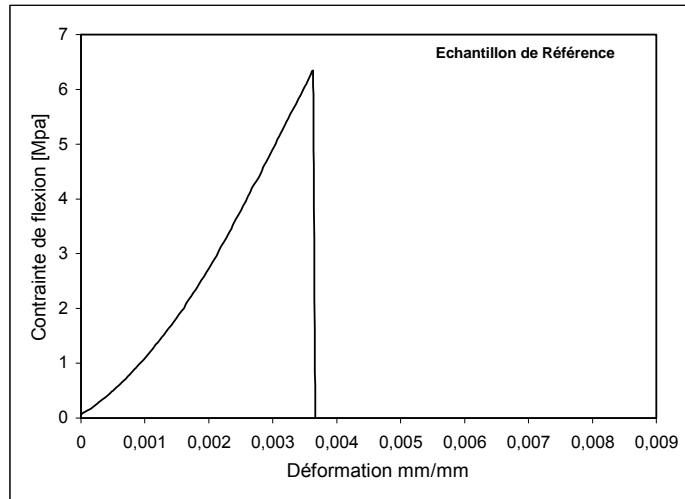


Fig. III-14: Courbes Contrainte-déformation en flexion 3 points

Il existe après l'ouverture de la première fissure une valeur maximale de l'effort que nous nommerons effort maximal post fissuration (point B). Il est à penser que l'accroissement de la contrainte au-delà de la première fissure dans ce cas est un signe d'amélioration de la phase "post première fissuration" conférant au matériau une amélioration "d'une pseudo ductilité". Le gain de résistance à la première fissuration n'est pas important et avoisine les 15%. Au-delà du maximum la rupture s'intensifie et correspond à la troisième phase (zone BC) qu'on peut appeler phase résiduelle qui est due au déchaussement totale des fibres (figure III-15) et au frottement de celles-ci avec le mortier.

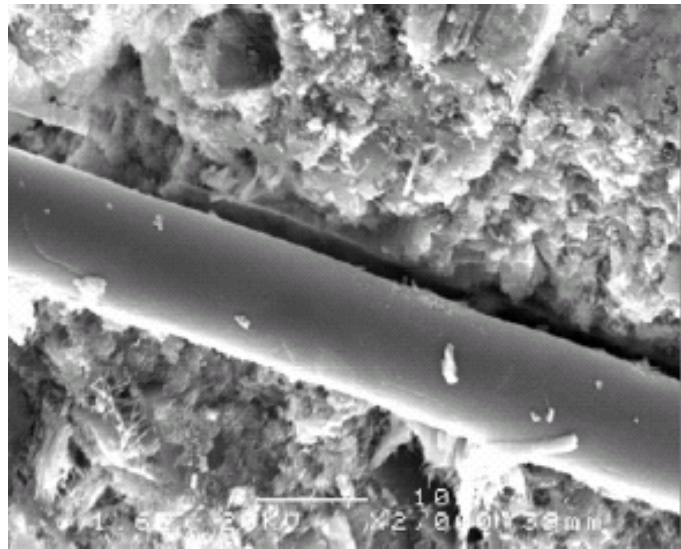


Fig.III-15 : Déchaussement de la fibre de la matrice (x 2000, MEB)

Pour obtenir des indications sur la ductilité du matériau et l'apport des fibres en terme d'énergie dissipée, la figure III-16 définit la répartition des énergies représentées par l'aire située sous la portion de la courbe comprise entre les points O, A et C. La rupture complète du matériau est définie lorsque la contrainte (ou l'effort) mesurée devient inférieure au tiers ( $1/3$ ) de la contrainte maximale post fissuration [122]. Dans notre cas le point C de la figure III-15 en est l'illustration. Ainsi, cette approche semblable à celles utilisées par les normes ASTM C 1018 [65] et JCI SF-4 [68], détermine le calcul de l'énergie pour l'intervalle de l'effort entre 0 et  $1/3$  de l'effort maximal post-fissuration.

La part de l'énergie totale consacrée à l'ouverture de la 1<sup>ère</sup> fissure (pour la zone linéaire) est relativement faible. Elle est de l'ordre de 30% de celle de l'énergie totale

dissipée et celle nécessaire pour atteindre l'effort maximal post fissuration ne représente que 45% environ de cette énergie totale dissipée au cours de l'essai. Cette constatation témoigne bien de l'apport des fibres comme résistance résiduelle si on considère celle-ci comme étant la résistance post pic (c'est-à-dire après la valeur maximale de la contrainte).

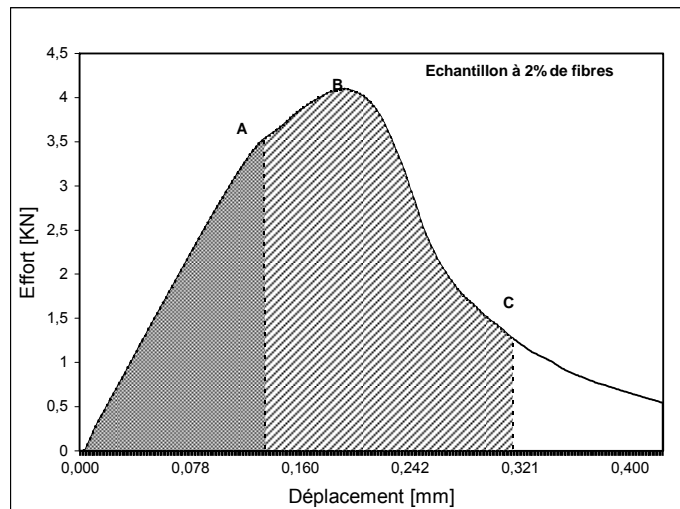


Fig. III-16: Répartition de l'énergie pour un essai de flexion 3 points

#### 4.- Mode de rupture des échantillons en flexion 4 points

En général, les orientations des surfaces de fissuration et de rupture et quelle que soit la sollicitation se produisent perpendiculairement au sens de l'extension. Les observations faites sur nos éprouvettes après la rupture montrent que pour le cas de l'échantillon de référence, les surfaces de rupture se sont déroulées au droit de l'application de la résultante de l'effort et avec une rupture brutale. Tandis que pour les échantillons fibrés surtout avec des dosages élevés, les faciès de rupture s'inclinent légèrement et se produisent aux voisinages des appuis comme le montre la photo de la figure III-17. Cet effet est dû à la présence des fibres. La fissuration est aléatoire et suit généralement le contour des fibres surtout lorsque celles-ci sont longues.

Les faciès des éprouvettes rompues par essai de flexion se présentent sous forme de surface hérissée (figure III-18). Ce constat ne peut avoir lieu que lorsque la longueur critique de la fibre (longueur de fibre indispensable pour le transfert de charge) est inférieure à la longueur réelle de la fibre. Dans ce cas la rupture des fibres n'a pas eu lieu et c'est un déchaussement qui s'est produit.

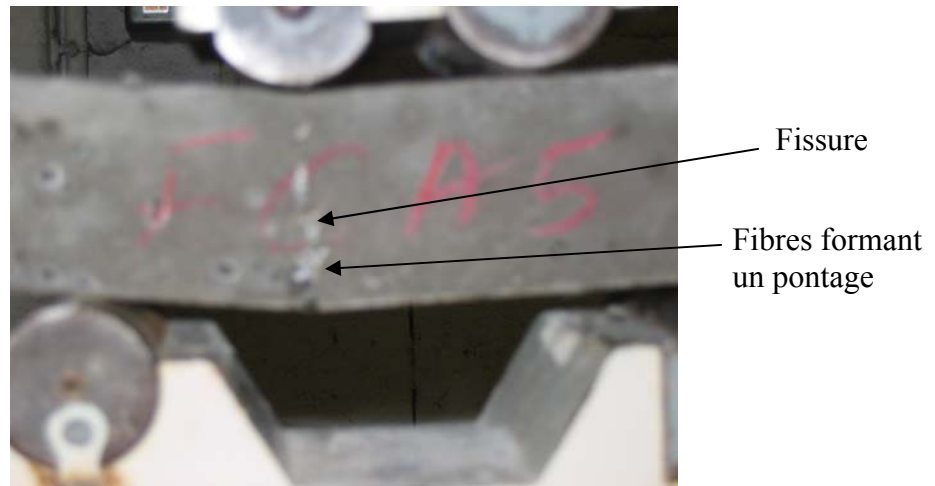


Fig. III-17 : Photo montrant la rupture d'un échantillon fibré lors d'un essai de flexion 4 points

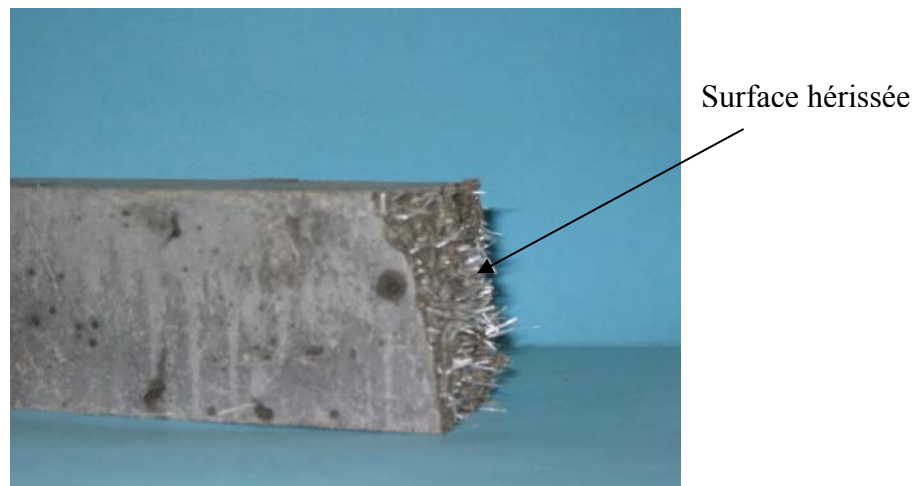


Fig. III-18 : Image montrant des fibres déchaussées à la suite d'un essai de flexion

La longueur critique calculée est d'environ 7 mm, en se basant sur des données collectées dans la littérature (tableau III-3) pour le cas d'un monofilament. Or, dans la réalité les fibres de verre restent en faisceaux ce qui nécessitera une longueur critique beaucoup plus supérieure à la longueur de la fibre 12 mm.

Tableau III-3 : Données relevées dans la littérature

	Fibre de verre A.R	Matrice : mortier de ciment
$\sigma_u$ en Mpa	3000 sur un monofilament 1800 sur un faisceau	9
E (Gpa)	73	26
Allongement à rupture	4,3%	$1,5 \text{ à } 2,5 \cdot 10^{-4}$
$\nu$ (coefficient de poisson)	-	0,22
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	2,68	-
Contrainte de cisaillement interfaciale	2,5 Mpa	
Diamètre $\mu\text{m}$	10	-

## **5.- Conclusion**

Bien que les dimensions des éprouvettes soient faibles pour les mesures des caractéristiques mécaniques surtout celles des cylindres utilisés pour les essais de compression et de fendage, elles respectent néanmoins la norme ASTM C 469 et peuvent être considérées comme représentatives du matériau. Par ailleurs, la finalité de ces essais n'est pas de mesurer par exemple le module de Young avec une extrême précision mais plutôt d'en déterminer l'ordre de grandeur.

Il apparaît que les caractéristiques mécaniques importantes des fibres de verre ne sont d'aucune utilité pour l'amélioration des propriétés mécaniques élastiques pour un comportement en compression comme en témoignent les résultats. Par ailleurs, en traction ou en flexion ces fibres sont d'une importance fondamentale pour retarder la formation des fissures. Lors de l'essai de flexion, les renforts ont fait augmenter la charge maximale post-fissuration. Cette dernière est synonyme d'une amélioration de la ductilité, caractérisée par l'énergie de déformation absorbée pendant l'essai. Après la fissuration, la résistance additionnelle du composite dépend des propriétés mécaniques des fibres et de l'adhérence fibre-matrice.

La nature de fabrication des fibres de verre (fibres en faisceaux) fausse tout calcul de longueur critique nécessaire pour le transfert de charge.

## 3 – RESISTANCE EN FLEXION

### 1.- Résultats de mesures

Les résultats des essais de traction par flexion 4 points sont rassemblés dans les tableaux en Annexes (Annexes 3, 4 et 5). Ces résultats représentent la valeur de l'effort de rupture ainsi que la valeur de la contrainte moyenne de 6 tests. Sont indiqués en plus sur ces tableaux l'écart type et la dispersion. Les compositions des échantillons testés sont composées d'une série d'éprouvette de référence (à 0% de fibres) et des séries renforcées de fibres à des taux de : 0,5 – 1 – 1,5 – 2 et 2,5 % et à des longueurs de fibres de : 3 – 6 et 12 mm.

Ces résultats se caractérisent globalement par une forte dispersion. Celle-ci est importante pour les échantillons fibrés que ceux de référence. Ce constat est largement rencontré lors des essais expérimentaux et il est la conséquence directe du caractère hétérogène des matériaux granulaires, à leur porosité ainsi qu'à la distribution aléatoire des fibres dans la matrice. On constate également que cette dispersion est plus importante pour les essais effectués à 7 jours de durcissement et diminue à 14 et 28 jours. Pour la même échéance de durcissement, il semble apparaître une étroite liaison entre la dispersion et les paramètres du renfort. A mesure que la longueur et le dosage volumique en fibres augmentent la dispersion devient importante.

### 2.- Influences des longueurs et teneurs en fibres sur la résistance en flexion

Les figures III-19, III-20 et III-21 illustrent les résultats obtenus en flexion respectivement à 7, 14 et 28 jours de mûrissement en conditions humides. Ces courbes représentent la variation de la résistance mesurée en fonction du dosage en fibres pour les 3 longueurs de fibres utilisées.

Au vu de ces courbes, les résultats se présentent sous forme des dents de scie. On observe également que les résistances ne varient pas de manière nette d'un mélange à un

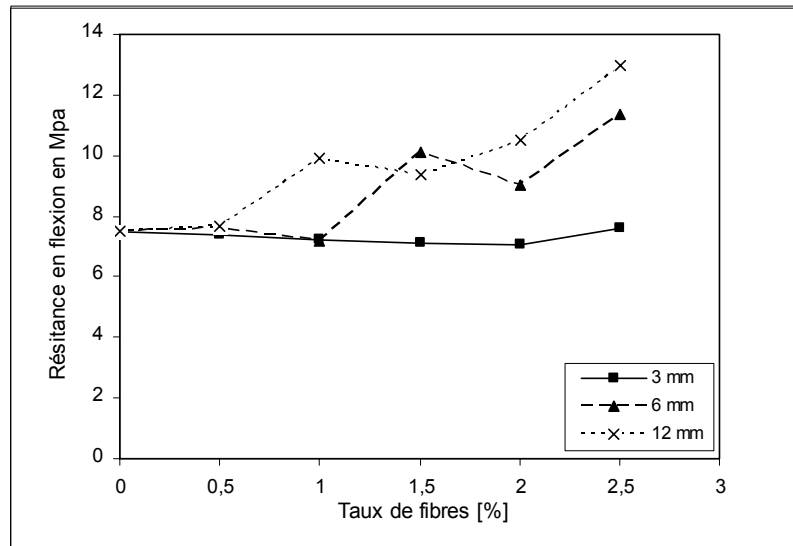


Fig. III-19: Evolution de la résistance en flexion à 7 jours

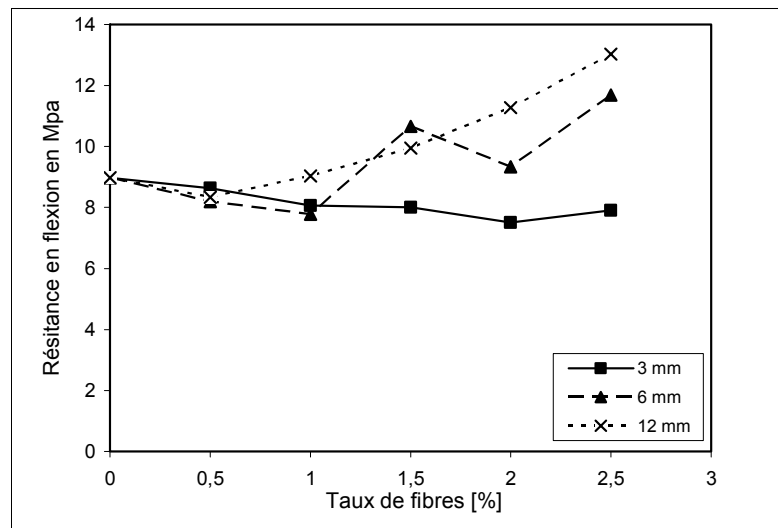


Fig. III-20: Evolution de la résistance en flexion à 14 jours

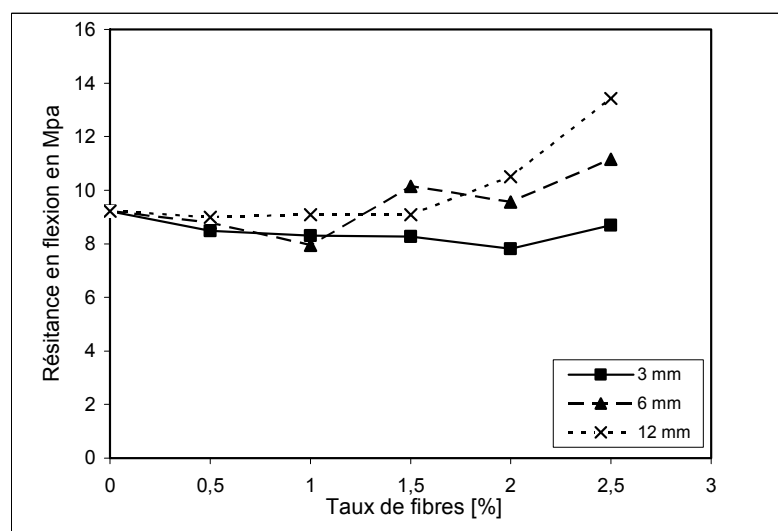


Fig. III-21 : Evolution de résistance en flexion à 28 jours

autre pour une même longueur de fibres. La relation entre le dosage en fibres et la résistance en flexion n'est pas une fonction croissante claire et précise.

Il est à remarquer que les résistances obtenues présentent des écarts plus au moins importants à 7 jours de durcissement pour les CCV à volumes en fibres inférieurs à 2% pour les 3 longueurs de fibres utilisées. Toutefois, ces écarts de résultats deviennent moins importants à 14 jours et diminuent davantage à 28 jours de durcissement. Ceci est probablement dû à la maturité de la matrice cimentaire où à 7 jours le renfort fibreux joue le rôle de pontage en travers des fissures qui se forment au niveau de la matrice encore jeune. A 28 jours la matrice acquiert une maturité suffisante pour supporter les charges et les fibres semblent présenter peu d'influence à cause de leur dégradation en milieu alcalin comme rapporté dans la littérature [89, 90]. Ce cas précis est bien illustré par la figure III-22 qui fait apparaître certains mélanges enregistrent une chute de résistance en flexion à 28 jours par rapport à 14 jours de cure. De manière générale, il y a une évolution de la résistance en flexion dans le temps. Cette évolution est importante néanmoins entre 7 et 14 jours de mûrissement que entre 14 et 28 jours.

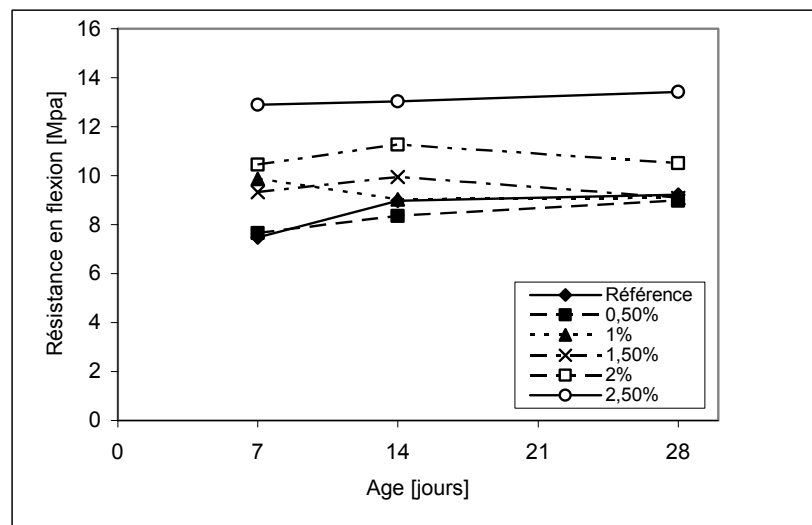


Fig. III-22 : Evolution de la résistance en flexion dans le temps (échantillons avec la longueur de fibre 12 mm)

L'influence de la taille des fibres sur la résistance en flexion est mise en évidence par les droites de régression représentées par la figure III-23. Cette influence est beaucoup plus marquée pour les longueurs 6 et 12 mm et à des taux au-delà de 1,5%. Il apparaît cependant que lorsque la fraction volumique est faible l'apport des renforts est sans effet.

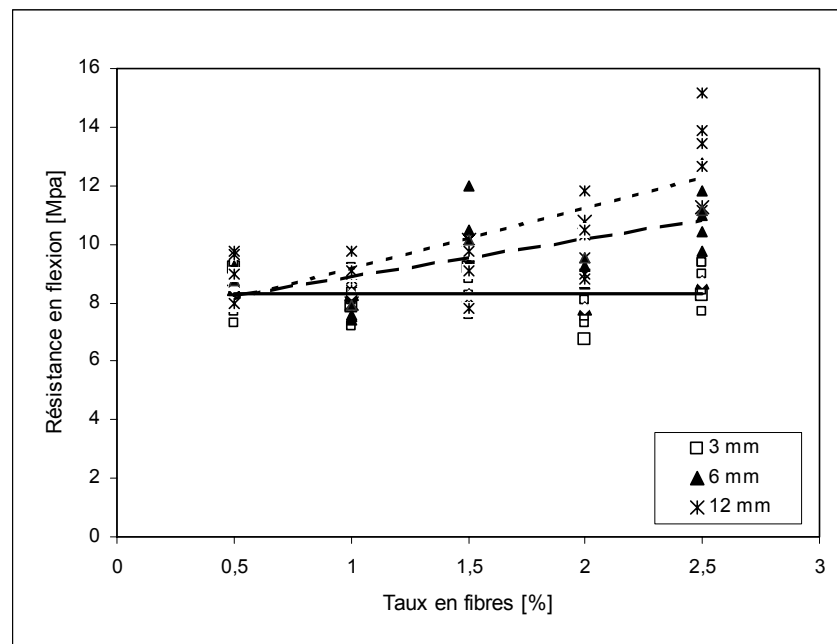


Fig. III-23: Influence de la longueur des fibres sur la résistance en flexion à 28 jours

La présence d'un volume de fibres critique minimum est alors nécessaire afin de profiter des bienfaits des fibres. La longueur de 3 mm donne des résistances en flexion au-dessous de l'échantillon de référence. Celle-ci ne fait que perturber la structure locale du matériau, sa longueur est insuffisante pour un transfert de charge de la matrice vers la fibre.

La figure III-24 illustre les rapports de la résistance en flexion des échantillons fibrés à l'échantillon de référence en tenant compte de la taille et la fraction volumique des fibres et le temps de cure. L'analyse de cet histogramme montre bien une augmentation de la résistance en flexion des matériaux fibrés par rapport au matériau de référence avec les accroissements de la taille et la fraction volumique des fibres. En faisant une analyse en fonction de l'évolution du temps de durcissement, c'est l'effet inverse qui se produit. Ces rapports de résistances diminuent pour les deux tailles de fibres analysées. Le meilleur accroissement de la résistance des matériaux fibrés au matériau de référence est obtenu à 7 jours de durcissement. Ceci montre bien les bienfaits des fibres pour les matrices cimentaires aux jeunes âges, ce qui empêchera les microfissures de se produire à cette période. L'amélioration des caractéristiques mécaniques à très jeune âge permettra au composite ciment-verre d'être sollicité précocement. Au-delà de 7 jours de durcissement, l'évolution des rapports de résistance à la baisse pourrait être attribuée au phénomène de durabilité des fibres dans les milieux alcalins. Le matériau de référence suit une évolution

normale. Il enregistre une augmentation du rapport de la résistance en flexion à 14 et 28 jours par rapport à celle mesurée à 7 jours.

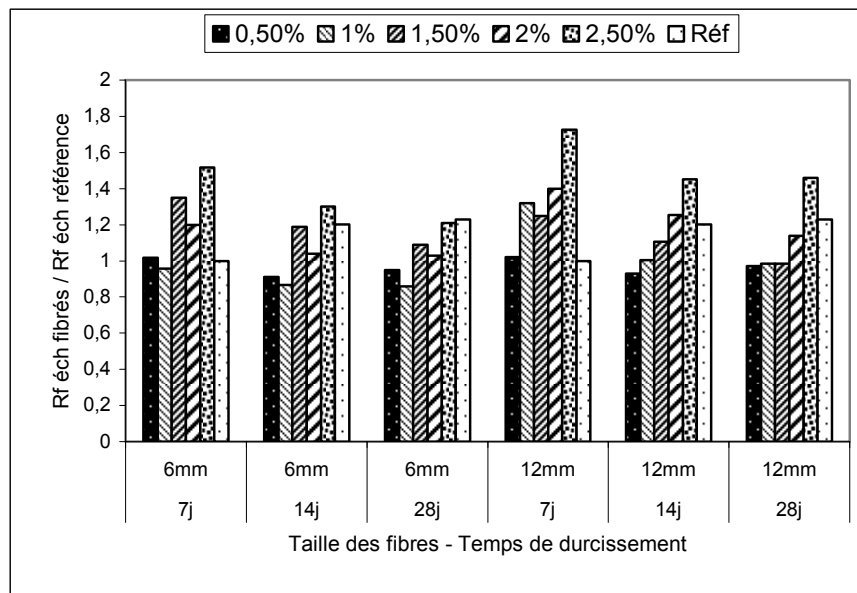


Fig. III-24 : Rapport de la résistance en flexion des échantillons fibrés à l'échantillon de référence en fonction du taux et taille des fibres et le temps de durcissement

### 3.- Application de la loi des mélanges

L'application de la loi des mélanges permet d'avoir une appréciation de l'évolution de la contrainte à la rupture en flexion du composite en fonction du dosage en fibres. Dans ce sens, le modèle de Swamy [55] présenté dans le paragraphe 5.2 du chapitre I permet de situer les résultats expérimentaux obtenus par rapport aux prévisions théoriques. La comparaison a été menée pour des résistances en flexion à 28 jours, il est à noter aussi que le paramètre ( $l_f/d$ ) du modèle a été pris comme étant la longueur des fibres à cause de la spécificité des fibres de verre qui sont en faisceaux et il est quasiment impossible de les séparer contrairement à d'autres types fibres tels que les fibres métalliques prises en compte dans la formulation du modèle. Le choix du modèle de Swamy est motivé par sa simplicité avec la possibilité de remplacer les paramètres de la formulation par des données expérimentales.

L'évolution de la résistance en flexion du modèle est croissante en fonction de l'augmentation du dosage en fibres comme le montre la figure III-25. Cette évolution sur

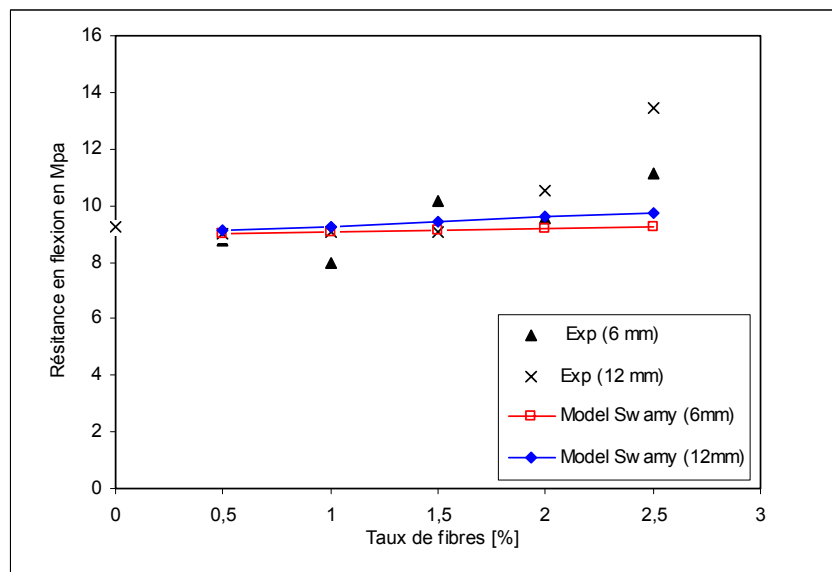


Fig.III-25 : Evolution de la résistance en flexion selon le modèle

$$\text{de Swamy } \left( \sigma_{cu(fl)} = 0,97 \cdot \sigma_{mu(fl)} \cdot (1 - V_f) + 3,41 \cdot \frac{l_f}{d} \cdot V_f \right)$$

le plan des valeurs de résistances n'est pas aussi perceptible comme l'est le dosage en fibres. On ne distingue pas non plus l'apport de la longueur des fibres, les deux courbes du modèle pour les longueurs de 6 et 12 mm se superposent presque. Les courbes théoriques pour les longueurs de fibres de 6 et de 12 mm sont globalement bien situées dans la plage constituée par les points expérimentaux. Avec des fractions volumiques de fibres supérieures à 1,5% les points expérimentaux présentent néanmoins, des valeurs supérieures à celles théoriques et qui peuvent être attribuées à un effet des fibres et aussi au facteur de dispersion non pris en compte dans le modèle. De façon générale les résultats d'essais ne correspondent pas aux formulations théoriques comme l'illustrent parfaitement les figures III-26 et III-27. Les résultats confrontés montrent que la dispersion des points expérimentaux augmente avec l'augmentation de la pente de la droite linéaire qui correspond à l'augmentation du paramètre dosage volumique en fibres. Les coefficients de corrélation calculés pour les deux longueurs de fibres démontrent bien un caractère non linéaire entre les valeurs expérimentales et celles théoriques. Ces coefficients de corrélations sont considérés par les statisticiens pour la longueur de 6 mm la valeur de 0,67 comme une valeur médiocre et celle de 12 mm le coefficient de 0,81 une valeur moyenne. Ce qui laisse penser que le modèle tel que formulé ne peut servir comme outil pour les prévisions de résistance en flexion pour des matériaux à forts dosages en fibres.

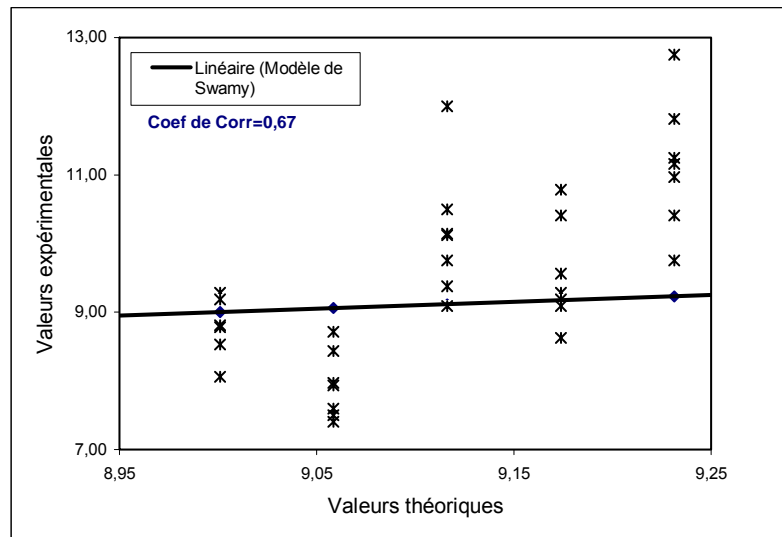


Fig.III-26: Valeurs des résistances expérimentales par rapport aux valeurs des résistances théoriques pour la longueur 6 mm.

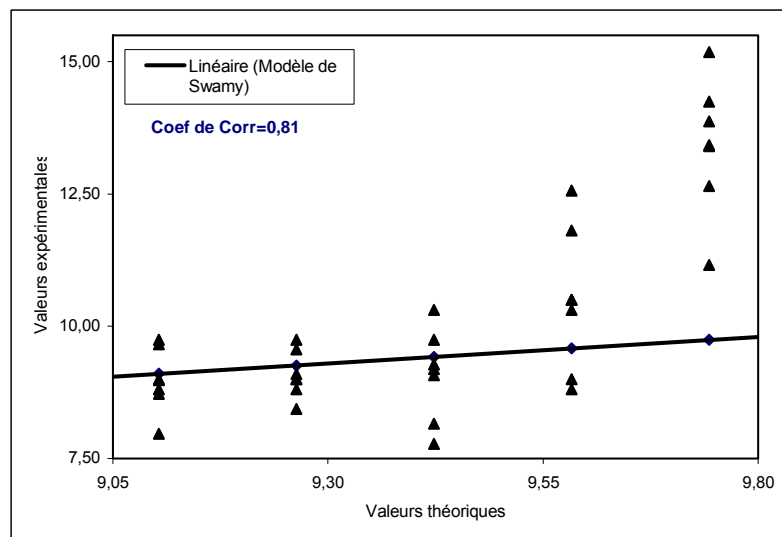


Fig.III-27: Valeurs des résistances expérimentales par rapport aux valeurs des résistances théoriques pour la longueur 12 mm.

L'application du modèle théorique montre bien que les fibres de verre n'ont que peu d'influence sur la résistance en flexion. L'analyse du modèle permet de tirer les enseignements suivants : le premier terme de l'équation qui correspond à la résistance de la matrice constitue la grosse part de la résistance du composite et le second terme de l'équation qui correspond à la résistance apportée par les fibres reste faible. Ceci démontre bien que la résistance du composite est beaucoup plus régie par celle de la matrice où la résistance à la première fissuration constitue la part importante et le gain de résistance post fissuration attribué à la participation des fibres reste énormément faible. Le constat est

aussi visible même avec des taux de fibres assez élevés. La présentation en forme d'histogramme montrée sur la figure III-28 en donne l'illustration. Par contre avec les points expérimentaux, l'effet des fibres en post première fissuration est bien visible et particulièrement au-delà d'un dosage volumique de 2%.

Il est à souligner que le modèle appliqué ne tient pas compte de la limite de faisabilité du matériau, c'est-à-dire que la résistance en flexion évolue avec l'augmentation du dosage en fibres. Or il existe un seuil de dosage au delà duquel la mise en œuvre devient impossible.

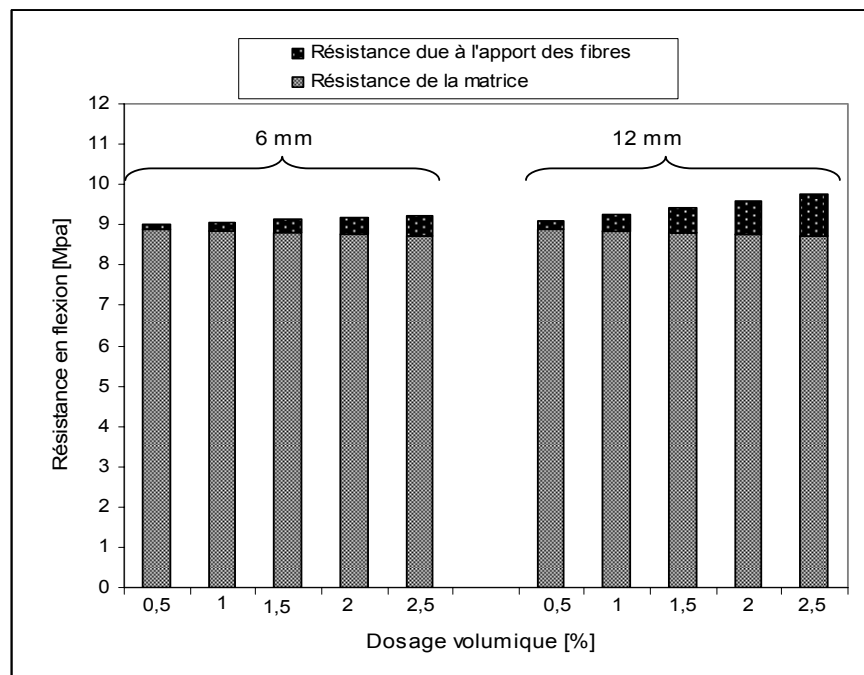


Fig. III-28: Evolution de la résistance apportée par les fibres par rapport à celle de la matrice selon le modèle de Swamy

#### 4.- Influence des fibres sur la ténacité en flexion

L'évolution des énergies (aires sous la courbe) en fonction des configurations (longueurs et dosages en fibres) permet de fournir des indications sur la ductilité du composite et sur l'apport des fibres sur l'énergie de rupture.

A première vue, la quantité d'énergie dissipée augmente en fonction de l'augmentation des taux et des longueurs des fibres. L'énergie dissipée pour le domaine linéaire (élastique) pour les matériaux fibrés reste relativement la même et malgré la variation de la longueur et du dosage volumique des fibres et ne présente pas une différence conséquente par rapport à celle consacrée pour l'échantillon de référence (à 0%

de fibres). Ceci témoigne bien que le domaine élastique linéaire est beaucoup plus régié par la résistance de la matrice et l'apport de ce type de fibres pour cette zone est presque insignifiant ; la figure III-29 le montre si bien. L'intérêt des fibres devenu plus conséquent en zone post fissuration. Il est d'autant plus significatif lorsque la longueur et le dosage volumique en fibres accroissent comme c'est remarqué sur la figure III-30. Cette dernière illustre une augmentation de l'énergie de rupture de trois fois pour l'échantillon dosé à 2,5% de fibres avec la longueur de 12 mm par rapport à l'échantillon de référence.

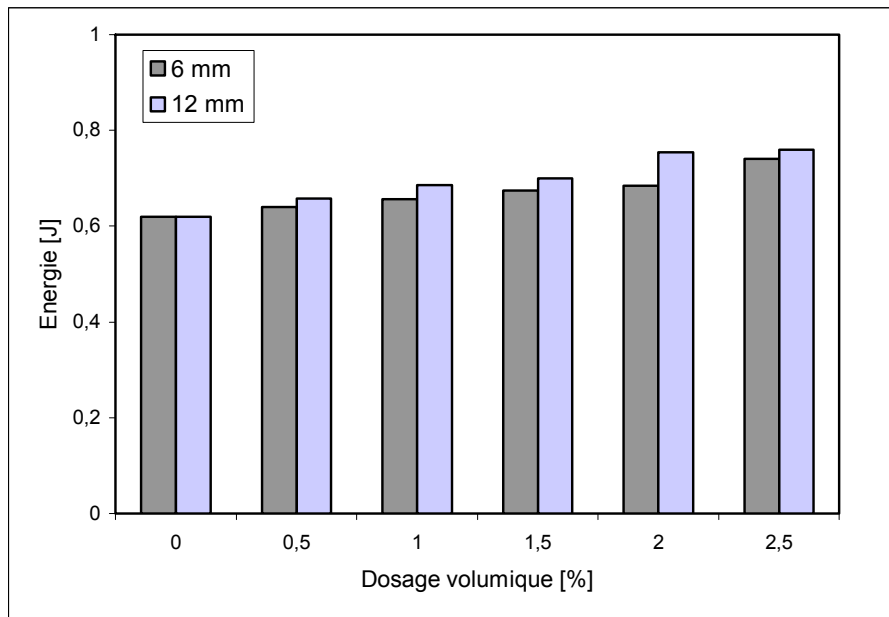


Fig. III-29 : Evolution de l'énergie dissipée pour la déformation élastique

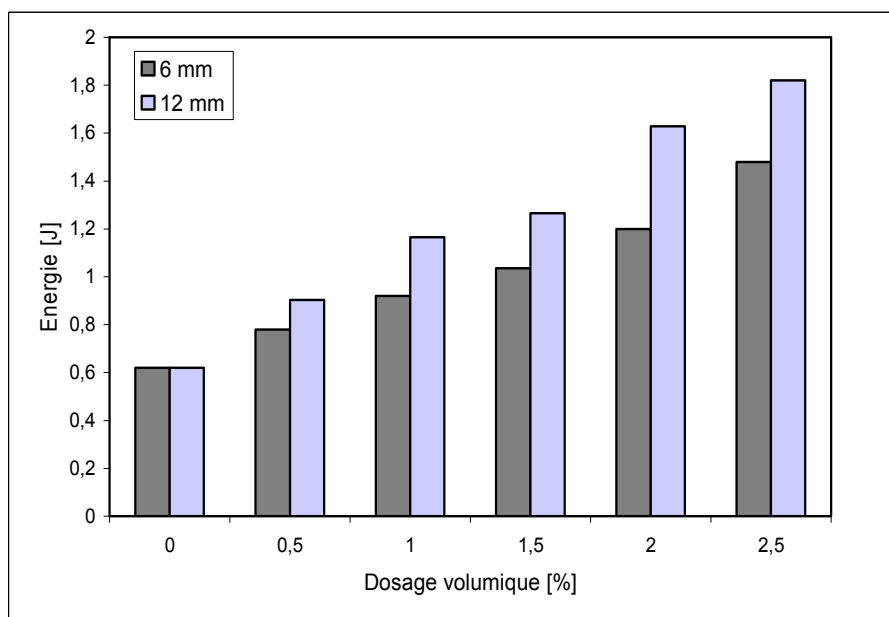


Fig. III-30 : Evolution de l'énergie dissipée pour la déformation totale

Ceci note bien l'avantage des fibres pour la ductilité du composite, alors que pour cette même configuration la valeur de l'effort maximal de rupture n'a pas augmentée autant.

L'augmentation de l'énergie de rupture est la conséquence directe d'une augmentation de la déformabilité du composite que d'une augmentation de la valeur de l'effort limite de rupture. Cette augmentation est beaucoup plus illustrée à travers les figures III-31 et III-32 représentant la répartition en % des énergies dissipées en zones

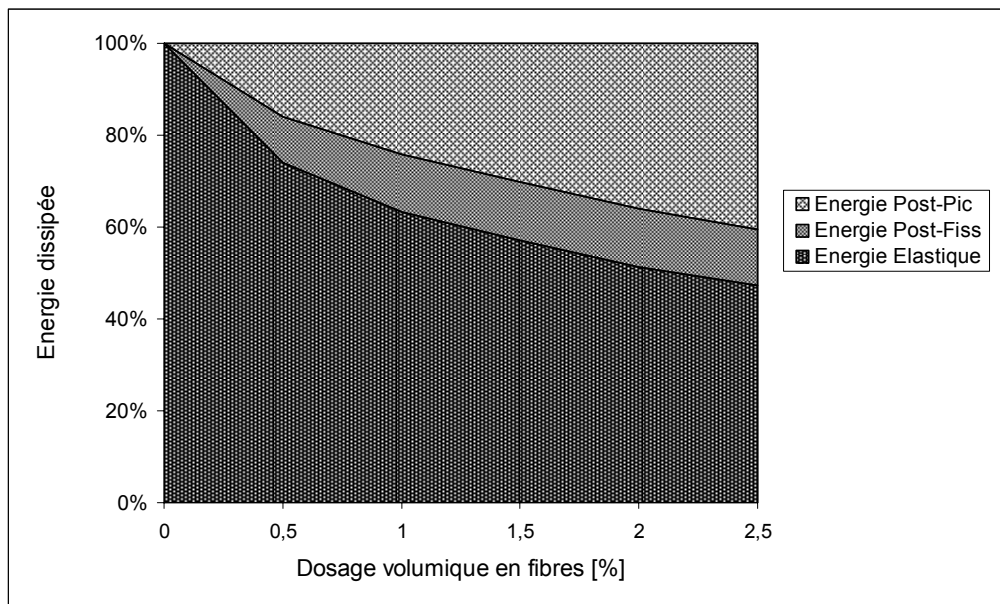


Fig. III-31 : Répartition de l'énergie pour la longueur de fibres de 6 mm

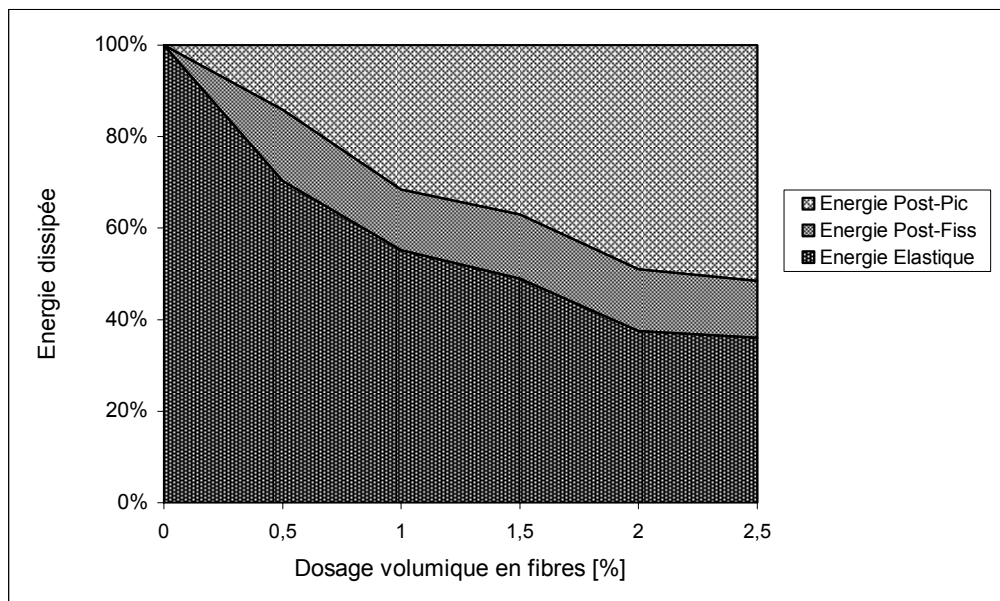


Fig. III-32 : Répartition de l'énergie pour la longueur de fibres de 12 mm

élastique, post première fissuration et en post pic (ou la branche descendante de la courbe). Sur ces deux figures, nous constatons la diminution de la part de l'énergie dissipée pour la phase élastique lorsque le dosage volumique augmente et ceci est valable pour les deux longueurs de fibres 6 et 12 mm. En revanche, l'énergie consacrée à la phase post pic enregistre une augmentation. Nous constatons également sur ces mêmes figures que l'énergie absorbée au cours de la phase non linéaire ; c'est-à-dire entre la formation de la première fissure et le maximum post fissuration; reste relativement constante et n'évolue pas avec les variations des longueurs et des teneurs en fibres. La phase qui suit juste la première fissuration reste instable et plusieurs phénomènes se conjuguent à la fois : début d'endommagement de l'interface fibre-matrice, déchaussement partielle de quelques fibres avec toujours un accroissement de l'effort de rupture mais tout cela sur une zone de déformabilité assez courte. Cette zone ne semble pas constituer une phase significative dans le comportement des composites à matrices cimentaires renforcées de fibres de verre.

L'augmentation de la longueur des fibres est mise en évidence principalement en zone post pic. Ceci est clairement démontré par ces deux dernières figures où la surface représentant l'énergie dissipée en post pic pour les échantillons fibrés avec la longueur de 12 mm est supérieure à celle représentant les échantillons obtenus avec la longueur de 6 mm. La fibre de longueur 12 mm a une longueur critique supérieure à celle de 6 mm, ce qui nécessitera un déchaussement plus difficile et développe aussi des frottements plus intenses avec la matrice en multipliant les surfaces de rupture. Les dosages volumiques sont mis également en évidence surtout pour les taux de 2 et de 2,5% où l'énergie dissipée pour la zone post pic représente la moitié de l'énergie totale et notamment pour la fibre de longueur 12 mm. Il est bien évident que ces deux paramètres retardent la formation des micros et macrofissures. Par leurs nombres les fibres agissent sur les microfissures et la longueur de la fibre, plus est suffisamment grande pour garantir un bon ancrage, agit sur les macrofissures.

## 5.- Conclusion

L'incorporation des fibres de verre améliore le comportement en flexion des mortiers. Cette amélioration croît avec la longueur des fibres et avec leur teneur. Les tests de flexion semblent dégager un seuil minimal de fibres de verre qui est de 1,5%, à partir duquel l'ajout aura un effet bénéfique en gain de résistance.

L'amélioration de la résistance en flexion est intéressante pour des temps de cure assez courts, ce qui permettra un chargement précoce des composites.

Le modèle théorique pourrait servir de base d'appréciation pour les faibles dosages de fibres inférieurs à 1,5% mais ne fournit pas des prévisions qualitatives. Des tests expérimentaux seront la seule base de conclusion.

Le modèle appliqué ne tient pas compte de la spécificité des fibres de verre.

L'énergie de rupture accroît à mesure que la taille et la quantité des fibres augmentent.

La quantité d'énergie de déformation absorbée au cours de l'essai dépend beaucoup plus de la résistance résiduelle c'est-à-dire de la zone post pic, témoigne de l'efficacité des renforts pour cette zone.

L'augmentation de l'énergie de rupture est la conséquence immédiate de l'augmentation de la déformabilité.

Les différentes investigations convergent que la phase élastique du composite ciment verre est essentiellement régie par la résistance de la matrice et que les fibres ne sont d'aucun effet.

## 4- RESISTANCE EN COMPRESSION

### 1.- Résultats de mesures

Les résultats des essais de compression sont représentés dans les tableaux en Annexes (Annexes 6, 7 et 8) et représentent les valeurs obtenues respectivement à 7, 14 et 28 jours de durcissement en atmosphère humide. La valeur de la contrainte de compression uniaxiale est la moyenne de 6 tests, et figurent également sur les tableaux l'écart type et la dispersion pour chaque configuration. Les paramètres pris en compte pour la composition des échantillons testés sont les fractions volumiques du renfort (0,5 – 1 – 1,5 – 2 et 2,5 %) et la taille des fibres (3 – 6 et 12 mm). Un échantillon sans fibres sert de référence.

Ces résultats se distinguent par une dispersion constamment rencontrée dans les matériaux granulaires testés en compression. Pour les 3 longueurs de fibres utilisées à différents dosages la dispersion est identique.

Il est à noter que la résistance en compression des composites pour toutes les teneurs en fibres enregistre une augmentation en fonction du temps. Ceci semble logique et ne peut être attribuée qu'à l'évolution de la résistance du ciment dans le temps.

### 2.- Influences de la longueur et des taux en fibres sur la résistance en compression

Les figures III-33, III-34 et III-35 représentent les résultats de la résistance en compression obtenus à 7, 14 et 28 jours respectivement. Au regard de ces résultats, nous constatons une diminution nette de la résistance en compression des échantillons fibrés par rapport à l'échantillon de référence. Cette diminution est enregistrée pour toutes les longueurs de fibres en fonction de l'augmentation du dosage volumique. Pour les longueurs 6 et 12 mm, la chute de résistance ne suit pas un caractère linéaire. Seule la fibre de longueur de 3 mm semble conduire à des mélanges moins hétérogènes, puisque la chute de résistance de compression est approximativement linéaire et ceci est visible à l'échéance de 28 jours de durcissement.

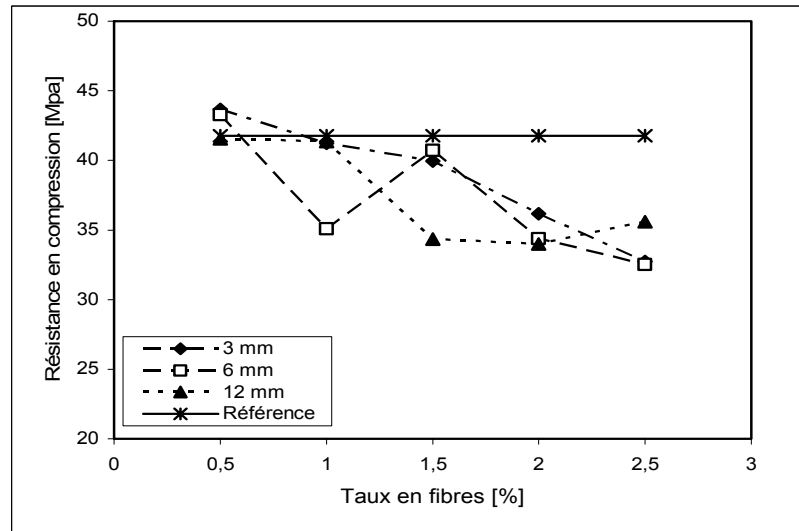


Fig. III-33: Evolution de la résistance en compression à 7 jours

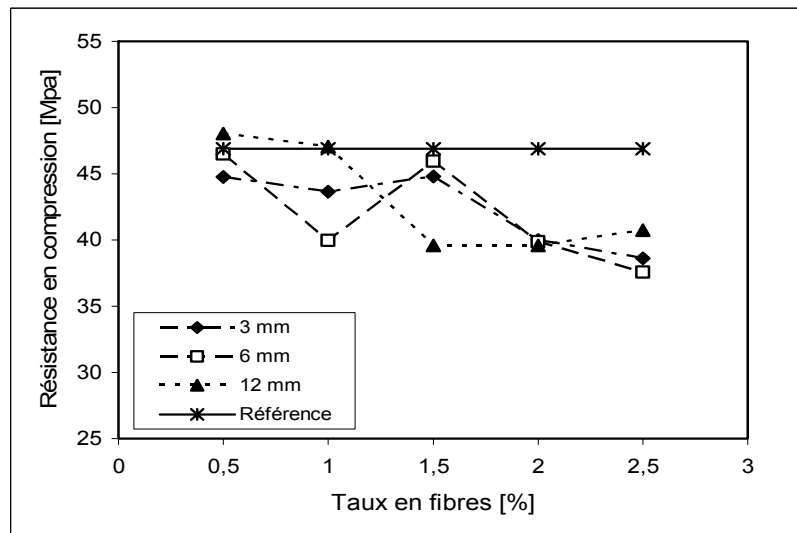


Fig. III-34: Evolution de la résistance en compression à 14 jours

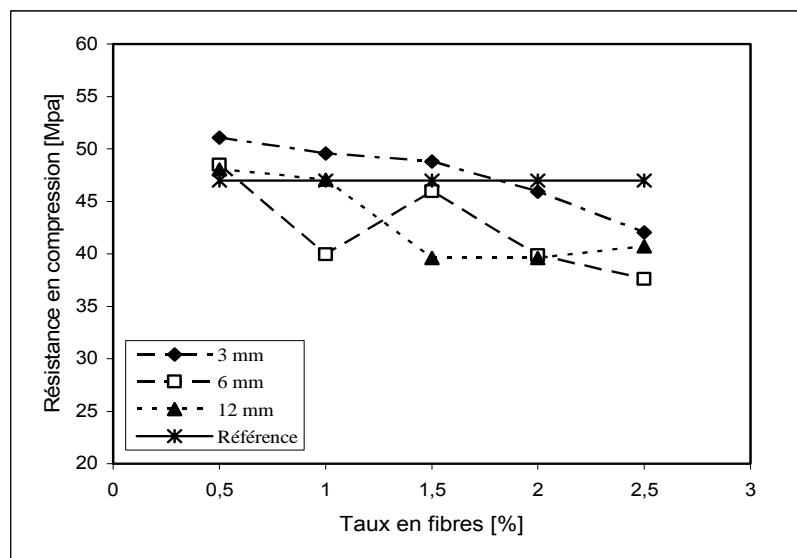


Fig. III- 35: Evolution de la résistance en compression à 28 jours

Bien que la dispersion des résultats soit moins importante que celle obtenue pour les essais de flexion, l'incorporation de fibres de verre n'apporte pas d'amélioration sensible en compression à mesure que la taille et la quantité des fibres augmentent comme l'illustrent ces figures. Ces résultats vont à contre sens de ce que présente Mimoune [123] dans ces travaux. Pour ses essais de compression, il enregistre une augmentation de la résistance en compression en fonction de l'évolution de la taille et le dosage des fibres. Il faut noter que la matrice qui a été employée est une matrice argileuse et le procédé de mise en œuvre est différent de celui employé dans le présent travail.

A l'inverse de la résistance en flexion, les CCV à fibres longues enregistrent le plus de chute de résistance par rapport au matériau de référence (0% de fibres) à cause de la concentration des fibres en faisceaux qui rendent la matrice moins compacte. Celle-ci montre une structure poreuse comme le montrent les observations faites sur des échantillons au microscope électronique à balayage (figure III-36). La multiplication de vides poreux entraîne une chute de la masse volumique avec l'augmentation de la teneur en fibres comme l'illustre la figure III-37. Sur cette dernière, on constate clairement que la longueur de fibre de 3 mm donne des matériaux plus compacts que ceux renforcés par les longueurs de 6 et de 12 mm. On dénote également que la diminution de la masse volumique pour la longueur de fibre 3 mm suit approximativement une linéarité et pas pour les autres longueurs. Ce cas a été aussi constaté pour les résistances en compression.



Fig. III-36: Photo prise au MEB montrant les fibres qui sont restées en faisceaux

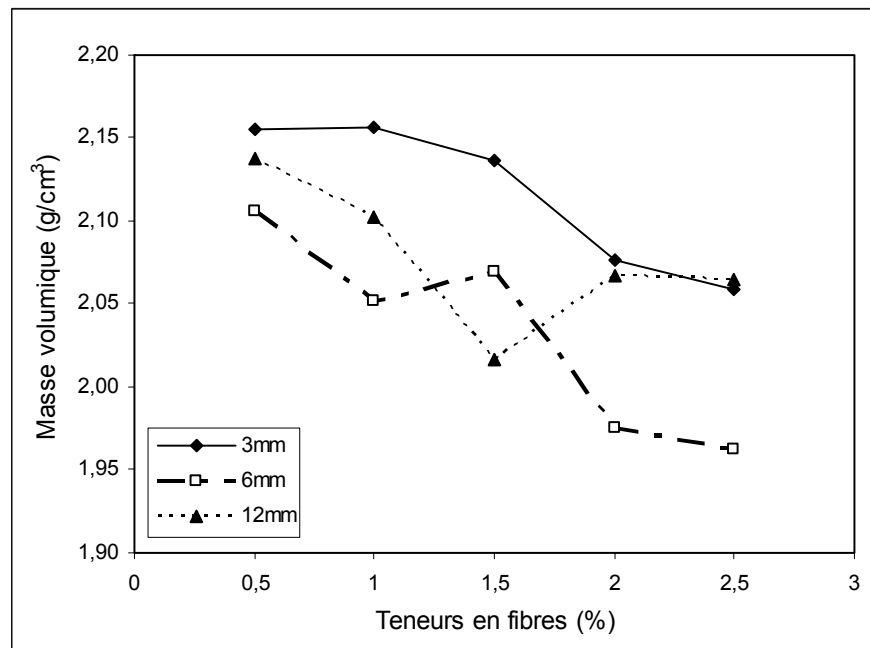


Fig:III-37: Evolution de la masse volumique en fonction des dosages et longueurs des fibres ( à échéance de 28 jours de durcissement).

L'intérêt principal de l'ajout de fibres de verre est bien évidemment le gain de résistance en flexion. Ceci est clairement mis en évidence par la figure III-38 qui représente l'évolution du rapport de la résistance en flexion à la résistance en compression ( $R_f/R_c$ ) en fonction de la teneur en fibres et ceci pour les 3 longueurs de 3, 6 et 12 mm. Les fibres les plus longues sont les plus efficaces.

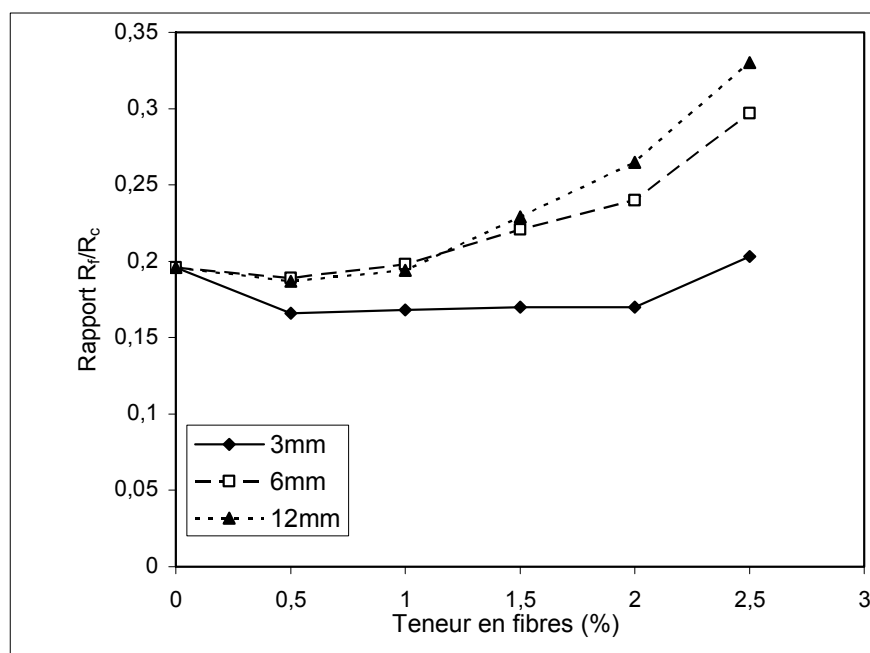


Fig. III-38: Rapport de la résistance en flexion à la résistance en compression

### **3.- Conclusion**

Les résistances en compression ont tendance à diminuer. Cette conséquence est directement liée à la compacité des composites qui diminue avec l'augmentation de la longueur et le dosage volumique des fibres.

Les fibres courtes sont moins néfastes que celles longues dans la chute de résistance en compression et c'est aussi valable pour la compacité.

## 5- APPROCHE PROBABILISTE

### 1.- Introduction

La rupture des éprouvettes est contrôlée par la distribution des défauts dans le volume liée au procédé d'élaboration, aux valeurs caractéristiques des matériaux utilisés, etc..... Cet ensemble de paramètres présente un caractère aléatoire. La statistique de Weibull, qui s'intègre dans la théorie du maillon le plus faible, rend bien compte de la distribution de ces défauts.

La démarche entreprise dans cette étude, consiste à tester un ensemble d'échantillons en analysant la dispersion et l'attribuer à la présence d'une catégorie de défauts. Pour ce faire, une série de 45 éprouvettes 4x4x16 cm<sup>3</sup> de même composition ont été testées jusqu'à rupture en flexion 4 points après 28 jours de durcissement.

### 2.- Analyse statistique des résultats

Les contraintes à rupture obtenues pour un même type de fibre (longueur 12 mm et un dosage de 2%) sont classées par ordre croissant et une probabilité de rupture [ $P(i)$ ] est associée (tableau III-4), s'exprimant en fonction du rang ( $i$ ) et du nombre total d'échantillons ( $N$ ) suivant la relation :

$$P(i) = \frac{i}{N+1}$$

Le choix de cette relation est dicté par sa large utilisation par les estimateurs pour les traitements statistiques.

Au regard des valeurs exposées dans le tableau précédent, les résultats de contrainte de rupture présentent une grande dispersion. Ces données prouvent bien la nécessité d'une analyse statistique de la rupture car la résistance des composites ciment- verre ne peut pas être définie de manière déterministe. Le tableau III-5 récapitule les valeurs limites de contrainte de rupture et les dispersions.

Tableau III-4 : Valeurs des contraintes de rupture et la probabilité de rupture des 45 échantillons.

	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
$\sigma_{(i)}$	8,81	9,09	9,28	9,47	9,56	10,13	10,41	10,5	10,88	10,88
$P_{(i)}$	0,022	0,043	0,065	0,087	0,109	0,130	0,152	0,174	0,196	0,217
	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
$\sigma_{(i)}$	10,88	10,97	11,06	11,06	11,16	11,25	11,25	11,25	11,63	11,63
$P_{(i)}$	0,239	0,261	0,283	0,304	0,326	0,348	0,370	0,391	0,413	0,435
	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
$\sigma_{(i)}$	11,72	11,81	11,81	11,91	12	12,09	12,19	12,19	12,38	12,38
$P_{(i)}$	0,457	0,478	0,500	0,522	0,543	0,565	0,587	0,609	0,630	0,652
	<b>31</b>	<b>32</b>	<b>33</b>	<b>34</b>	<b>35</b>	<b>36</b>	<b>37</b>	<b>38</b>	<b>39</b>	<b>40</b>
$\sigma_{(i)}$	12,56	12,56	12,56	12,56	12,66	12,75	12,94	12,94	13,13	13,31
$P_{(i)}$	0,674	0,696	0,717	0,739	0,761	0,783	0,804	0,826	0,848	0,870
	<b>41</b>	<b>42</b>	<b>43</b>	<b>44</b>	<b>45</b>					
$\sigma_{(i)}$	13,5	13,88	14,16	14,25	14,25					
$P_{(i)}$	0,891	0,913	0,935	0,957	0,978					

Tableau III-5 : Valeurs limites de contrainte de rupture et des dispersions

	Valeurs
$\sigma$ min	8,81 Mpa
$\sigma$ moy	11,77 Mpa
$\sigma$ max	14,25 Mpa
écart type	1,36 Mpa
la dispersion	11,55 %
le mode (4 valeurs)	12,56 Mpa

La figure III-39 montre une superposition de deux formes de représentation de la fréquence d'observation de la taille d'échantillon. L'une en forme d'histogramme et l'autre de la forme d'une fonction continue suivant la loi de Gauss. La fonction de distribution de probabilité dont la répartition obéit à une loi normale a été validée par les tests suivants :

- test de Henry : avec un coefficient de corrélation  $R=0,981$ .
- test de Khidex ( $\chi^2$ ) = 11,32 (valeur de la table 14,07 pour  $n=7$ )

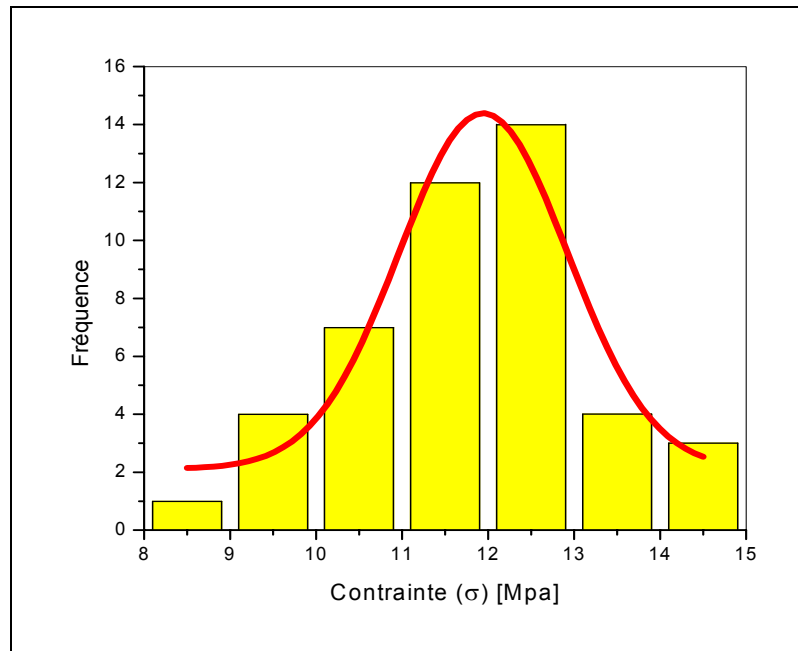


Fig: III-39: Fréquence d'observation de la taille d'échantillon suivant la loi de Gauss

### 3.- Application du modèle de Weibull

La figure III-40 montre les valeurs de la probabilité de rupture cumulative en fonction de la contrainte de rupture. Sur la courbe des valeurs expérimentales se dégagent deux catégories de défauts. La courbe théorique du modèle de Weibull s'avère être correctement lissée dans la fourchette des valeurs de contrainte entre 11,5 et 12,5 Mpa et un changement de pente des valeurs expérimentales est observé pour les valeurs inférieures à 11,5 Mpa. La rupture provoquée par la première catégorie de fourchette des valeurs est gouvernée par une même famille de défauts et la deuxième catégorie pourrait être attribuée à une autre famille de défauts.

La linéarisation du modèle de Weibull sous la forme :

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - Pf(\sigma)} \right) \right] = m (\ln \sigma - \ln \sigma_0)$$

permet de trouver les paramètres  $m$  : qui représente la dispersion et  $\sigma_0$  : paramètre d'échelle. L'ajustement des valeurs expérimentales a été réalisé par la méthode des moindres carrés.

La figure III-41 présente une forme linéarisée de la probabilité de rupture des échantillons. La variation de  $\ln(-\ln(1-P_f))$  en fonction de  $\ln(\sigma)$  varie de manière linéaire avec un coefficient de corrélation de 0,99. Cette dernière reflète bien la présence d'une même catégorie de défauts ayant entraîné la rupture du composite dans la fourchette des contraintes comprise entre 11,5 et 12,5 Mpa qui représente 35% de toutes les valeurs

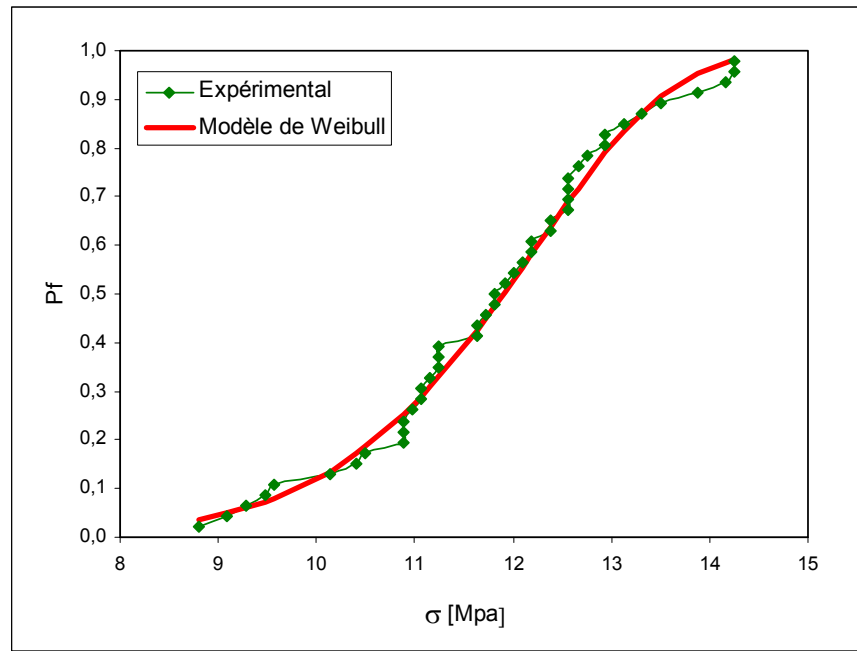


Fig. III-40 : Probabilité de rupture cumulative en fonction de la contrainte de rupture

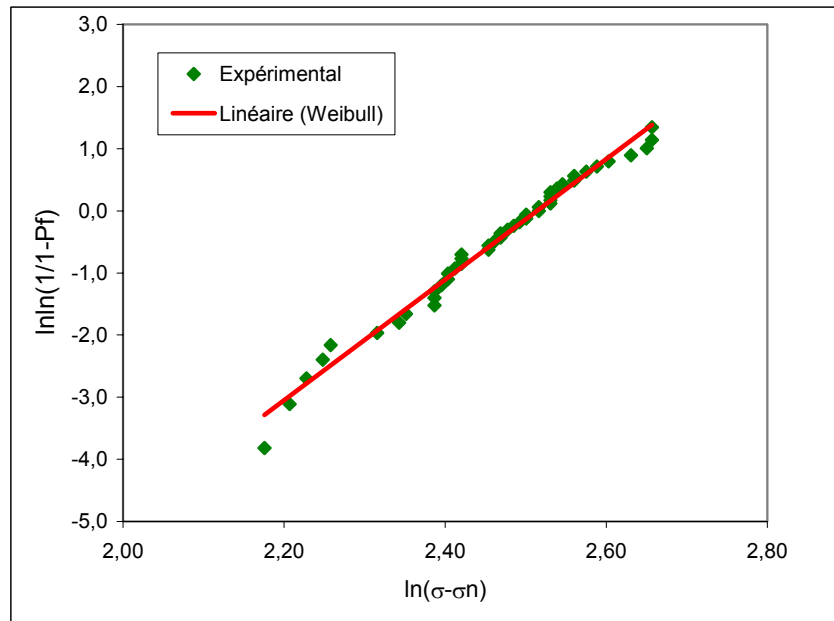


Fig. III-41 : Probabilité de rupture des échantillons en fonction de la contrainte appliquée. Forme linéarisée d'après l'équation 21 (chapitre I).

obtenues. La pente de la droite régression représente le module de Weibull [ $m=9,71$ ] et l'intersection avec l'axe des X représente le paramètre d'échelle [ $\sigma_0=12,36$  Mpa] sous la forme [ $\ln\sigma_0$ ]. Ce paramètre peut être aussi quantifier comme étant la contrainte de rupture obtenue à la probabilité de rupture de 0,632. La valeur du module de Weibull obtenue se

situe dans la gamme des valeurs trouvées pour les matériaux composites [56, 124, 125], mais elle est considérée cependant comme une valeur appartenant à un matériau fragile à faible module de Weibull ( $m < 20$ ). A titre comparatif avec les paramètres trouvés, le tableau III-7 regroupe les différentes valeurs relevées dans la littérature du module de Weibull et du paramètre d'échelle.

Tableau III-6 : Paramètres de Weibull relevés dans la littérature [56, 124, 125].

<b>m</b>	<b><math>\sigma_0</math> [Mpa]</b>	<b>Matériaux</b>
9,71	12,36	CCV (le présent travail)
5,62	4205 (fibres)	Carbone/epoxy
5,5 – 9,4	3,9 – 4,4	Microbéton
8,73 – 11,6	2000 – 2770 (fibres)	Faisceaux de fibres de verre A.R conservés dans des solutions alcalines
6,27 – 8,14	1700 – 2100 (fibres)	Composite glass fiber/epoxy

#### 4.- Influence des paramètres de forme et d'échelle

Pour une distribution Gaussienne, la description des défauts se base sur la valeur moyenne et l'écart type, qui sont deux paramètres indépendants. Avec l'approche statistique de Weibull, la rupture est décrite en terme d'homogénéité et de sévérité des défauts et les paramètres de Weibull ont une interprétation cinétique.

Wagner [126] dans ses travaux est arrivé à la conclusion que le module de Weibull  $m$  seul ne peut pas être considéré comme représentatif des propriétés des matériaux et ce constat est mis en évidence par la figure III-42. Sur cette dernière est représentée les courbes de la densité de probabilité théorique de Weibull pour différentes valeurs des facteurs de forme et d'échelle correspondant aux valeurs expérimentales obtenues. L'influence de  $m$  est similaire pour les deux valeurs différentes de  $\sigma_0$ . Des valeurs croissantes de  $m$  font converger la fonction  $P_f(\sigma)$  vers une fonction créneau pour laquelle toutes les éprouvettes cassent à une valeur de contrainte donnée. Inversement, la décroissance de  $m$  conduit à des fonctions de plus en plus étalées, c'est-à-dire à des dispersions plus importantes des résultats.

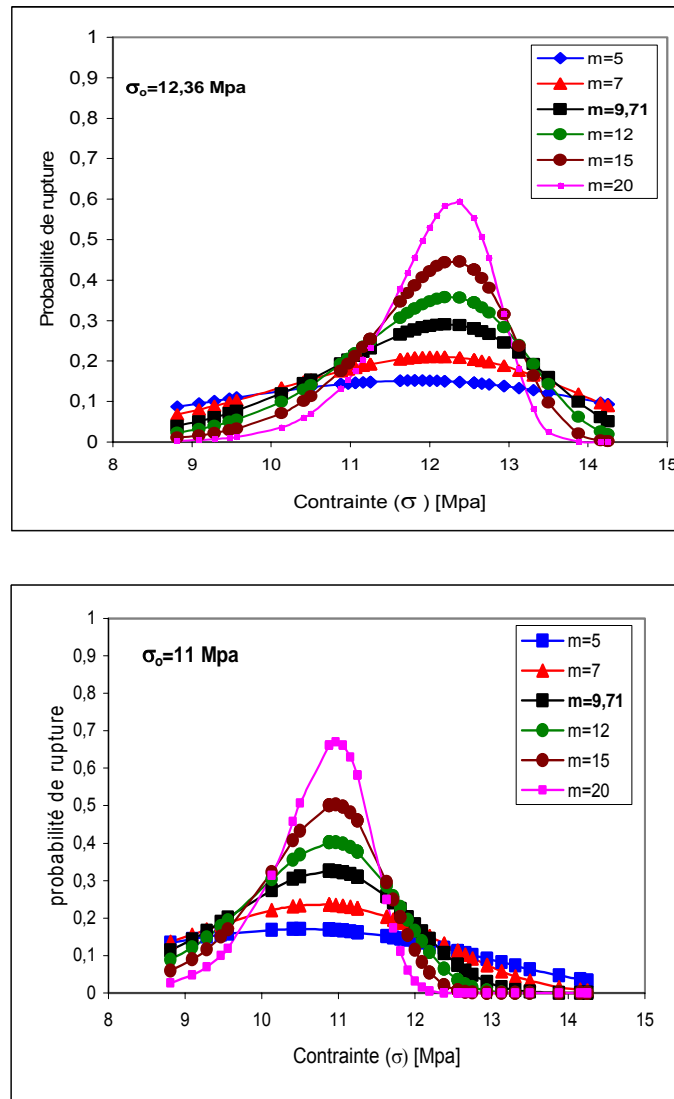


Fig. III-42 : Distribution de la densité théorique de Weibull en utilisant les valeurs expérimentales

La figure III-43 représente l'influence de la variation du paramètre d'échelle sur la distribution. D'ordre général, l'amplitude de la probabilité de rupture diminue lorsque le paramètre d'échelle augmente. Avec la diminution du paramètre de forme, le facteur d'échelle est représentatif du facteur de concentration de contrainte de la distribution lorsque celui-ci augmente. Le module de Weibull est plutôt représentatif de l'homogénéité de la distribution. Lorsque  $m$  est constant, l'augmentation du facteur d'échelle représente une diminution de l'homogénéité de la distribution. Ainsi, les facteurs de forme et d'échelle sont tous les deux liés à l'homogénéité et la sévérité. Par application de la densité de probabilité théorique de Weibull sur nos valeurs expérimentales, le paramètre de forme ( $m$ ) est représentatif de l'homogénéité et le paramètre d'échelle ( $\sigma_0$ ) de la sévérité de la distribution.

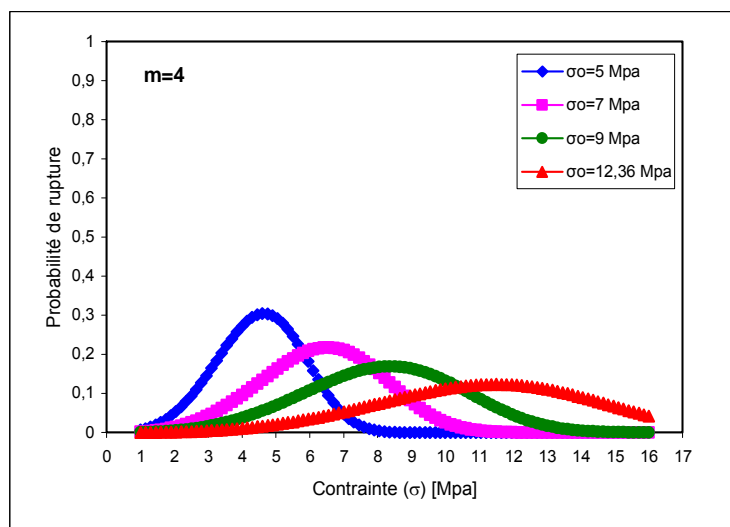
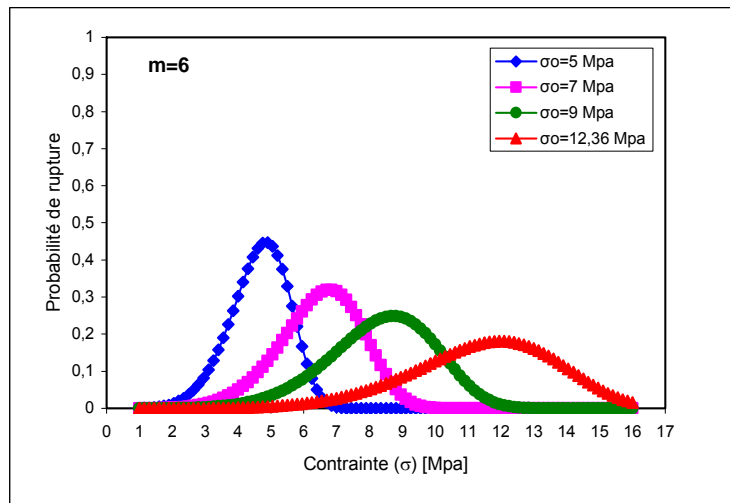
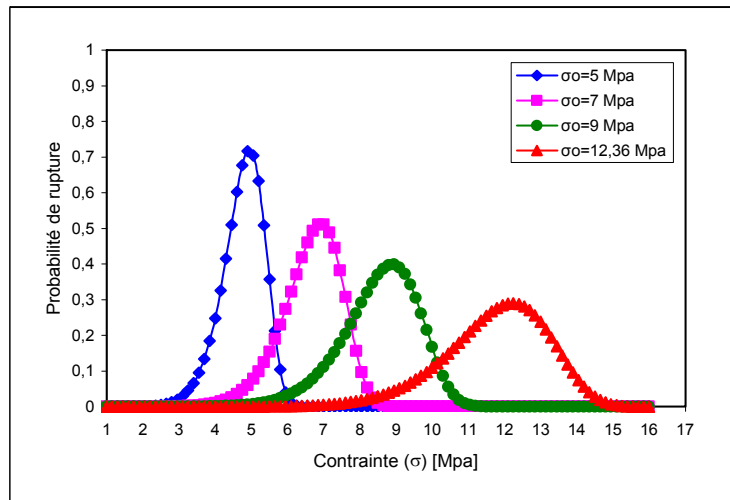


Fig. III-43: Représentation de la densité de probabilité théorique de Weibull pour différentes valeurs des facteurs de forme et d'échelle.

## **5.- Conclusion**

- Une analyse de la dispersion par la loi normale (loi de Gauss) est insuffisante comme critère pour une description des défauts. Les statistiques de Weibull permettent de mieux cerner les défauts.
- L'approche probabiliste de Weibull permet de décrire la distribution des défauts, mais n'apporte aucune indication quant aux dimensions et formes de ces défauts.
- D'autres investigations sont indispensables pour mieux localiser les défauts (au niveau de la matrice, dans les renforts ou à l'interface fibre-matrice). Leur densité à cœur et à la peau des éprouvettes est différente.
- Le module de Weibull seul n'est pas représentatif. Les paramètres de forme et d'échelle sont liés entre eux, cependant l'un est prépondérant sur l'autre.

## 6- COMPORTEMENT EN FATIGUE

### 1.- Définition de la procédure de chargement

Des essais préliminaires ont été conduits pour le choix des paramètres de chargement en tenant compte de la performance de la machine et beaucoup plus du caractère fragile du matériau testé. La sollicitation de chargement utilisée est à contrainte imposée (effort imposé). Ce choix par rapport à un déplacement imposé est dicté par la facilité de la définition des seuils de chargement directement sur la boucle d'asservissement de l'effort appliqué. Un déplacement imposé nécessite un capteur externe et son placement est rendu complexe par l'utilisation d'un bâti adapté pour un essai de flexion 3 points via un essai de traction. La sollicitation assymétrique ondulée est définie par le rapport  $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$  pris égal à 0,16 et conservé constant pour tous les niveaux de chargement. La valeur de  $\sigma_{\min}$  correspond à 10% de la contrainte statique et  $\sigma_{\max}$  correspond à 70% de la valeur obtenue en chargement statique. Le choix de ces deux limites est d'avoir une amplitude de cyclage importante. L'effort de rupture pour le chargement statique pour l'éprouvette de référence est de 5 KN.

La fréquence utilisée est de 1 Hz. Cette valeur a été adoptée en tenant compte de la fragilité du matériau. En effet, il est à signaler que des essais de mise au point à des fréquences supérieures à 1 Hz ont provoqué la rupture au premier cycle. Cette fréquence reste cependant bien inférieure aux valeurs couramment employées pour de faibles niveaux de chargement. Pour chaque niveau de chargement on procède au changement de la vitesse de chargement (vitesse de la traverse) pour le maintien de la même fréquence de 1 Hz.

Pour la conduite des essais cycliques, la procédure de chargement est la suivante : On procède à un premier chargement statique jusqu'à imposer une contrainte de traction par flexion correspondant à  $\sigma_{\max}$  de la valeur du chargement statique. Puis on procède au déchargement statique de l'éprouvette jusqu'à  $\sigma_{\min}$ . A partir de cet instant commence le cyclage entre  $\sigma_{\min}$  et  $\sigma_{\max}$  comme amplitude jusqu'à rupture. Trois éprouvettes ont été

testées par niveau de chargement. La figure III-44 montre un exemple de signal de cyclage entre les valeurs  $\sigma_{\min}$  et  $\sigma_{\max}$  sous forme de boucles d'hystérésis en fonction du déplacement de la traverse de la machine.

Les essais cycliques ont été menés sur 3 types d'échantillons (à 0% de fibres et à 0.5 et 1.5% de fibres) à des taux de chargement de 70, 60, 50, 40 et 30% de la charge statique.

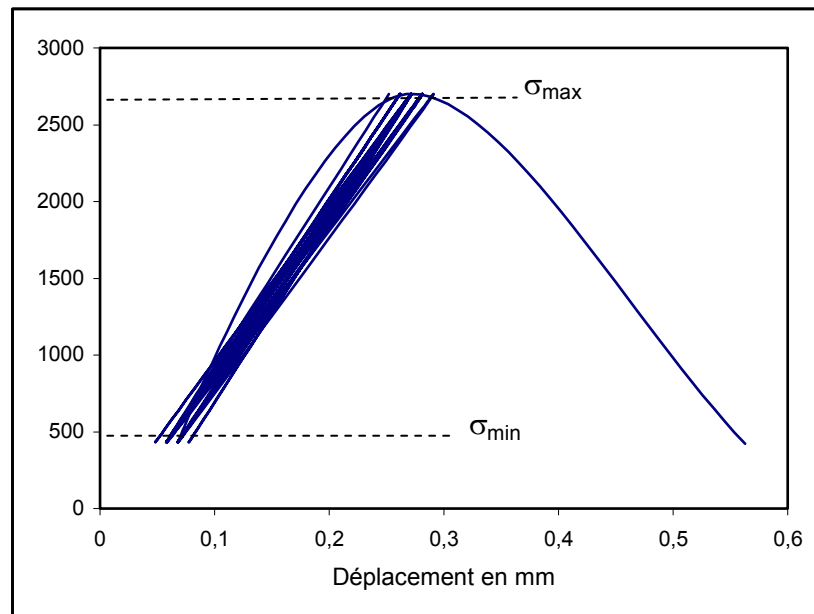


Fig. III-44: Exemple de boucles d'hystérésis obtenues par un cyclage entre  $\sigma_{\min}$  et  $\sigma_{\max}$

## 2.- Relation entre le taux de chargement et le nombre de cycles à rupture

Le tableau III-7 regroupe le nombre de cycles à rupture des 3 types d'échantillons testés en fonction du taux de chargement de 30 à 70% de la charge statique. A première vue, les résultats obtenus se caractérisent par une forte dispersion comme cela a été souligné dans la revue bibliographique [75]. Les échantillons testés à un niveau de charge à 50% et plus, se sont rompus sous un nombre de cycles très faible. Les raisons en sont que, probablement ce niveau de charge correspond au domaine de comportement non linéaire de l'éprouvette, c'est-à-dire le domaine fissuré (microfissuration non visible à l'œil) et aussi à l'amplitude de contrainte plus importante, ce qui donnera une vitesse d'endommagement plus rapide. A ce stade les fibres ne semblent pas intervenir. Ce qui semble probable, passé un certain taux de chargement, la sollicitation cyclique détériore très fortement l'interface fibre-matrice comme a été rapporté dans la bibliographie [82].

Tableau III-7 : Nombre de cycles de chargement jusqu'à rupture

Echantillons	Niveau de chargement en %				
	70	60	50	40	30
<b>Référence</b>	2	10	115	824	15958
	2	23	87	1303	18000
	3	21	1145	51	9017
<b>0,5% de fibres</b>	1	21	272	1141	5880
	8	7	434	6150	10200
	3	3	2117	5457	13770
<b>1,5% de fibres</b>	4	3	565	20650	89040
	2	17870	15359	32558	96584
	2	4249	22300	45125	104001

Les résultats des essais de fatigue sont traduits sur la courbe de Wöhler illustrée par la figure III-43 qui montre la variation de la durée de vie avec le niveau de chargement pour le béton témoin et pour 2 taux de fibres : 0,5 % et 1,5 %. Nous nous limiterons dans cette analyse à une description qualitative des résultats des essais de fatigue endurance.

Comme il apparaît sur la figure III-45, les résultats très dispersés empêchent toute prévision de la durée de vie avec une bonne probabilité. Cette dispersion dans les matériaux composites à fibres courtes orientés au hasard et à matrice cimentaire est un des aspects physiques du phénomène de fatigue qui est devenue un fait acceptable et qui est considérée comme une caractéristique de ces matériaux liée à leur nature hétérogène. Les échantillons ont rarement des caractéristiques comparables : composition, granulométrie, taux, géométrie et orientation des fibres, distribution des défauts, porosité...

En outre il faut signaler que tous les événements précédant la rupture en fatigue dépendent d'une série de processus aléatoires dont la conjugaison se traduit par une importante dispersion dans les résultats de durée de vie entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement et sollicitées dans les mêmes conditions. L'analyse devient compliquée aussi par la présence de divers types de dommage qui se développent lors d'un essai de fatigue par flexion. D'autre part l'absence d'une définition claire d'un critère de rupture en fatigue reste l'une des sources majeures des dispersions observées dans les résultats de durée de vie des CCV. Le critère adopté dans cette étude est la rupture complète de l'éprouvette.

L'augmentation de la teneur en fibres semble améliorer la capacité d'endurance du matériau. Toutefois dans la plage étudiée il ne semble pas apparaître un palier de limite d'endurance.

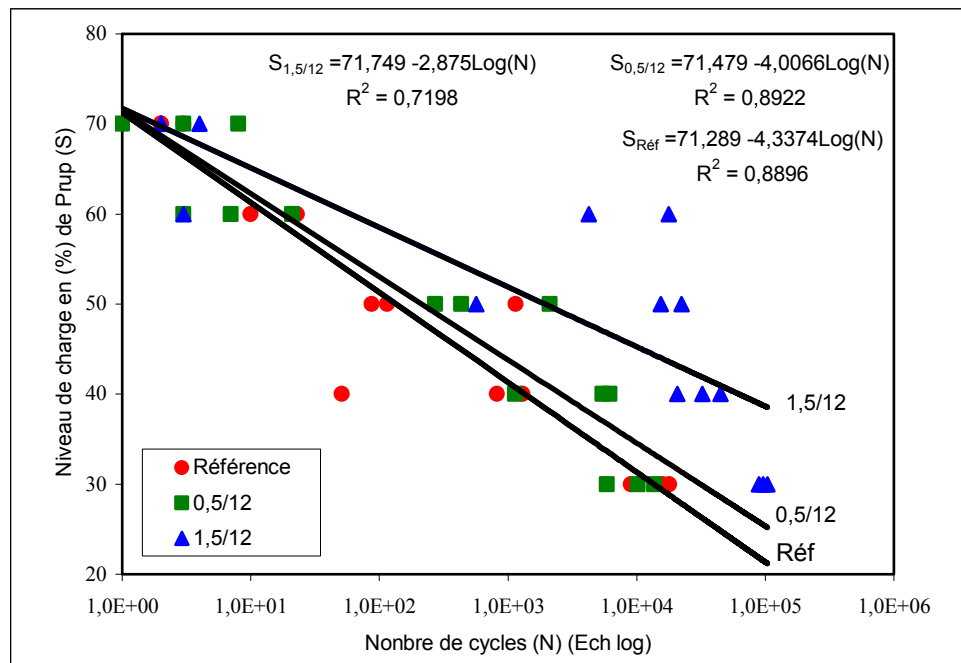


Fig. III-45: Courbes de Wholler

### 3.- Conclusion

- La dispersion des résultats est importante comme attendue
- Si les fibres semblent améliorer la capacité d'endurance du matériau, elles aggravent néanmoins l'hétérogénéité des composites ce qui a donné une dispersion beaucoup plus importante pour les échantillons les plus fibrés.
- Le faible nombre d'échantillons testés ne permet pas d'établir un critère clair de rupture par fatigue et empêche aussi d'avoir des informations pertinentes sur le composite ciment-verre.
- Le taux de chargement n'est pas un paramètre suffisant pour analyser la probabilité de rupture des CCV. A contrainte imposée impliquera une amplitude de contrainte importante, ce qui signifie à vitesse d'endommagement rapide ce qui pourrait nuire à l'état de l'interface fibre-matrice. Cela n'impliquera pas pour autant une évolution rapide de la flèche qui reste elle aussi un facteur prédominant pour la rupture.

## **CHAPITRE IV**

# **DURABILITE DES FIBRES**

# 1- DURABILITE DES FIBRES

## 1.- Introduction

Les fibres de verre sont le siège de dégradation à long terme. Celle-ci est issue de la composition de la matrice qui est de nature alcaline. Plusieurs voies d'améliorations sont utilisées pour la pérennité de ces renforts. Ces améliorations constituent un sujet d'actualité dans plusieurs laboratoires de recherches principalement du Royaume Uni, comme le font constater de récentes recherches [102, 104, 108, 109]. Notre contribution s'inscrit dans cette voie en utilisant une amélioration de la durabilité par le biais d'un emploi d'une matrice cimentaire peu alcaline (le ciment CEM II) à laquelle est ajoutée de la fumée de silice en très faible quantité. Il est à noter aussi que différents modes de conservation ont été utilisés pour voir leur influence sur la cinétique de dégradation des fibres. Un ciment plus alcalin (CEM I) a servi de comparaison.

## 2.- Cas d'utilisation du ciment CEM II 32,5 R

### 2.1- Formulation

Dans cette partie, le travail a été mené sur une nouvelle composition de la matrice. L'idée arrêtée vise à créer un milieu beaucoup plus agressif par un apport en ciment important en volume. L'ajout de fumée de silice est envisagé pour une série afin de réduire la présence de portlandite par effet pouzolanique. Le dosage de la fumée de silice est fonction de la quantité de ciment. Plus ce dernier est important en volume plus la fumée de silice aura une surface spécifique importante qui permettra de mieux protéger les fibres. Le taux de fumée de silice à ajouter est fixé à 3% et cette limite est conditionnée par l'utilisation du ciment CEM II contenant dans sa composition de base 24% en masse

de cendres volantes. Des essais préliminaires ont été réalisés pour optimiser le rapport Eau/Ciment et la teneur du fluidifiant. Les paramètres de formulation sont présentés au tableau IV-1. Le tableau IV-2 regroupe les désignations des échantillons liées aux compositions et aux modes de conservation des éprouvettes étudiés.

Tableau IV-1 : Composition des séries de mortiers utilisés (CEM II 32,5R)

Composition des échantillons préparés	Séries de mortiers		
	Ech1 Ref	Ech 2	Ech 3
Ciment/Sable	1	1	1
E/C	0,35	0,35	0,35
Fibres AR	0	2%	2%
Fumée de silice (%C)	0	0	3%
Fluidifiant (%C)	0	0	2%

Tableau IV-2 : Désignation des échantillons (CEM II 32,5R)

Echantillons	Taux de fibres (%)	Taux de fumée de silice (%)	Milieu de conservation
FSH2	2	-	Salle humide
FCA2	2	-	à l'Air libre
FSH3	2	3	Salle humide
FCA3	2	3	à l'Air libre
FSC2	2	-	Salle sèche
FSC3	2	3	Salle sèche

## 2.2- Evolution de la résistance en flexion

Les résultats des essais de flexion 4 points, obtenus sur des éprouvettes 4x4x16 cm<sup>3</sup> à l'âge de 7, 14, 28, 90, 180 et 360 jours et conservées dans les milieux : humide, à l'air libre et en salle sèche, sont rassemblés dans les tableaux en annexes 9, 10 et 11. La résistance en flexion pour chaque âge est calculée à partir de la moyenne de 6 mesures et appréciée également par l'écart type et la dispersion.

Les figures IV-1, IV-2 et IV-3 illustrent l'évolution de la résistance de flexion en fonction de l'âge de conservation et en tenant compte du mode de cure. A première vue, une chute de résistance en flexion dans le temps est présente, pour toutes les compositions de composites renforcés par des fibres et pour les trois milieux de conservation. L'analyse statistique de ces résultats donne une dispersion beaucoup plus importante pour les échantillons fibrés que pour l'échantillon de référence et cette constatation est relevée pour les 3 modes de conservation. Cette dispersion semble être liée à l'effet des fibres. Ces dernières favorisent l'obtention des matrices très hétérogènes par leurs répartitions aléatoires.

Une chute de résistance en flexion est observée d'une façon marquée entre 7 et 14 jours suivie d'un redressement (augmentation de la résistance) à 28 jours pour les séries

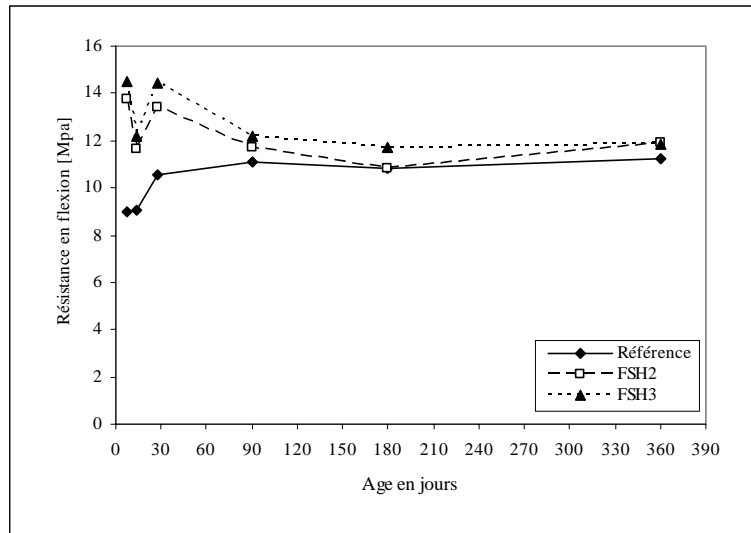


Fig. IV-1 : Evolution de la résistance en flexion en milieu humide

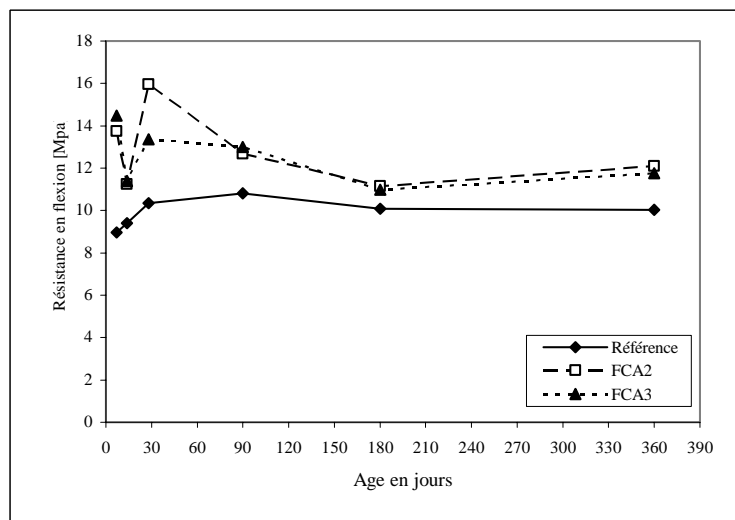


Fig. IV- 2 : Evolution de la résistance en flexion à l'air libre

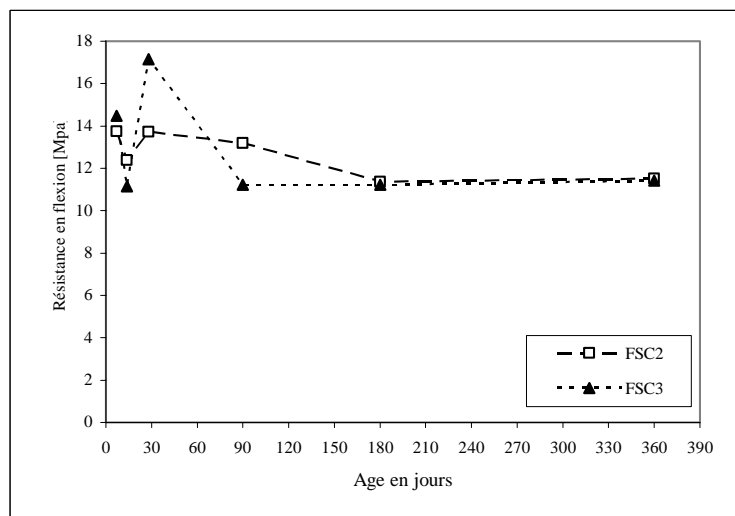


Fig. IV- 3 : Evolution de la résistance en flexion en salle sèche

fibrés et cela pour les trois conditions de conservations utilisées. Ce phénomène est probablement la conséquence de l'attaque alcaline du ciment qui s'est produite à la surface des faisceaux de fibres ou bien à l'adhérence fibre-matrice encore fragile. Le gain en résistance à 28 jours peut être attribué au phénomène de maturation de la matrice cimentaire. Par la suite la résistance en flexion diminue progressivement jusqu'à 90 jours de durcissement. La cause principale de la chute significative de résistance semble être la diffusion de l'hydroxyde de calcium, à travers les fibres comme le montre la photo de la figure IV-4. Celle-ci les dégrade localement (piquage) et sa cristallisation entre et autour des filaments de fibres de verre, les cimentant ensemble, empêche toute flexibilité des renforts lors d'une sollicitation. La surface de la fibre à l'origine lisse devient entaillée à la suite de l'hydroxylation ( $\text{OH}^-$ ) provenant de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  en présence d'un pH élevé. La croissance de la portlandite sous forme de lamelle très tranchante fragilise la section de la fibre lorsque celle-ci est chargée.

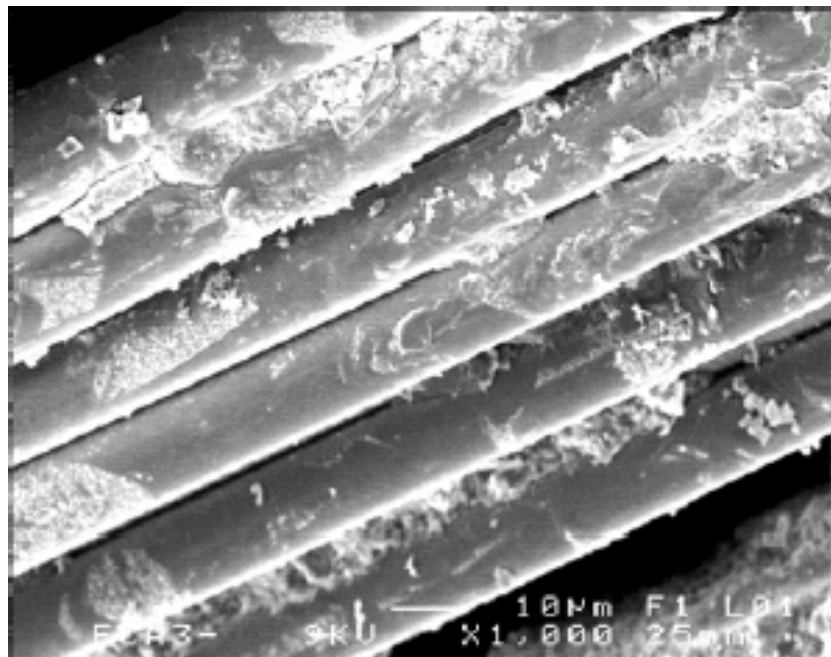


Fig. IV-4: Diffusion de l'hydroxyde de calcium entre les fibres

Pour les trois modes de conservations, la chute de résistance en flexion pour les spécimens fibrés est importante entre 28 et 90 jours. Au delà de 6 mois, la résistance en flexion semble se stabiliser et enregistre même une très légère amélioration. La dispersion des résultats est aussi importante entre 7 et 90 jours qu'entre 6 et 12 mois.

Les valeurs, de la résistance en flexion montrent que bien qu'il y ait d'importantes réductions en résistance des CCV après 1 an de durcissement, ces composites conservent toujours des performances en flexion plus élevées que celles obtenues avec l'échantillon de référence. Ce constat est d'autant plus marqué pour les échantillons conservés à l'air libre. Bien que l'addition de la fumée de silice soit très faible (3%), le composite présente des résistances en flexion plus élevées que lorsqu'elle est absente et ceci notamment dans un environnement humide. L'apport de la fumée de silice est bénéfique lorsque celle-ci protège les faisceaux de fibre de l'extérieur. Lorsque les particules de fumée de silice sont fines (dimensions  $< 0,1\mu\text{m}$ ), ces particules ont le pouvoir de pénétrer entre les filaments et réagir avec la portlandite en formant de nouveaux CSH plus dur ce qui serait plus préjudiciable pour les fibres.

La fumée de silice s'est manifestée tardivement après 6 mois de conservation comme le font constater les figures IV-5 et IV-6. Ces dernières illustrent l'évolution de la résistance en flexion des échantillons fibrés, sans et avec de la fumée de silice, en fonction des milieux de conservation.

Il ressort enfin que le gain en résistance au-delà de 6 mois de durcissement est probablement dû à la transformation de la portlandite en calcite qui s'accompagne d'une augmentation de volume cristallin d'où une réduction de la porosité de la pâte de ciment. Ceci ne peut que limiter la diffusion de l'hydroxyde de calcium dans les espaces inter fibres comme il a été rapporté par d'autres auteurs [112, 114].

En figure IV-7 est présenté le pH mesuré après un an de durcissement des échantillons à base de ciment CEM II. Celui-ci est réalisé sur des solutions diluées dont le rapport solide/eau est de 1/10. La température au cours de l'essai est de 20°C.

Au regard des résultats présentés sur cette figure, une conservation à l'air libre donne un pH inférieur à celui obtenu pour une conservation en milieu humide. L'apport de la fumée de silice diminue le pH de la matrice par un effet pouzzolanique sur la portlandite.

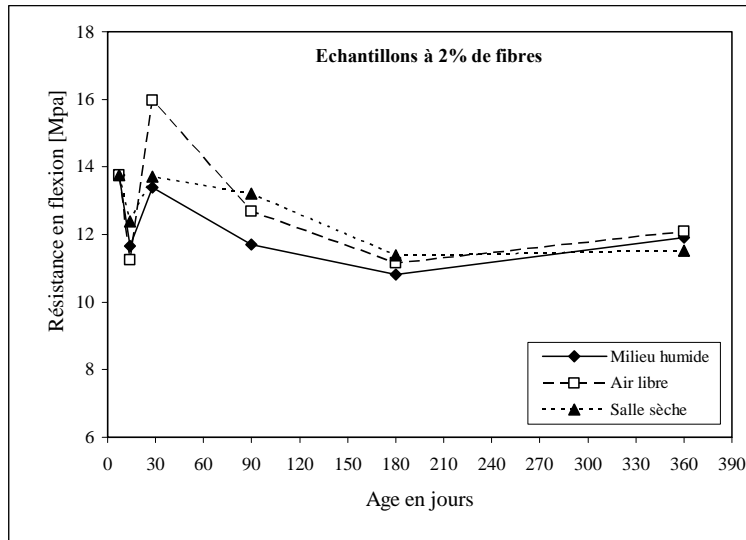


Fig. IV-5 : Evolution de la résistance en flexion en fonction des milieux de conservation

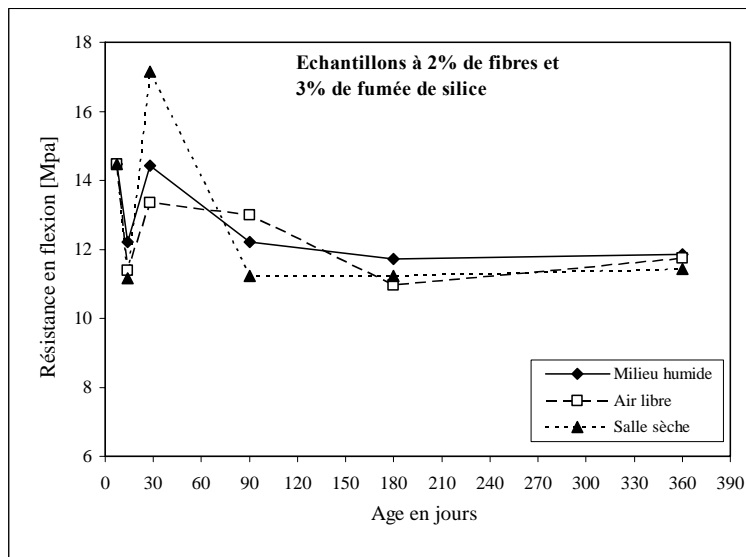


Fig. IV-6 : Evolution de la résistance en flexion en fonction des milieux de conservation

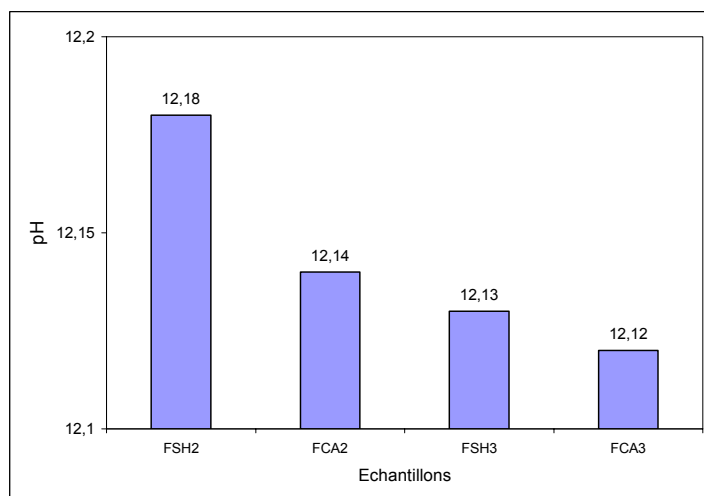


Fig. IV-7: pH des échantillons fibrés après 12 mois de durcissement

### 2.3- Evolution de la résistance en compression

Les figures IV-8, IV-9 et IV-10 montrent l'évolution de la résistance en compression dans le temps. Les résultats obtenus montrent que les CCV peuvent présenter des variations significatives de la résistance en compression à 7, 14, 28, 90, 180 et 360 jours. Le comportement est globalement similaire pour les trois séries de formulations quel soit le mode de conservation. Les résultats chiffrés de ces trois séries de formulations sont présentés dans le tableau (annexe 12).

A la différence de l'évolution de la résistance en flexion qui diminue dans le temps, celle de compression évolue vers un accroissement dans le temps pour toutes les séries d'échantillons testés. Pour les matériaux fibrés cette évolution positive est attribuée à l'évolution de la résistance du ciment en général et non à l'apport des fibres. Or, ces dernières sont connues plutôt pour réduire la résistance en compression à cause de la chute de compacité surtout lorsqu'elles sont dosées à des taux élevés.

Jusqu'à 3 mois de conservation, les spécimens fibrés donnent des valeurs de résistances supérieures par rapport à l'échantillon de référence. Par contre, après 6 mois de conservation cet échantillon de référence dépasse nettement les échantillons fibrés. Cet effet peut être attribué aux fibres et à la nature du ciment employé (CEM II). Avant 3 mois, la cinétique de durcissement du ciment est lente et ce sont les fibres qui sont mises en évidence (effet positif des fibres). Au-delà de cette échéance les dégradations des fibres commencent à se développer, et le ciment qui au départ a un durcissement lent évolue par effet pouzzolanique donnant ainsi la supériorité à l'échantillon non fibré sur ceux fibrés.

Une autre constatation mérite aussi d'être signalée et concerne l'échantillon avec la fumée de silice qui donne une résistance en compression inférieure aux autres échantillons et ceci à longue échéance. Par contre, à très court terme (inférieur à 28 jours) ce même matériau présente une résistance en compression plus élevée. Il est à noter que la composition des échantillons avec la fumée de silice contient 2% de fluidifiant pour servir de dispersant. Ce fluidifiant va disperser les grains de ciment et augmenter ainsi le rendement de l'hydratation ce qui explique le gain en résistance obtenu à 28 jours par rapport aux autres formulations. Cependant, cet effet positif contribue à la fois à trop fluidifier le mélange. Ainsi, l'eau excédentaire s'évapore en laissant des pores ce qui ne peut qu'affaiblir les caractéristiques mécaniques.

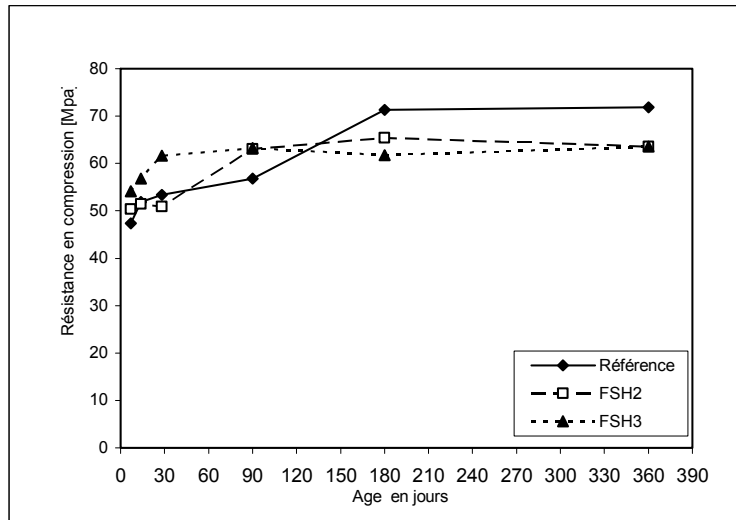


Fig. IV-8 : Evolution de la résistance en compression flexion en milieu humide

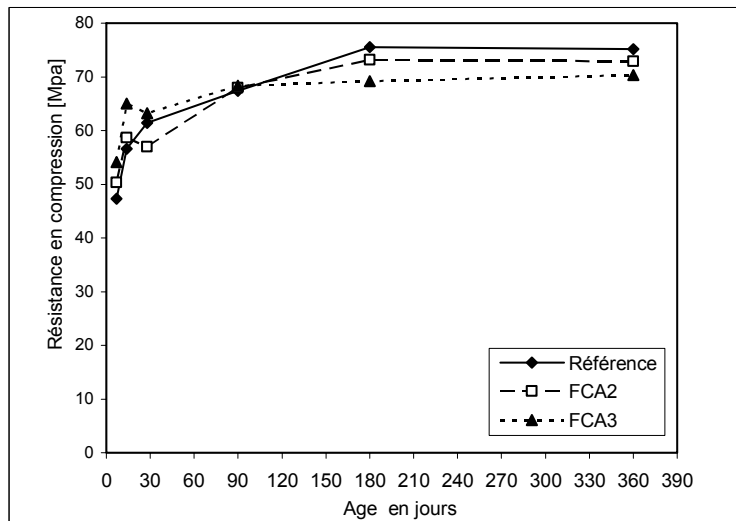


Fig. IV-9 : Evolution de la résistance en compression flexion à l'air libre

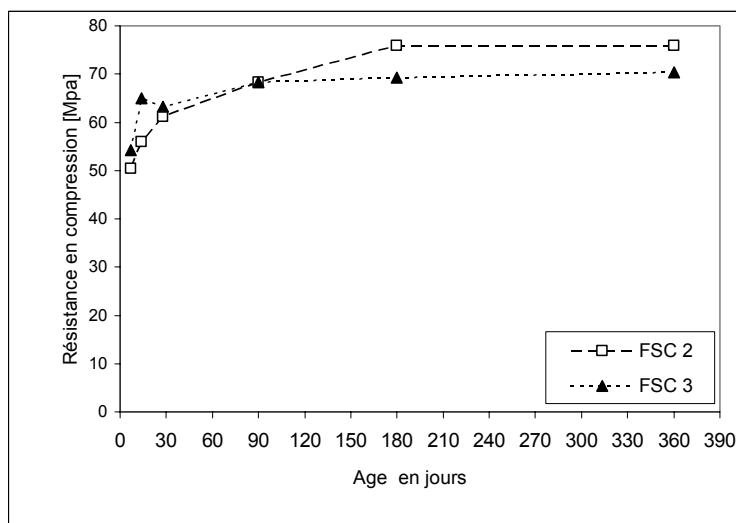


Fig. IV-10 : Evolution de la résistance en compression flexion en salle sèche

## 2.4- Analyses par diffraction X

L'analyse par diffraction X de ces quatre échantillons est reportée sur la figure IV-11. L'intensité des pics de diffraction de l'hydroxyde de calcium (portlandite) et de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) est mesurée par intégration (mesure de type pas à pas) et reportée sur le tableau IV-3. Pour chaque phase cristalline trois positions de pics de diffractions ont été choisies pour des mesures précises d'intensités et qui correspondent aux pics les plus intenses.

L'intensité des pics de diffraction de l'hydroxyde de calcium est plus faible pour les échantillons conservés à l'air libre que pour ceux conservés dans le milieu humide. Ceci est directement lié à la présence de l'eau dans la porosité des échantillons qui favorise le déplacement des ions  $\text{Ca}^{++}$  et ainsi favorise la croissance cristalline de la portlandite.

La comparaison des échantillons avec et sans fumée de silice confirme bien l'effet pouzzolanique escompté.

Le phénomène de carbonatation est présent dans toutes les conditions de conservations mais les écarts quantitatifs enregistrés entre les différents échantillons sont plus faibles que les écarts constatés avec la chaux. La transformation de la portlandite en calcite explique probablement le gain de résistance enregistré après 6 mois de durcissement. Cette transformation de portlandite en calcite baisse l'alcalinité de la matrice. Ceci est constaté par la diminution du pH dans la figure IV-7.

Tableau IV-3 : Intensités des pics de diffraction X de l'hydroxyde de calcium et la calcite.

	$2\theta$	d(Å)	Formulations			
			<b>FSH2</b>	<b>FSH3</b>	<b>FCA2</b>	<b>FCA3</b>
Hydroxyde de calcium [Ca(OH) <sub>2</sub> ]	18,08	4,90	995	504	603	171
	34,1	2,62	305	202	291	146
	47,13	1,93	125	103	114	62
Calcite [CaCO <sub>3</sub> ]	23,11	3,84	65	87	70	48
	29,45	3,02	542	728	639	517
	47,62	1,90	67	95	69	61

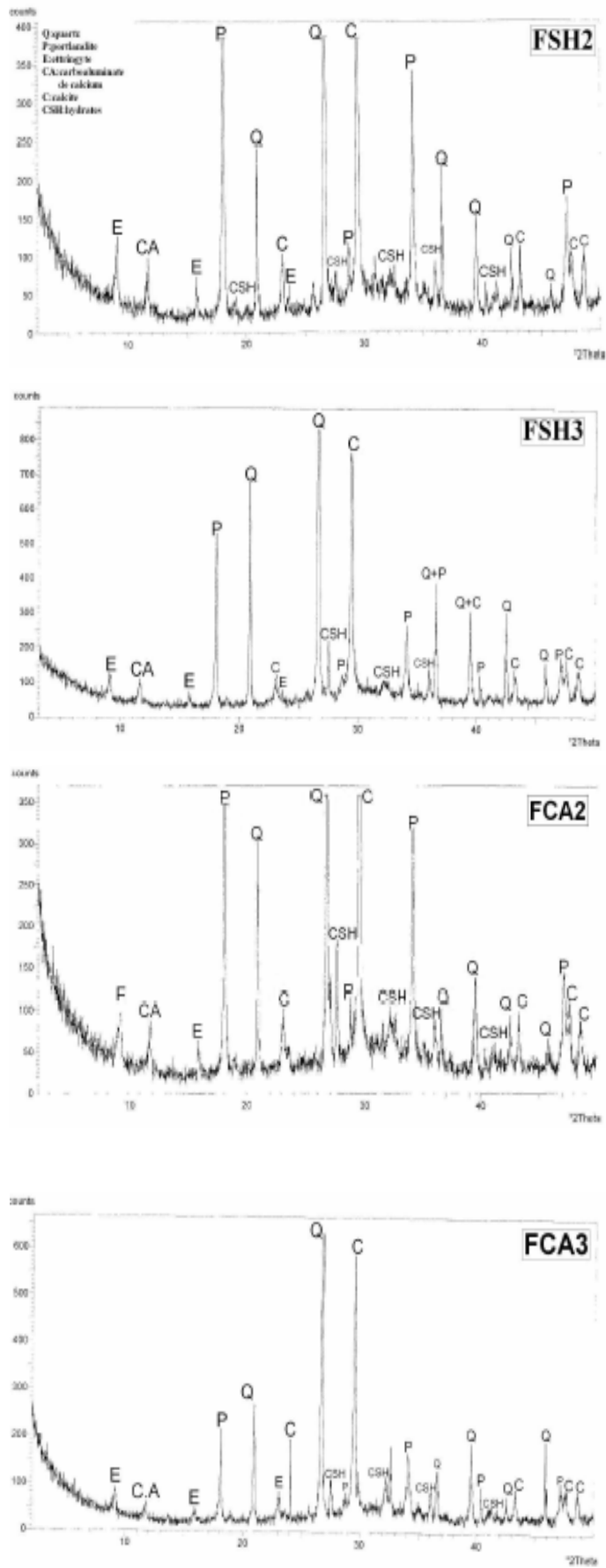


Fig. IV-11: Diagrammes de diffraction X des échantillons

## 2.5- Observations au Microscope électronique à balayage (MEB)

Toutes les observations présentées concernent les fibres de composites conservées dans les environnements : humide, à l'air libre et en salle sèche. Ces observations sont réalisées afin de visualiser l'évolution d'une dégradation éventuelle des fibres de verre pour les différentes compositions des échantillons placés dans différents modes de conservation et ceci après 3 mois et 1 année.

- Fibre AR

La photo de la figure IV-12 illustre l'aspect d'un filament de verre d'origine. Le filament avec sa forme cylindrique est intact. Seules quelques taches de quelques  $\mu\text{m}$  apparaissent probablement dues à l'ensimage.

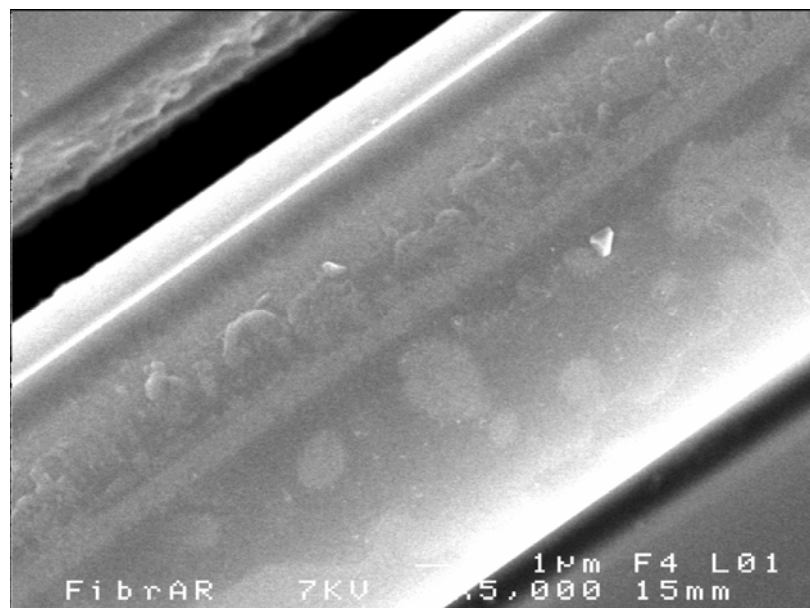


Fig. IV-12 : Fibre AR à l'état d'origine

- Fibres conservées dans un milieu humide

Après 3 mois de conservation en salle humide (figure IV-13), on relève nettement que la surface de la fibre n'est plus lisse et par endroit des dégradations locales (démangeaisons) sont visibles. Le processus d'attaque des fibres est déjà commencé et la corrosion semble encore superficielle. De petites granules d'hydrates sont visibles sur la surface de la fibre. D'autres se sont intercalées entre les filaments.

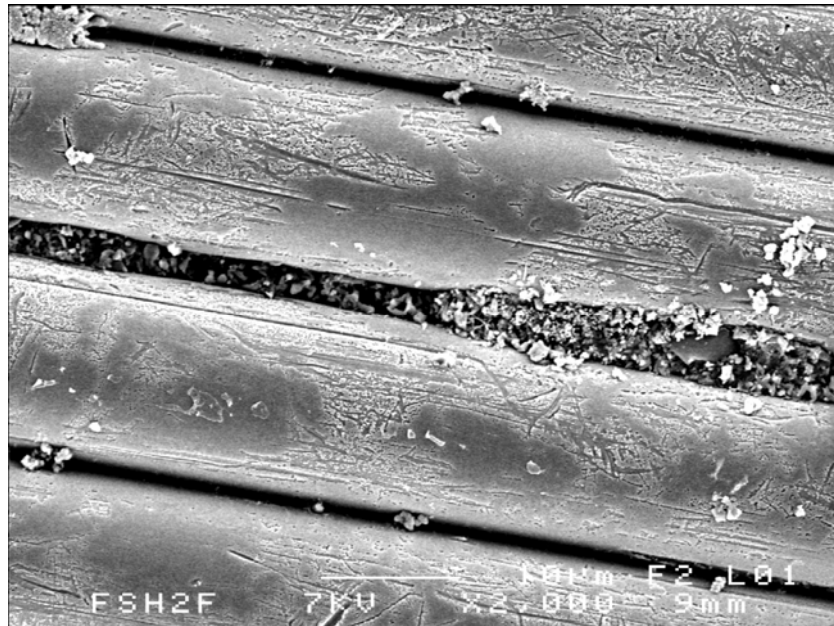


Fig. IV-13 : Photo de fibres conservées en salle humide pendant 3 mois

La figure IV-14 montre l'état de surface des fibres après un an de conservation. Sur une fibre la dégradation paraît s'intensifier en surface et en profondeur. On note sur cette photo un dépôt de cristaux de portlandite sur le corps des fibres. Le paquet de fibres non dispersées lors de la mise en œuvre montre nettement la fibre supérieure très corrodée au contact de la matrice et, au contraire, la fibre suivante (au dessous) a été protégée par ses voisines. Quelques piqûres sont visibles de par et d'autre du contact avec sa voisine.

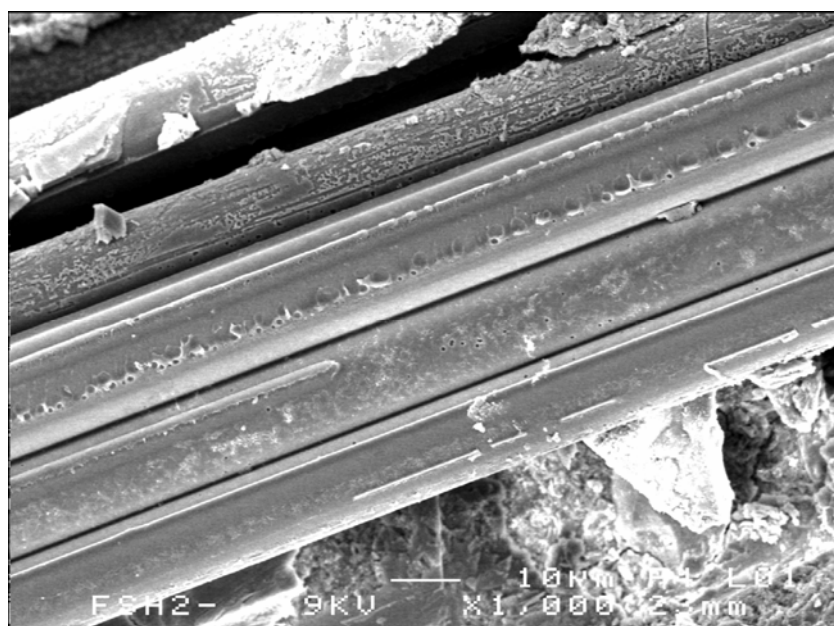


Fig. IV-14 : Photo de fibres conservées en salle humide pendant 1 an

Les photos présentées sur les figures IV-15 et IV-16 sont celles des fibres avec ajout de fumée de silice et conservées en milieu humide. Les dégradations sont présentes mais de façon superficielle et non homogène sur la photo prise après 3 mois de conservation. Sur celle observée après 1 an de conservation, les dégradations sont sous forme de piqûres moins nombreuses et disséminées.

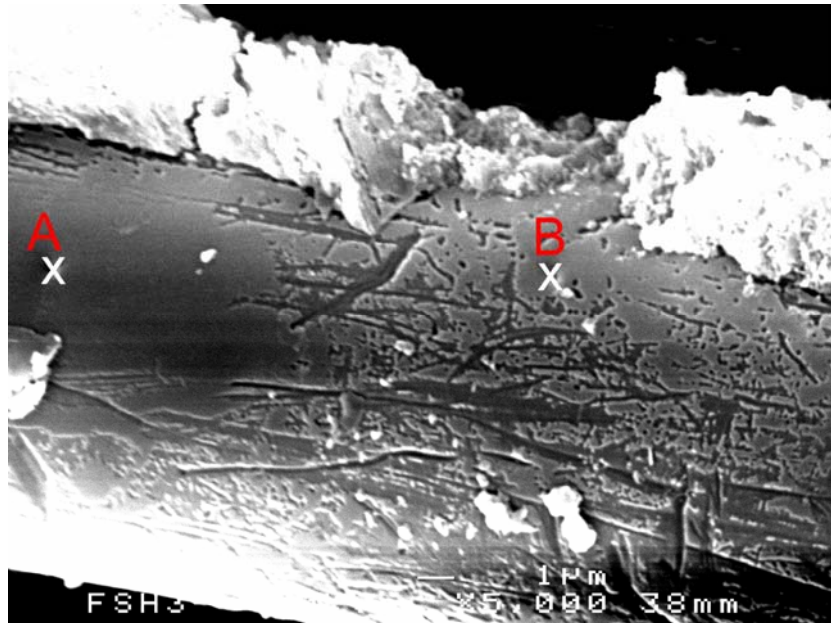


Fig. IV-15 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle humide durant 3 mois

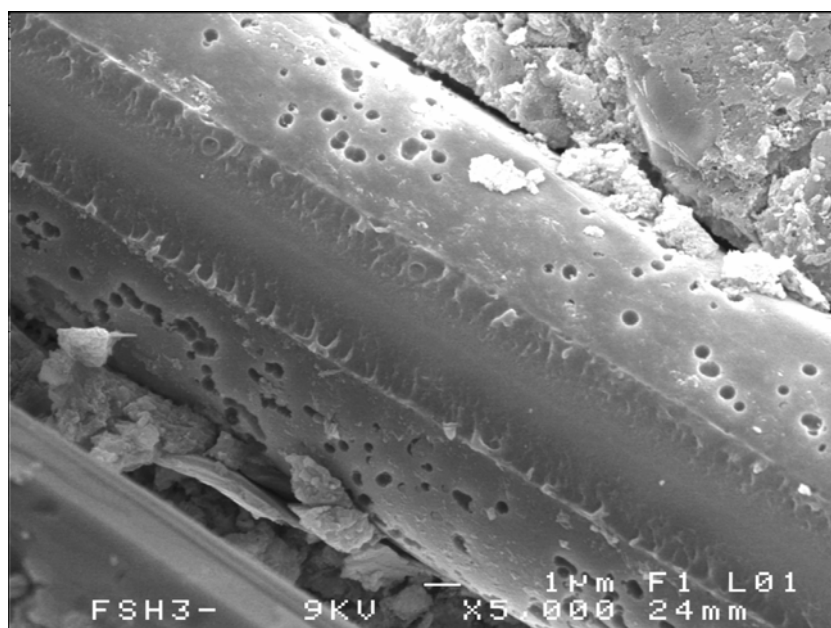


Fig. IV-16 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle humide pendant 1 an

La microanalyse élémentaire réalisée par spectrométrie aux rayons X (EDX) complète les observations constatées. L'analyse chimique localisée faite sur deux points différents donne la dégradation du réseau silicique de la fibre de verre. Les résultats de cette analyse sont présentés dans les tableaux et figures en annexes 12 et 13. On remarque qu'à l'endroit du point A (figure IV-15), il n'y a pas de dégradation du corps de la fibre et la microanalyse relève une quantité de silice (Si) bien supérieure à celle détectée au point B. Sur ce dernier point la dégradation est bien visible sous forme d'une érosion ou des encoches. Cette dégradation est le résultat d'une dissolution du réseau silicique et la littérature l'a bien relevé [91]. Le zirconium (Zr) qui est le composant protecteur de la fibre, est donné selon l'analyse supérieur au point A par rapport au point B.

- Fibres conservées à l'air libre

Après une conservation de 3 mois en milieu ambiant, les fibres présentent un état de surface qui semble parfaitement intact. Un film de constituants hydratés (semblables à la portlandite) non homogène et pas épais, couvre le corps des fibres. Cette couche ne s'adhère que très peu aux filaments (figure IV-17). Ceci est probablement la conséquence du changement de milieu. Il est à rappeler que les échantillons ont été placés dans un milieu durant une semaine qui a suivi le coulage et puis placés dans un milieu ambiant.

Après 1 an de conservation (figure IV-18), les fibres ont conservé leur intégralité et il n'y a pas de dégradation visible. La couche qui couvrait le corps des fibres et bien visible à 3 mois de conservation, semble disparaître. Toutefois, quelques granules denses d'hydrates sont éparpillées sur les fibres.

La photo de la figure IV-18 illustre l'interphase fibre-matrice. On remarque la présence des cristaux de chaux en forme de plaquettes qui se développent préférentiellement au voisinage du filament. Ces plaquettes agressent et bloquent le filament, réduisant ainsi sa résistance et sa capacité de déformation. Généralement, les zones d'interphases et les espaces inter-filaments sont les lieux où se développent les phénomènes de dégradation.

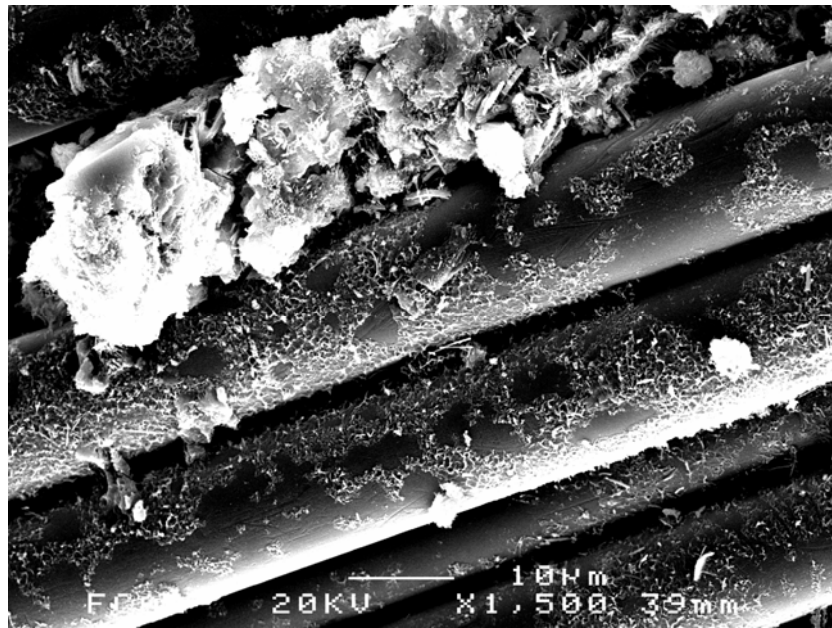


Fig. IV-17 : Photo de fibres conservées à l'air libre durant 3 mois

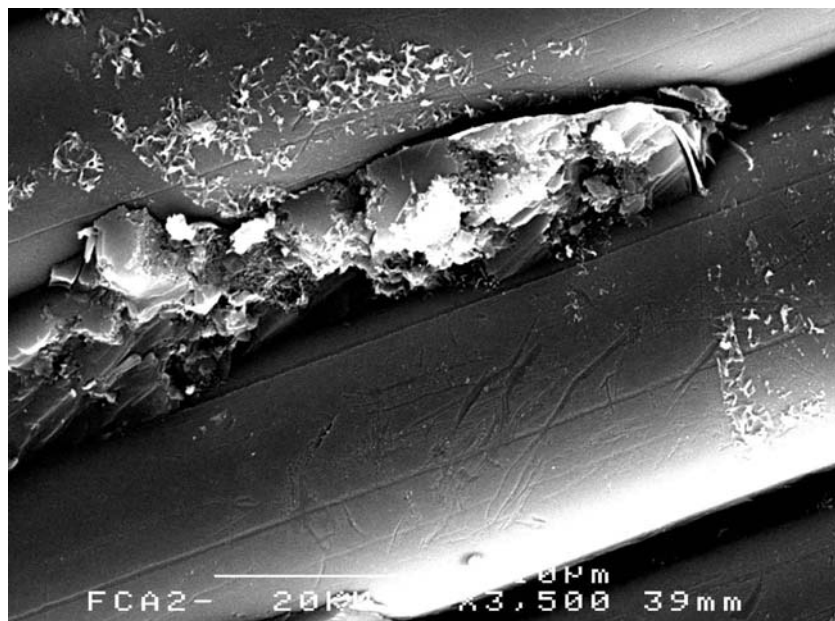


Fig. IV-18 : Photo de fibres conservées à l'air libre pendant 1 an

Les figures IV-19 et IV-20 sont celles des fibres avec ajout de fumée de silice et conservées à l'air libre pendant 3 mois et 1an. On ne décèle aucune dégradation apparente des filaments. Leur état est aussi intact que celui relevé sur les filaments des figures IV-17 et IV-18 qui sont conservés dans les mêmes conditions mais sans fumée de silice. Sur la figure IV-20 on remarque des traces blanches semblables à un dépôt de calcite issue d'une probable carbonatation. Celle-ci est également relevée par l'analyse de diffraction X.

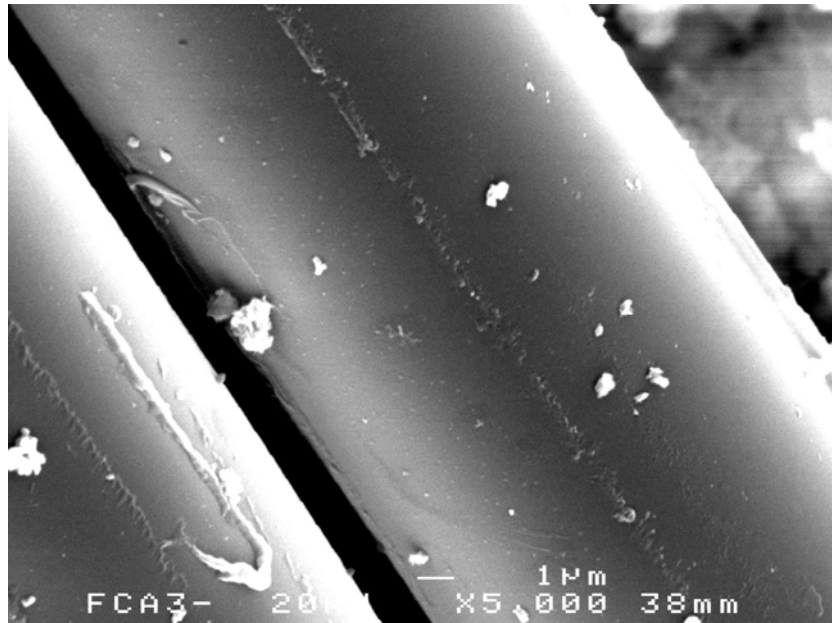


Fig. IV-19 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre durant 3 mois

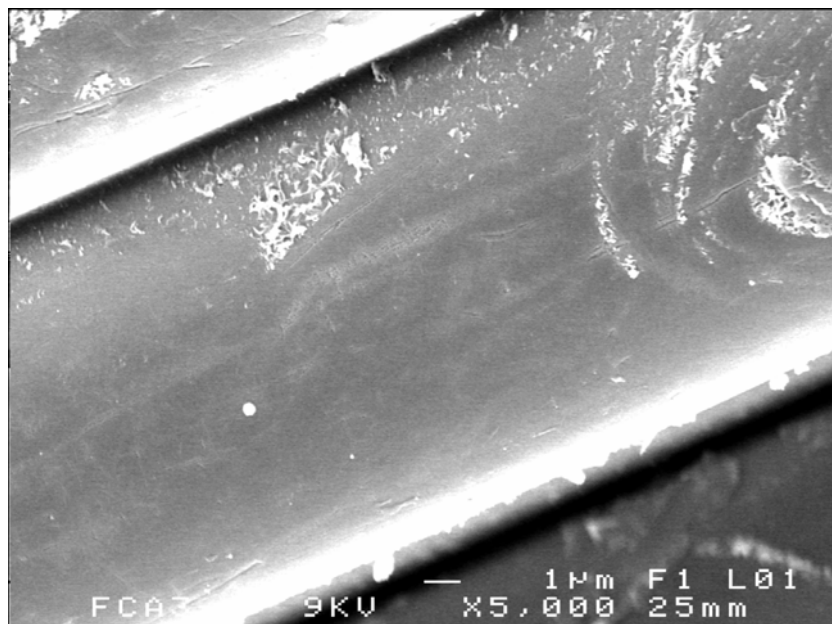


Fig. IV-20 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre pendant 1 an

- Fibres conservées en salle sèche

En conservation dans une salle sèche, les fibres sans ou avec fumée de silice semblent être épargnées par la dégradation. L'aspect général des filaments est largement identique (figures IV-21, IV-22, IV-23 et IV-24). La matière qui entoure les fibres présente une structure poreuse comme l'illustre si bien la photo de la figure IV-21. Cet aspect est probablement dû aux conditions de durcissement en salle sèche et principalement la présence d'une humidité relative basse.

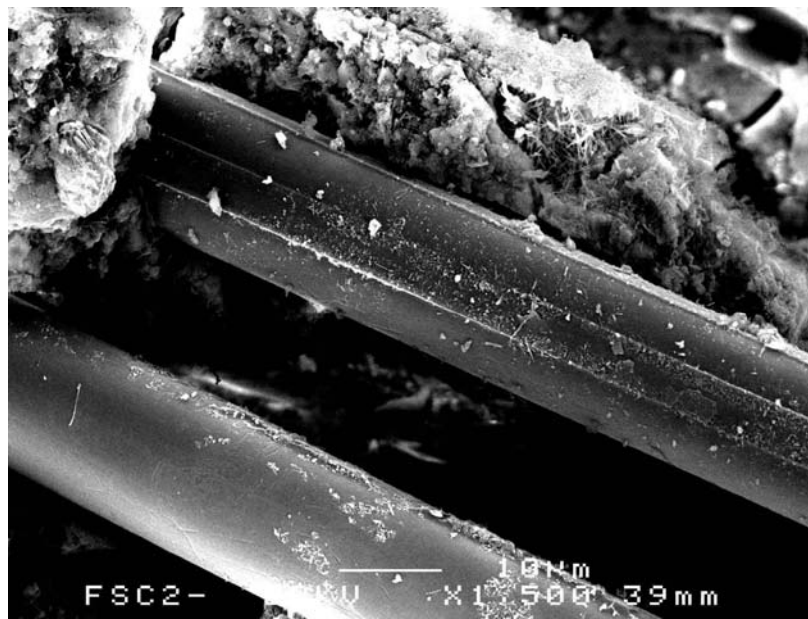


Fig. IV-21 : Photo de fibres conservées en salle sèche durant 3 mois

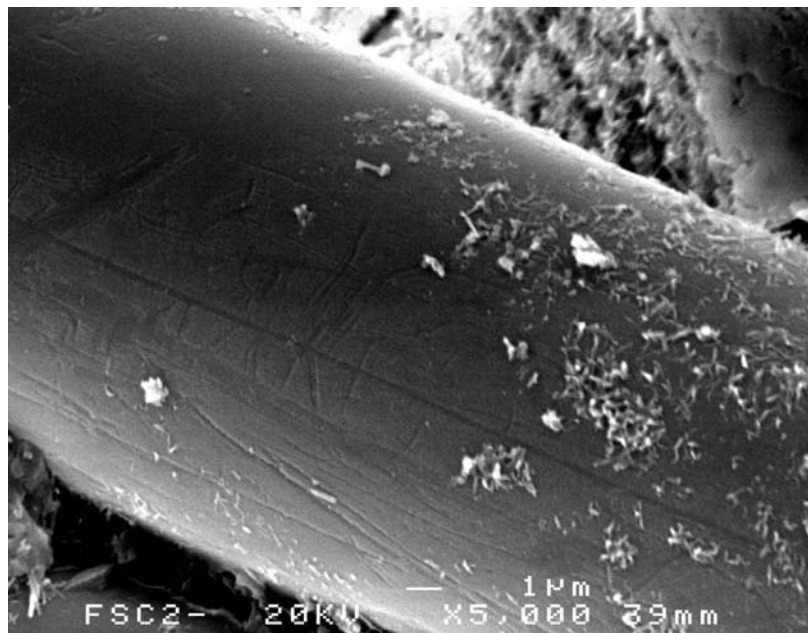


Fig. IV-22 : Photo de fibres conservées en salle sèche pendant 1 an

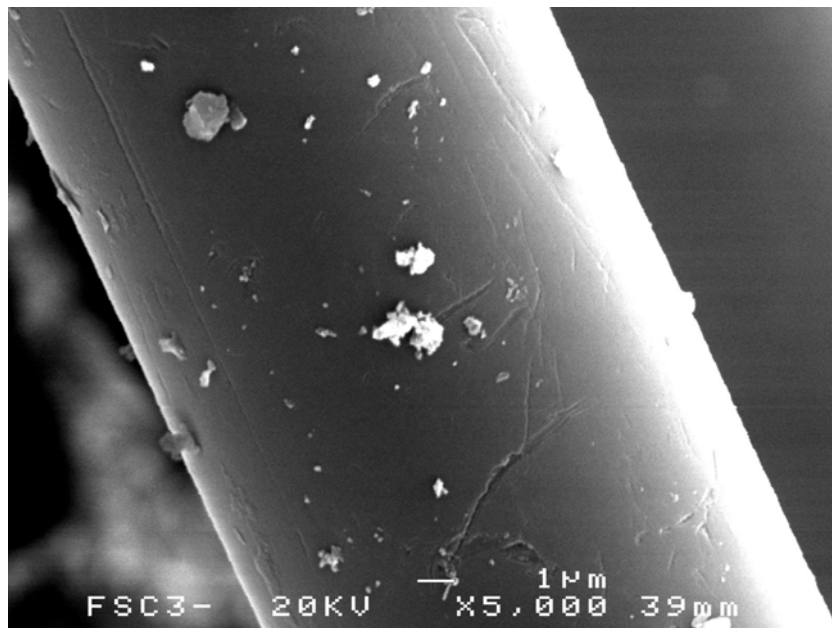


Fig. IV-23 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle sèche durant 3 mois

D'autres filaments apparaissent bien enrobés par la matrice sans toutefois présenter des signes de dégradation. La photo de la IV-24 illustre des filaments dont la gaine de matière s'est détachée, probablement lors des essais de rupture ne laissant voir ainsi aucune dégradation.

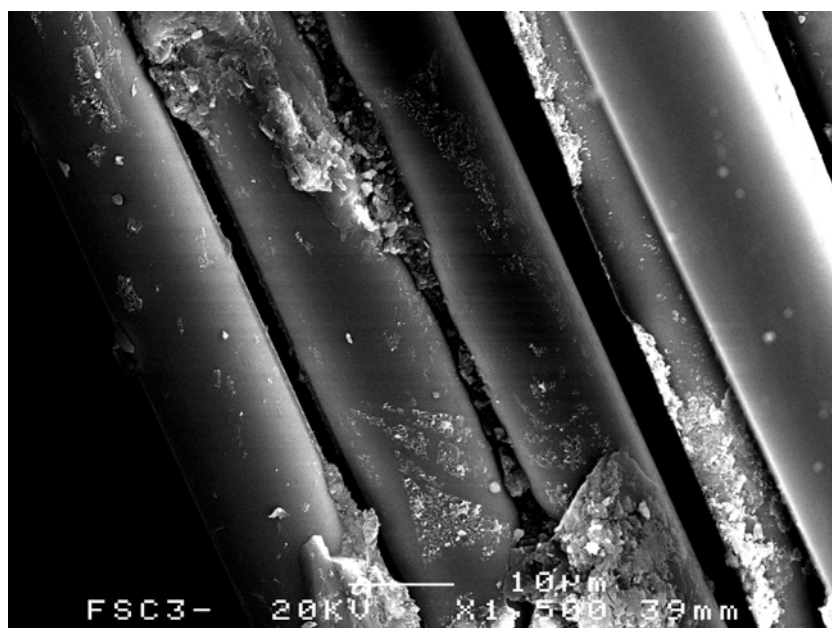


Fig. IV-24 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en salle sèche pendant 1 an

## **2.6- Conclusion**

La diminution des résistances en flexion avec le temps des matériaux composites à matrice cimentaire renforcés de fibres de verre courtes est bien présente et ceci conforte bien ce qui a été avancé dans la littérature.

La chute de résistance en flexion est importante au cours des premières semaines de conservation et ceci est liée à la cinétique de durcissement du ciment.

L'adjonction de la fumée de silice à hauteur de 3% contribue à améliorer légèrement la résistance mais n'offre pas de garantie suffisante quant à la protection des fibres contre les attaques chimiques causées par un environnement alcalin. Elle devient imperceptible en milieu ambiant à l'air libre et en milieu sec. Cependant, un tel dosage de fumée de silice reste faible pour en tirer de meilleurs avantages.

L'étude de l'influence des milieux de conservation sur la durabilité des fibres de verre ne semble pas apporter des solutions concrètes à leur longévité. L'effet d'un milieu humide, malgré l'ajout de fumée de silice est très préjudiciable pour la durabilité des renforts et une telle conservation est à proscrire.

Avec les conservations à l'air libre et en salle sèche, la baisse de la résistance mécanique en flexion des composites est bien évidente. En revanche sur les observations au MEB, les fibres ne sont visiblement pas altérées. Ceci témoigne de la complexité de la compréhension du phénomène de dégradation des fibres de verre dans un milieu alcalin.

La résistance en compression ne constitue pas un paramètre indéniable pour tester la durabilité des fibres de verre. Les résultats obtenus vont à contre courant de ceux de flexion.

### 3.- Cas d'utilisation du ciment CEM I 52,5

L'option de tester le ciment CEM I 52,5 qui est plus alcalin comme comparaison au ciment CEM II 32,5R, vise à mettre en évidence l'alcalinité du ciment sur le degré de dégradation des fibres de verre. Les paramètres de formulation utilisés sont les mêmes que ceux employés pour le ciment CEM II 32,5R sauf en ce qui concerne la teneur de fumée de silice qui a été augmentée jusqu'à 5%. Les tableaux IV-4 et IV-5 récapitulent respectivement les compositions des séries et les désignations des échantillons liées aux compositions et aux modes de conservation des échantillons étudiés.

Tableau IV-4 : Composition des séries de mortiers utilisés (CEM I 52,5)

Composition des échantillons préparés	Séries de mortiers		
	Ech1 Ref	Ech 2	Ech 3
Ciment/Sable	1	1	1
E/C	0,35	0,35	0,35
Fibres AR	0	2%	2%
Fumée de silice (%C)	0	0	5%
Fluidifiant (%C)	0	0	2%

Tableau IV-5 : Désignation des échantillons (CEM I 52,5)

Echantillons	Taux de fibres (%)	Taux de fumée de silice (%)	Milieu de conservation
FSH4	2	-	Salle humide
FCA4	2	-	à l'Air libre
FSH5	2	5	Salle humide
FCA5	2	5	à l'Air libre
FSC4	2	-	Salle sèche
FSC5	2	5	Salle sèche

#### 3.1- Evolution de la résistance en flexion

Les résultats des résistances en flexion des échantillons 4x4x16 cm<sup>3</sup> conservés en milieu humide, à l'air ambiant et en milieu sec, sont présentés dans les tableaux en annexes 15, 16 et 17.

Les figures IV-25, IV-26 et IV-27 montrent l'allure de l'évolution de la résistance en flexion des échantillons de référence et fibrés en fonction du temps et ceci dans les différents modes de conservation : en milieu humide, à l'air ambiant et en milieu sec. De l'allure des courbes se dégage une similitude de comportement à celui obtenu avec le ciment CEM II 32,5R qui est moins alcalin. Il est à noter que la comparaison entre les deux ciments ne se fait pas sur les valeurs des résistances en flexion, étant donné que

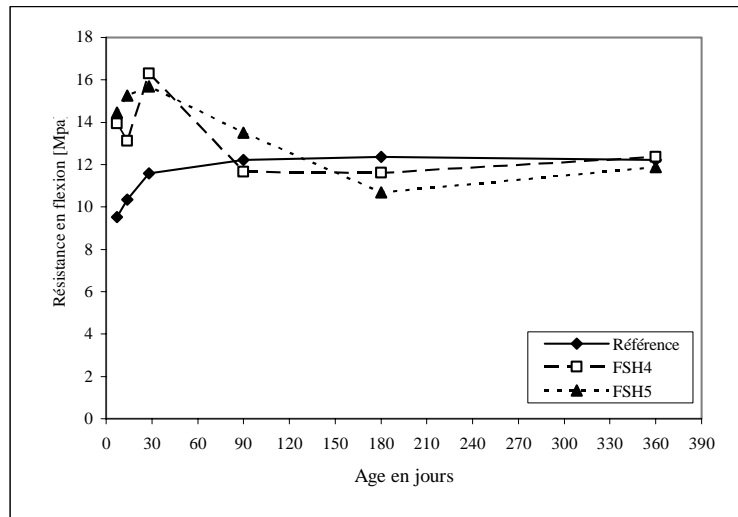


Fig. IV-25: Evolution de la résistance en flexion en milieu humide

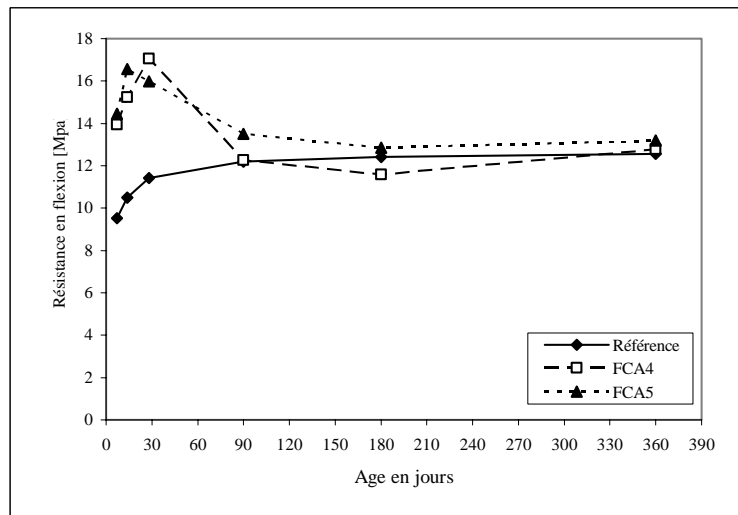


Fig. IV-26: Evolution de la résistance en flexion à l'air ambiant

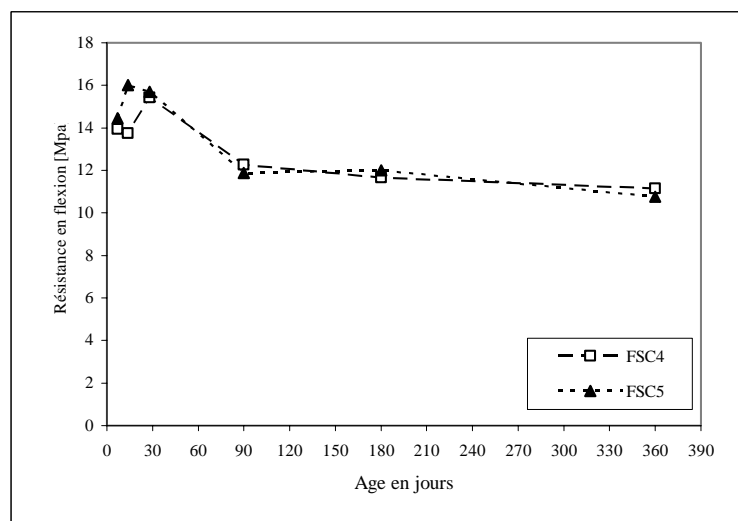


Fig. IV-27: Evolution de la résistance en flexion en milieu sec

le ciment CEM I 52,5 présente une classe de résistance supérieure à celle du ciment CEM II 32,5R. Si le matériau de référence suit une évolution normale qui est liée à la nature du ciment utilisé. En revanche, les spécimens fibrés sans ou avec fumée de silice enregistrent une augmentation de la résistance en flexion jusqu'à 28 jours de conservation et montrent leur suprématie par rapport à ceux non fibrés. Au-delà de cette échéance la résistance décroît puis elle se stabilise à partir de 6 mois de durcissement. Les meilleures valeurs de résistance en flexion sont obtenues avec les échantillons fibrés conservés à l'air ambiant. Cependant, l'influence des trois modes de conservations employés est imperceptible de manière générale.

La figure IV-28 illustre les valeurs de pH relevées juste après un an de conservation des échantillons à base de ciment CEM I. A cette échéance, ces valeurs du pH ne semblent pas s'atténuer surtout pour l'échantillon sans addition minérale et conservé en milieu humide et justifient en effet l'alcalinité du ciment CEM I. Le pH du milieu joue un rôle majeur dans la cinétique de dégradation des fibres de verre.

Il n'y a pas de relation univoque entre le pH des échantillons et leur résistance en flexion. Cependant, pour une même composition de mortier et un milieu de conservation différent, on constate globalement qu'à mesure que le pH d'un échantillon diminue sa résistance en flexion est meilleur.

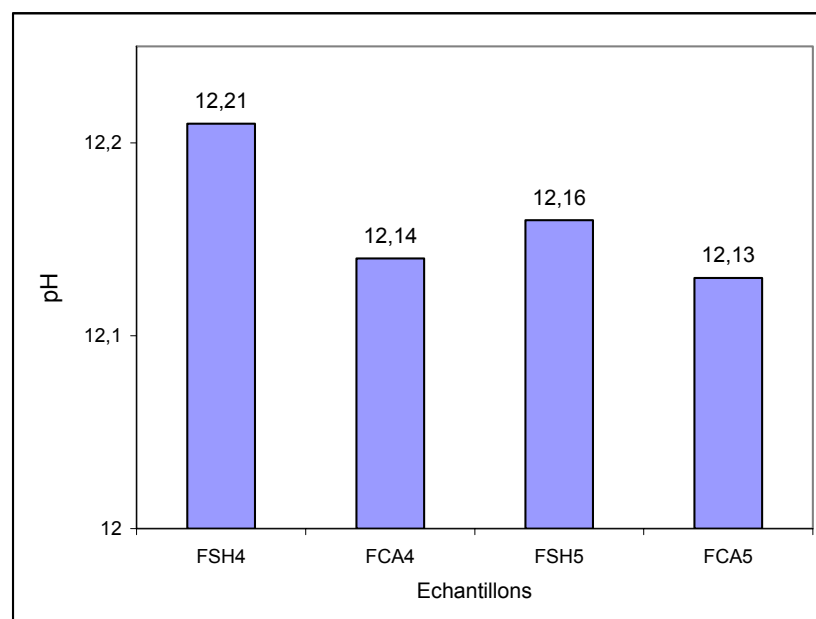


Fig. IV-28: Evolution du pH dans le cas du ciment CEM I 52,5

### 3.2- Evolution de la résistance en compression

Les figures IV-29, IV-30 et IV-31 illustrent l'évolution de la résistance en compression en fonction du temps des échantillons confectionnés à base de ciment portland CEM I 52,5 et ceci respectivement en milieu humide, à l'air libre et en milieu sec.

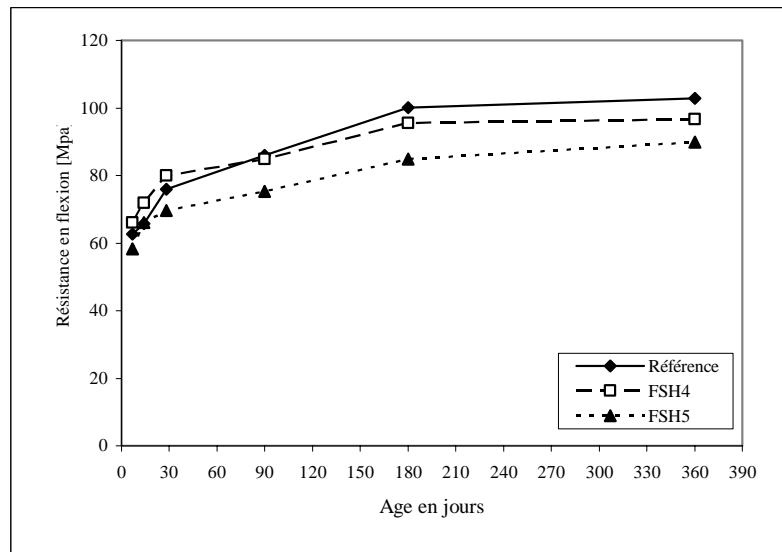


Fig. IV-29: Evolution de la résistance en compression en milieu humide

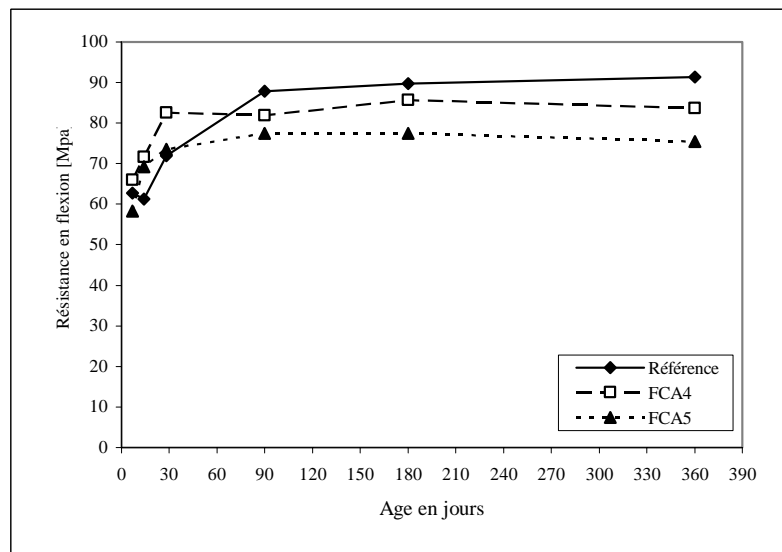


Fig. IV-30: Evolution de la résistance en compression à l'air ambiant

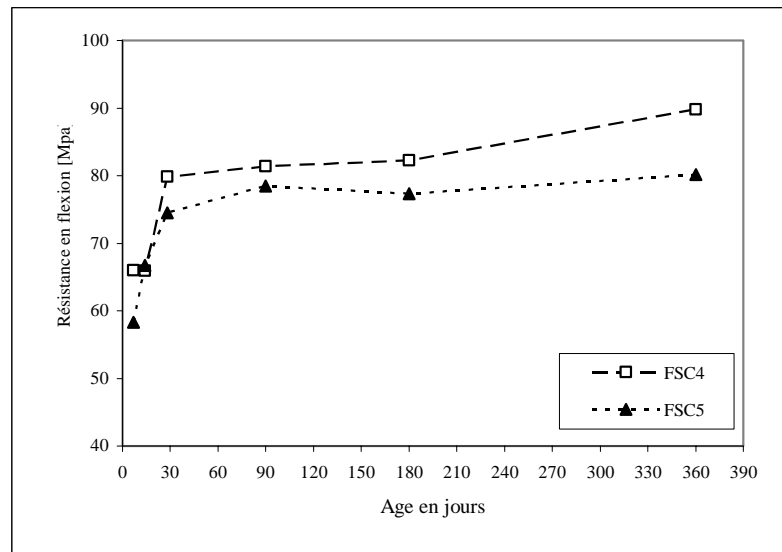


Fig. IV-31: Evolution de la résistance en compression en milieu sec

Les résultats obtenus lors des essais de compression sont présentés dans le tableau en annexe 18. Chaque résultat représente la moyenne de 6 essais.

A la lumière de ces résultats, une augmentation de la résistance en compression dans le temps est enregistrée. Celle-ci est très conséquente durant les 3 premiers mois de durcissement et elle est aussi importante par son taux d'augmentation par rapport à celle obtenue avec le ciment CEM II 32,5R. Ce constat ne pourrait être attribué qu'à la caractéristique du ciment CEM I. Ce dernier donne des valeurs de résistance bien supérieures au ciment CEM II. Néanmoins, l'allure de l'évolution de sa résistance en compression lui est globalement similaire quel que soit le mode de conservation considéré. Ainsi, le matériau de référence et sans addition minérale apporte la plus forte résistance en compression après 1 an de durcissement. En revanche, le matériau fibré et avec fumée de silice apporte la plus faible résistance. Le matériau fibré et sans ajout minéral présente un comportement intermédiaire.

### 3.3- Observations au microscope électronique à balayage

- Fibres conservées dans un milieu humide

La photo de la figure IV-32 illustre le cas de fibres de verre conservées pendant 1 an dans un milieu humide et ceci sans fumée de silice. La dégradation est clairement bien visible et même très prononcée. Toute la couche superficielle éclate, laissant apparaître une autre couche en phase de corrosion. Des entailles se sont formées et qui seront le siège de pailles où les cristaux de portlandite viennent se greffer. On constate sur cette photo la présence aussi d'hydroxyde de calcium entre les filaments. Cette présence est néfaste pour la déformation des filaments et empêche ainsi leur glissements les uns sur les autres.

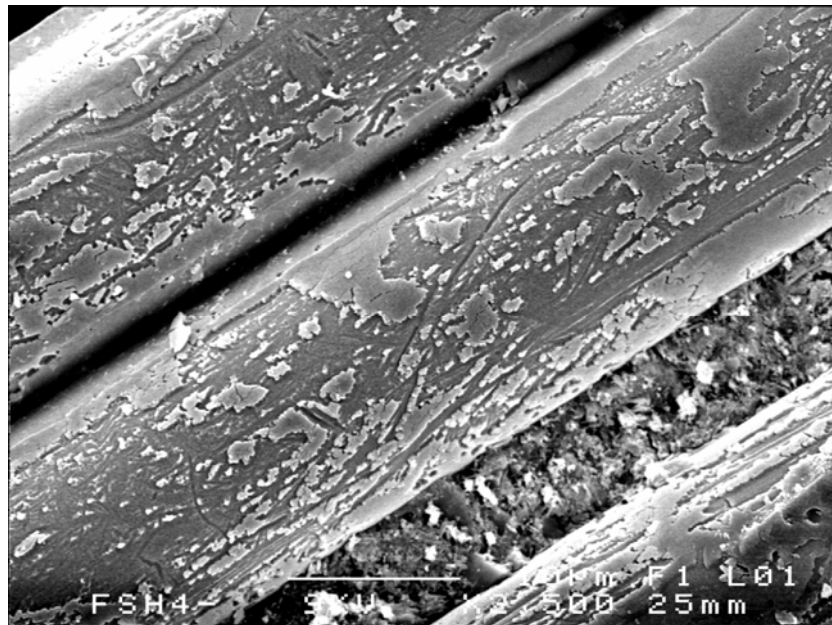


Fig. IV-32 : Photo de fibres conservées en milieu humide pendant 1 an

L'introduction de la fumée de silice à la composition de la matrice cimentaire n'a pas non plus limité la dégradation des filaments comme le montre la figure IV-33. Si l'altération de la surface des filaments n'est pas de la même ampleur que celle aperçue sur la photo qui la précède Elle est par endroit fortement présente tant en surface qu'en profondeur. Un stade de dégradation très avancé en profondeur et qui est de l'ordre de  $0,1\mu\text{m}$  environ est constaté

La protection des filaments apportée par l'addition minérale semble incomplète et déficiente. Bien évidemment, celle-ci pouvant ne concerner que certaines zones et d'autres

non, comme en témoigne la photo de la figure IV-33. La photo montre des filaments plus dégradés que d'autres.

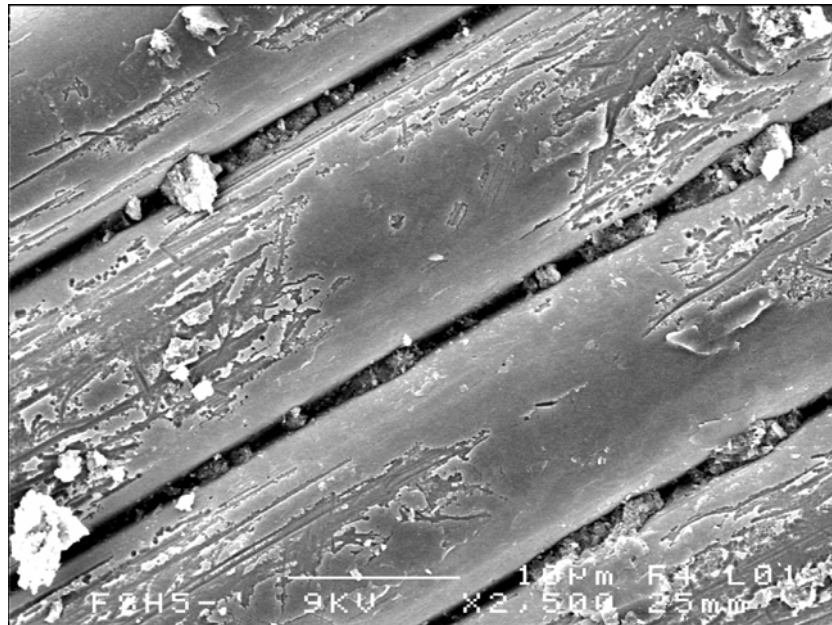


Fig. IV-33 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées en milieu humide pendant 1 an

- Fibres conservées à l'air libre

Le milieu ambiant à l'air libre n'est pas aussi préjudiciable que le milieu humide comme nous le fait constater les photos des figures IV-34 et IV-35. L'aspect général des filaments est largement identique mais très différent de celui des photos précédentes. Les observations ne manifestent aucune altération notable des filaments. Quelques cas d'attaques isolés et insignifiants semblent concerner uniquement la surface des filaments et particulièrement ceux sans fumée de silice (figure IV-34). La cinétique d'attaque ne paraît pas trop progresser mais existe malgré tout. L'attaque inégale des filaments et de leur surface est certainement liée à leur position dans la fibre de départ, c'est-à-dire au contact direct de la matrice ou non.

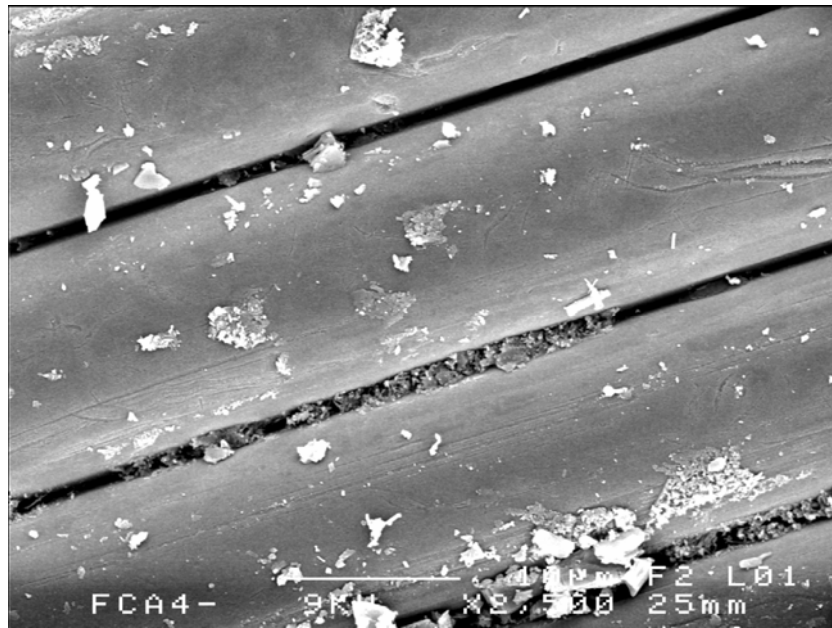


Fig. IV-34: Photo de filaments conservés à l'air libre pendant 1 an

Les espaces inter-filaments sont presque dépourvus de dépôts d'hydrates (figure IV-35) et principalement de la portlandite qui a la faculté de pénétrer entre les filaments, alors qu'en milieu humide ces espaces sont occupés par cette matière.

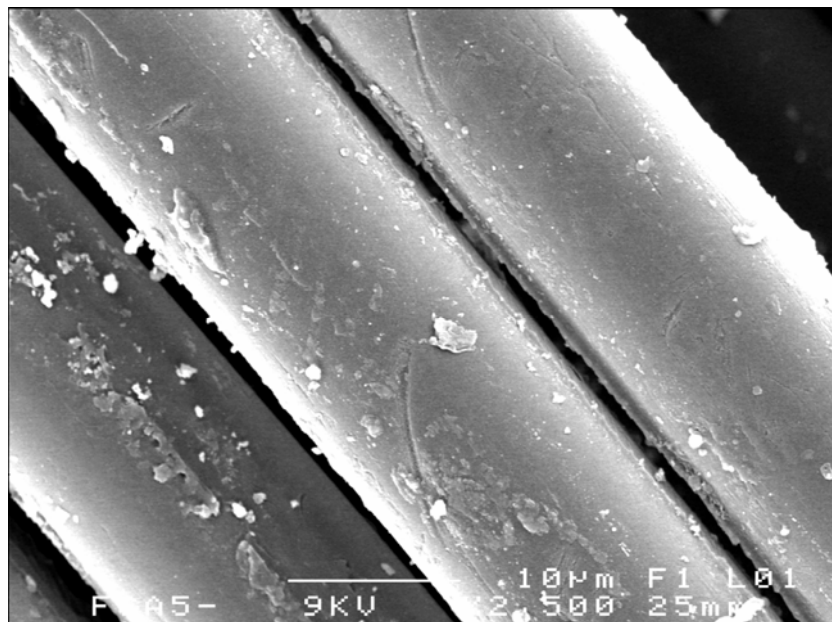


Fig. IV-35 : Photo de fibres (avec fumée de silice) conservées à l'air libre pendant 1 an

### **3.4- Conclusion**

Du suivi des résistances tant en flexion qu'en compression du CEM I, se dégage une parfaite similitude avec le ciment CEM II du point de vue de l'évolution du comportement. Les valeurs des résistances étant différentes.

La comparaison avec un ciment à forte alcalinité, comme c'est le cas du ciment CEM I, confirme l'incompatibilité totale entre la fibre de verre, réputée pourtant alcali-résistant et ce type de ciment et ceci principalement en présence d'un milieu à forte humidité. Les dégradations visualisées sont plus importantes que celles observées dans le cas du ciment CEM II. La corrosion des filaments est fortement perceptible tant en surface qu'en profondeur.

L'inclusion d'une addition minérale à hauteur de 5% n'a pas apporté l'effet pouzzolanique escompté. Aucune amélioration significative de la compatibilité filament-matrice tant au point de vue physique que chimique n'a été constatée.

## **CONCLUSIONS GENERALES & PERSPECTIVES**

Le travail présenté dans cette thèse s'inscrit dans le cadre de la problématique générale d'amélioration des nouveaux matériaux et de pérenniser les propriétés des composites fibreux à matrice cimentaire. Le choix des fibres de verre parmi tant d'autres résulte d'une solution technologique appropriée et accompagnée d'une bonne faisabilité. Ce choix permet aussi de substituer des fibres nocives tout en conservant leurs qualités mécaniques. Ces fibres peuvent faire l'objet de renfort pour un matériau de restauration des édifices endommagés. Ce type de matériau agit en tant que matériau de remplissage, les fibres limitent les microfissures. Notre étude visait à la fois à quantifier l'apport des fibres dans l'amélioration des propriétés mécaniques et à juger la qualité des ciments de diverses alcalinités sur la tenue des fibres de verre dans différents milieux de conservations. Les réponses à ces questions passent par le choix des techniques à utiliser, l'interprétation des données obtenues, mais aussi par une investigation de l'état des lieux sur les matériaux et leurs propriétés.

Après un rappel succinct sur les fibres largement employées dans le domaine du génie civil, un bilan des connaissances sur les composites ciment-verre a été établi. Ce balayage a permis de faire la lumière sur la spécificité des fibres de verre. La notion d'élancement, un critère indéniable dans la quantification du renfort pour le renforcement des composites, est synonyme de difficulté de mesure pour le cas des fibres de verre. Le seul paramètre géométrique d'appréciation reste la longueur. Cette configuration complique l'extrapolation des modèles de prévision pour ce type de fibres.

Après la présentation des matériaux utilisés et des techniques opérées pour la caractérisation, la première étape du chapitre expérimental portait sur la formulation d'un composite satisfaisant à la fois un bon comportement rhéologique et une résistance mécanique. La condition de faisabilité est utile pour une première approche du matériau, mais reste trop restrictive pour en tirer le meilleur parti. La démarche de la formulation

s'est appuyée sur deux axes : taux de fibres à introduire et composition de la matrice. La finalité de cette entreprise est à triple objectifs : dosage optimal, bonne rhéologie et bonne compacité. Il faut noter que l'outil de formulation qui est le temps d'écoulement reste insuffisant pour une appréciation complète du comportement rhéologique du composite.

En seconde étape de la partie expérimentale, le travail s'est fixé comme objectif de dresser une "carte d'identité" du matériau étudié par la présentation des principales caractéristiques mécaniques et la compréhension des comportements à la rupture en compression, en traction et en flexion. Les résultats présentés montrent qu'aucune sensibilité n'a été relevée entre les fibres et le domaine élastique. Ce dernier est beaucoup plus régi par la résistance de la matrice.

Après la définition d'une composition de la matrice, l'étude s'est attachée à caractériser les comportements mécaniques en flexion et en compression en fonction des variations du dosage et la taille des fibres. Les sollicitations mécaniques retenues sont : les chargements statique et cyclique. Elles répondent à des types d'applications constamment rencontrées dans la mise en service du composite. Les résultats obtenus en flexion mettent en évidence l'apport des fibres et principalement celles longues dans l'amélioration du comportement mécanique, chose qui n'est pas nouvelle. Toutefois, pour le cas des fibres de verre, le composite CCV développe une synergie matrice-renfort à effet bénéfique à partir d'un seuil minimale de 1,5% de fibres de verre. Cet effet qui a été bien illustré par le calcul de la ténacité et d'autant plus indispensable en zone post "pic effort". L'amélioration de l'énergie de rupture est la conséquence directe de l'augmentation de la déformabilité. Cette dernière est presque imperceptible en zone élastique pour les matériaux avec et sans fibres, confirmant ainsi que cette zone est régi par la résistance de la matrice. Ceci est aussi signalé par ailleurs dans l'application du modèle issue de la loi des mélanges. En compression, les fibres de verre ne font que compliquer la structure du composite et aucune amélioration n'est attendue.

Lors des essais cycliques, la difficulté de travailler sur un nombre important d'échantillons empêche d'avoir une analyse quantitative significative permettant l'établissement d'un critère fiable de rupture par fatigue. Les résultats disponibles qui se caractérisent par leur forte dispersion dégagent néanmoins une tendance du matériau à montrer une limite de fatigue pour cette sollicitation. Le problème majeur du rôle des renforts tient au fait que les performances mécaniques du composite chutent dès qu'une fraction du renfort perd de son efficacité mécanique. Ainsi, la probabilité de ruine est beaucoup plus présente lorsque une détérioration de l'interface fibre-matrice est initiée

sous une sollicitation cyclique. Les essais de fatigue démontrent le caractère fragile de ce matériau et même avec des cycles de faible amplitude de chargement aucune accommodation du matériau n'est à signaler.

Au regard des différents résultats de rupture des échantillons, la dispersion de ces résultats est bien présente et constitue une caractéristique de ce type de matériau. Pour son analyse, les calculs statistiques usuels donnent une grandeur de la dispersion mais ne fournissent pas une description des défauts responsables de cette dispersion. L'approche probabiliste utilisée en se basant sur le modèle de Weibull permet de cerner les catégories de défauts mais ne donnent pas des indications sur les dimensions et formes de ceux-ci. Le modèle montre une dépendance entre les paramètres de forme et d'échelle, dont l'un est prépondérant sur l'autre.

La durabilité des fibres dans un milieu cimentaire représente l'inconvénient majeur des fibres de verre dans de tel milieu. Le phénomène de dégradation demeure complexe malgré les avancées dans les techniques d'investigations. Les très récentes publications de travaux ne donnent pas davantage explications du phénomène. Selon la littérature consultée et les résultats présentés dans le présent travail, la dégradation des fibres de verre est inévitable dans une matrice cimentaire. Une incompatibilité totale entre le ciment et les fibres de verre est enregistrée en présence surtout d'un environnement à fort taux d'humidité et une telle conservation est à proscrire. En présence de milieux plus secs les observations au microscope électronique à balayage ne décèlent pas la présence d'altérations des fibres. Par ailleurs la diminution des résistances mécaniques (en flexion) est bien présente. Ceci conforte bien la complexité du phénomène.

La comparaison entre les ciments CEM II et CEM I n'a pas aboutit à l'effet escompté. Si la chute de résistance est plus accentuée pour le CEM I, l'évolution à la baisse montre une parfaite similitude entre les deux ciments. L'inclusion d'une addition minérale telle que la fumée de silice est à effet retardataire, alors que la cinétique de dégradation est précoce. Toutefois, la valeur de cet ajout reste trop insuffisante pour en tirer de meilleurs profits.

### **Perspectives :**

Sur le plan mécanique en général l'effet du renforcement par des fibres de verre n'est pas contesté. En aval c'est sur des fibres plus longues et des dosages élevés que ceux

utilisés dans le présent travail qu'il faudrait projeter des travaux tout en formulant de nouvelles compositions de matrices.

L'inconvénient majeur demeure la dégradation des fibres de verre dans un milieu alcalin. Les voies d'améliorations préconisées jusqu'à présent restent insuffisantes et ouvrent le chemin à de nouvelles améliorations. Ce qui a été entrepris à l'université de Vrije de Bruxelles en développant des nouveaux ciments à faible basicité, est à méditer dans le cours terme. A moyen terme, le développement de nouvelles fibres de verre plus résistantes aux alcalins que celles disponible actuellement sur le marché résoudra probablement la pérennité de ces fibres. Le développement de cette catégorie de fibres ne peut se faire sans la participation d'autres spécialistes hors du domaine du génie civil.

L'échéance d'une année de conservation des échantillons est courte pour en tirer des conclusions. Comme nous l'avons remarqué un léger redressement de la résistance en flexion a été obtenu en conservation dans une atmosphère naturelle. Il est toutefois nécessaire afin de s'assurer de la pérennité des fibres dans cet environnement, de suivre l'évolution des propriétés mécaniques et physico-chimiques des composites par des essais de vieillissement naturel à des échéances lointaines.

L'étude de la fatigue doit être investiguée sur un nombre important d'échantillons en définissant des paramètres à étudier tels que la fréquence, le rapport R afin de mesurer une limite d'endurance pour ces matériaux et sa variation avec le taux de renfort. La mise au point d'un modèle de prévision serait alors un résultat fondamental intéressant.

Par ailleurs des essais de fissuration par fatigue sont aussi indispensables pour modéliser le processus d'évolution de la propagation de la fissure en fonction du chargement.

Une application de la loi de Paris permettra d'identifier les paramètres  $c$  et  $m$  pour ce type de matériau.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Van Erp. G, Cattell. C & Ayers. S., " A fair dinkum approach to fibre composites in civil engineering", *Construction and Building Materials*, Vol.20, 2006, pp.2-10.
- [2] Swamy. R.N & Al-Noori. K : "Flexural properties of steel fibre reinforced concrete". *Concrete*, G.B, June 1975, Vol. 9, N° 6, pp. 30-31.
- [3] Dehousse. N.M. " Méthodes d'essais et caractéristiques mécaniques des bétons armés de Fibres métalliques ". *RILEM symposium*. 1975. pp. 119-136.
- [4] Rilem. " Fibre reinforced cement and concrete ". *Rilem symposium*. London 1975.
- [5] Majumdar. A.J & Walton. P.L. " Durability fiber cement composites". *ACI Journal*, Vol. 126. N° 8. 1991. pp.745-771.
- [6] Li. Z, Liu. A.C.P. & Leung. C.K." PVA Polymer Modified Glass Fiber Reinforced Cementitious Composites". *ACI Journal*, V.206, 2002, pp.401-410.
- [7] Hamelin. P. "bétons de fibres. Les composites fibres ciment". Journées de l'Association Française de Recherches et d'essais sur les matériaux de construction. Lyon 1991, 39p.
- [8] Venuat. M : Fibres naturelles et artificielles. *Cahiers Techniques du bâtiment*. N°. 58, Novembre 1983. pp 59-60.
- [9] Noiret. Y : Des fibres pour alléger et renforcer le béton. *Cahiers Techniques du bâtiment*. N°. 58, novembre 1983. pp 63-64.
- [10] Gilbert. G.T., "Fibres d'amiante-ciment". *Cahiers Techniques du bâtiment*. N°. 58, novembre 1983. pp 65-66.
- [11] De Guillebon. B & Sohm. J.M : "Metallic Glass Ribbons, a new fibre for concrete reinforcement". Third Int sym on developments in fibre reinforced cement and concrete (FRC 86 Sheffield). 1986. 5p.
- [12] Burgun. D & B. de Guillebon : "Béton projeté renforcé de fibres de fonte": Application à la réhabilitation d'un collecteur d'assainissement à Nancy". *Techniques Sciences méthodes* Janvier 1987.
- [13] Minard. J, Hoang. L.H & Tache. G : Le béton de fibre. (Rapport bibliographique). Paris :*Centre d'Etude du Bâtiment et des Travaux Publics*. 1986. 92 p.
- [14] *Collection technique CIMbéton* : Les fibres pour Bétons et Mortiers. CB3.
- [15] Shah. S.P & Rangan. B.V : Fiber Reinforced Concrete Properties. *ACI Journal*. February 1971. pp.126-135.
- [16] Oucief. H : Formulation et comportement mécanique d'un béton à base de fibres

- Métalliques. *Thèse de Magister*. Université de Annaba. 1992.
- [17] Chanvillard. G : Analyse expérimentale et modélisation micromécanique du comportement des fibres tréfilées, ancrées dans une matrice cimentaire. *Bulletin de liaison LCPC*. N° 03. 1993.
- [18] Chrétien. G. Matériaux composites . *Edition Technique et Documentation (Lavoisier)*. 1986. 508p.
- [19] Document Vetrotex. Les cahiers du plastique armés. S<sup>t</sup> Gobain Industrie, Division verre textile. Chambéry. 1978. 51p.
- [20] GRC CEM-FIL, Technical Data. Pilkington Glass fibre reinforcements. Pilkington Limited. 1986. England.
- [21] Weiss. J & Bord. C. Les matériaux composites. *Edition de l'Usine Nouvelle*. Tome 1. Paris, 1983.
- [22] Bentur. A, Bantia. N & Baggot. P." Fibre-Matrix Interfaces". Pré-Proceedings of International Workshop on High Performance Fibre Reinforced Composite, Vol 2 (HPFRC95) Edited by A.E. Naaman and W.H. Reinhardt. Michigan, USA, 1995, 417p.
- [23] Moussole A.D. " Modélisation du comportement mécanique des composites ciment-fibres en tenant compte de la microstructure". *Thèse de Doctorat*. Insa de Lyon. 1997.
- [24] Cheikh Larbi. A, " Etude de l'interface fibre-matrice dans les composites à matrice cimentaire. Caractéristiques mécaniques et liaison à l'interface". *Thèse de Doctorat*, UT de Compiègne, 1985.
- [25] Schulz. J & Carre. A, "L'adhésion des polymères". *Informations chimie*, n° 2323, 1982.
- [26] Fowkes. F.M, " Attractive forces at interfaces". *Industrial and Engeneering Chemistry*. Vol. 56.12, 1964.
- [27] Arabi N., Redjel B., Mélinge Y. & Jauberthie R. "Alkali resistant glass fiber reinforced cementitious materials for patching applications" *Concrete Solutions, Proceedings 1<sup>st</sup> International Conference on Concrete repair*, Vol 2, St-Malo, France, 15-17 July 2003, GR Technologie Ltd, London, UK, pp. 657-662.
- [28] Bogue. R.H. " La chimie du ciment Portland". *Edition Eyrolles*. 1952. 586p.
- [29] Norme européenne publiée par *AFNOR*.
- [30] Neville. A.M., Propriétés des bétons., *Editions Eyrolles*, Paris 2000, 806 pages
- [31] Backelandt. A., " Etude des mécanismes d'adhésion à l'interface résine/ciment en vue de La réparation des ouvrages de génie civil", *Thèse de Doctorat*, Insa de Lyon, 2005.
- [32] SOCOTEC. "Rapport de technique nouvelle sur les composites ciment-verre modifiés par un polymère", Paris, Socotec, Décembre 1986, *Bulletin technique n°J83571*, 25pages.

- [33] Farha M. " Conception de composites ciment-verre à porosité minimale". *Thèse de doctorat*, Insa de Lyon, 1990.
- [34] Hermann K, " Béton de fibres d'acier, fibres synthétiques et fibres de verre". *Bulletin du ciment*, 60, N° 7-9, 1992.
- [35] Baroghel-Bouny. V. "Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyses, interprétations". *Thèse de doctorat*, ENPC de Paris, 1994, pp.468.
- [36] Majumdar A.J & Ryder. J.F. " Glass fibre reinforcement of cement products". *Glass Technology*, 1968, Vol.9, N°3, p.78-94.
- [37] Majumdar A. J & Tallentire A.G. " Glass fiber reinforced cement base materials". An International symposium : Fiber reinforced concrete. *ACI Journal*, USA, 1974, SP-44, pp.351-362.
- [38] DE Chiara. F & Puech F. " Les bétons de fibres en flexion" *Projet de fin d'études*, Insa de Lyon, 1986.
- [39] Jecic D & Zangelini K. "Mortiers et ciment armés de fibres". Une étude bibliographique. *Annales de l'institut technique et des travaux publics*. Fev 1977, N°347, 72p.
- [40] Yoshiyuki. H et all. "Rheological properties of short fiber reinforced high-fluidity mortar". *Japan Concrete Inst*, Vol.16, 1994, pp.1-8.
- [41] Takagi J. " Some properties of glass fiber reinforced concrete". An International symposium : Fiber reinforced concrete. *ACI Journal*, 1974, SP-44, pp. 93-111.
- [42] Marsh H.N. & Clarke L.L. "Glass fiber reinforced cement base materials".. An International symposium, *ACI Journal*, 1974, SP-44, pp.247-264.
- [43] Matray. P. "Contribution à l'étude des ciments magnésiens et leur valorisation comme matrice de matériaux renforcés de fibre de verre". *Thèse de doctorat*, Insa de Lyon, 1990.
- [44] Laws V. " Efficacité du renforcement des matrices fragiles par des fibres". *J. Phys. D : Appl. Phys*, Nov 1971, Vol 4, N° 11, pp. 1737-1746.
- [45] Journée "Matériaux Composites". Ciment à renforts fibreux. Insa de Lyon, 1987.
- [46] Romualdi. J.P & Baston. G.B."Mechanics of crack arrest in concrete". *J.Eng.Mech.Div., Proc. ASCE*, 1963, Vol.89, N° EM3, pp.147-168.
- [47] Aveston. J & Kelly.A., "Theory of multiple fracture of fibrous composites., *J. Mat. Sc*, Vol.8, 1973, pp.352-362.
- [48] Paradis. F. "Analyse du comportement structural d'un composite mince en béton". *Mémoire présenté à l'université de Laval (Québec)*, 2004, 108p.
- [49] Pierre. P "Étude du comportement mécanique des composites cimentaires armés de microfibrilles d'acier". *Thèse de doctorat*, Université Laval (Québec), 1999, 165p.

- [50] Cox. H.L., "The elasticity and strength of paper and other fibrous materials". *British Journal of Applied Physics*, Vol.3, 1952, pp.72-79.
- [51] Hamelin. P., "Conception de matériaux composites". Dans : *COMET, Analyse et Conception des structures en matériaux composites*. ENS des Mines, St-Etienne, 1989, pp.1-12.
- [52] Purnell. P, et all. "Determination of bond strength in glass fibre reinforced cement using Petrography and image analysis", *J. Mater. Sci.* Vol.35, 2000, pp.4653-4659.
- [53] Krenchel. H. "Fiber reinforcement". Akademisk Forlag, Copenhagen, 1988, 70p.
- [54] Baalbaki. W., Aitcin. P.C & Ballivy. G., "On predicting modulus of elasticity in high strength concrete", *ACI. Mater. J.*, Vol.88, N°6, 1991, pp. 603-612.
- [55] Swamy. R.N & Mangat. P.S. "A theory of flexural strength of steel-fibre reinforced composite". *Cement and Concrete Research*, Vol.4, 1974, pp.313-320.
- [56] Calard. V. "Approches statistiques – probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramique". *Thèse de Doctorat*, Université de Bordeaux 1, 1998.
- [57] Da Silva. A, Proença. S, Billardon. R & Hild. F. " Probabilistic approach to predict cracking in lightly reinforced microconcrete panels". *J.Eng.Mech.* August 2004, pp.931-941.
- [58] Weibull. W. "Statistical distribution function of wide applicability", *J. Appl; Mech.*, 1951, Vol.18, pp.293-297.
- [59] Asloun. El M & Donnet. J.B., "On the estimation of tensile strength of carbon fibres at short lengths", *J. Mater. Sci.*, 1989, Vol.24, pp.3504-3518.
- [60] Cuypersa. H et all. "Durability of glass fibre reinforced composites experimental methods and results". *Composites: Part A*, Vol.37, 2006, pp.207-215.
- [61] Majumdar A.J. "Properties of fibre cement composites". *Rilem Symposium*, London 1975, pp.279-313.
- [62] Yeol Choi. Y & Robert L. Yuan. R. Y, "Experimental relationship between splitting tensile strength and compressive strength of GFRC and PFRC". *Cement and Concrete Research*. Vol. 35, 2005, pp.1587-1591.
- [63] Minard. J, Hoang. L.H & Wells. L.S. "Le béton de fibres". Rapport bibliographique. Paris : *Centre d'études du bâtiment et travaux publics*. 1986, 92p.
- [64] Zollo. R.F, " Fiber-reinforced concrete : an overview after 30 years of development ". *Cement and Concrete Composites*, Vol. 19, 1997, pp.107-122.
- [65] ASTM, Standart Test Method for flexural toughness and first-crack strength of fibre-reinforced concrete , *ASTM C 1018-92*, Vol 04.02, USA, 1992, pp.510-516.

- [66] Gopalaranam. V.S. "On the caractérisation of flexural toughness in fiber reinforced concretes". *Cement and Concrete Composites*, Vol. 17, 1995, pp. 239-254.
- [67] Mindess. S, Chen. L & Morgan. D.R. " Determination of the first-crack strength and Flexural toughness of steel fiber reinforced concrete". *Journal of ACBM*, 1(5), 1994, pp.201-208.
- [68] JCI Standard SF-4. *Japan Concrete Institute Standards for Test methods of fiber reinforced concrete*, Japan, 1984. pp. 45-51.
- [69] Aït-Tahar. K. "Mode de rupture par flexion des poutres composites en béton de fibres". *Annales BTP*, N°4, 2001, pp.11-17.
- [70] Debicki. G & Hamelin. P, "Mécanisme de fissuration de mortiers renforcés de rubans métalliques amorphes", Rilem Symposium, Versailles, 1987, pp820-823.
- [71] Rossi. P. "Les bétons de fibres métalliques". *Presses de l'ENPC*.1998, 309p.
- [72] Arabi. N, Redjel. B & Jauberthie. R. "Influence du taux et de la longueur des fibres de verre sur le comportement en statique et en fatigue d'un matériau composite ciment-verre (CCV)". *Proceedings sur CD, Colloque méditerranéen sur les matériaux*. ENSET d'Oran, 06 et 07 Décembre 2005.
- [73] Ali. M.A, Majumdar. A.J & Singh. B. " Properties of glass fibre cement, the effect of Fibre length and content"., *J. Mater. Sci.*, 1975, Vol.10, N°.10, pp.1732-1740.
- [74] SETRA. "Ponts métalliques et mixtes, résistance à la fatigue", *Guide de conception et de justification, réalisé et diffusé par le Service d'Etudes Techniques des Routes et Autoroutes*, Mai 1996, 100 pages.
- [75] Bathias. C & Bailon. J. P. " la fatigue des matériaux et structures". *Edition HERMES*, 1997, 684p.
- [76] Baston. G., Ball. C.& Bailey, L., "Flexural fatigue strength of steel fibre reinforced concrete beams", *ACI Journal*, 1972, pp. 673-677.
- [77] Cachim. P.B, Figueiras. J. A & Pereira. P. A., "Fatigue behavior of fibre-reinforced Concrete in compression", *Cement and Concrete Composites*, Vol.2, 2002, pp.211-217
- [78] Chaallal. O & Benmokrane. B., " Fibre-reinforced plastic rebars for concrete applications". *Composites Part B: Engineering*, Vol.27, 1996, pp.245-252.
- [79] Singh. S.P & Kaushik. S.K., " Fatigue strength of steel fibre reinforced concrete in flexure"., *Cement and Concrete Composites*, Vol.7, 2003, pp. 779-786.
- [80] Redjel. B, "Etude expérimentale de la fatigue du béton en flexion 3 points", *Cement and Concrete Research*, Vol.25, N°.8, 1995, pp.1655-1666.
- [81] Rouby. D & Reynaud. P., "Fatigue behaviour related to interface modification during

- Load cycling in ceramic-matrix fibre composites". *Comp. Sci. Tech*, Vol.48, 1993, pp. 109-118.
- [82] Cherouali. H. " Rôle des interphases et de la rugosité dans le comportement interfacial de Composite monofilamentaires à matrice fragile". *Thèse de doctorat*, INSA de Lyon, 1997.
- [83] Parrant. E. "Mécanismes d'endommagement et comportement mécaniques d'un composite cimentaire, fibre multi-échelle sous sollicitations sévères : fatigue, choc, corrosion". Thèse de doctorat, ENPC de Paris, 2003.
- [84] Naaman. A.E & Hammoud. H. "fatigue characteristics of high performance fiber-reinforced concrete". *Cement and Concrete Composites*, Vol. 20, 1998, pp. 353-363.
- [85] Lee, M.K & Barr, B.I.G. "An review of the fatigue behaviour of plain and fibre reinforced concrete", *Cement and Concrete Composites*, Vol.4, 2004, pp.299-305.
- [86] Graham. T.G., "30 years of high fiber cement composite applications worldwide". *ACI, Mater J*, V.224, 2004, pp.1-20.
- [87] Majumbar. A.J & Walton. P.L., "Durability of fiber cement composites". *ACI, Mater J*, SP 126, V.8, 1991, pp. 745-771.
- [88] Majumbar. A.J & Singt. B., "Long-term durability of GRC"., The Fifth International Conference on ' Durability of Building Materials and Components'. Brighton, November 7-8, 1990.
- [89] Orlowsky. J, Raupach. M, Cuypers. H & Wastiels. J., "Durability modelling of glass fibre reinforcement in cementitious environment". *Rilem Publ*, Vol.38, 2005, pp.155-162.
- [90] Steele. B.R., "Glass fibre reinforced cement", *Int.Prospects for fibre reinforced construction materials*. London 1972, pp.29-36.
- [91] Mc Lellan. G.W. & Shand. E. B., "Glass Engineering Handbook", Graw-Hill, New-York, 1984.
- [92] Charles. R.J., " Static fatigue of glass I and II", *J. Appl. Phys*, Vol.29(11), 1959, pp.1549-1560
- [93] Evans. K. E., Caddock. B. D. & Ainsworth. K. L., " Statistical changes during the corrosion of Glass Fibre Bundles", *J. Mat. Sci*, Vol.23, 1988, p.2926-2930.
- [94] Jones. J., "Durability of glassfiber reinforced concrete (GFRC)". *Proceeding Third Int. Conf. on Concrete Under Severe Conditions.*, Vancouver, Canada 2001, pp.1353-1359.
- [95] Khennane. A & Melchers. R. E., "Durability of glass polymer composites subjects to stress corrosion". *Journal of Composites for construction, ASCE*, May 2003, pp.109-117.
- [96] Byars. E.A., Waldron, P.W., Dejke. V. & Demis. S. "Durability of FRP in concrete deterioration mechanisms", *FRP Composites in Civil Engineering*, Vol.1, 2001,

- p.1517-1524.
- [97] Hayashi. M, Sato. S & Fujii. H. "Some ways to improved durability of GFRC".  
*Proceeding, Durability of Glass Fiber Reinforced Concrete Symposium*, Prestressed Concrete Institut, Chicago, Nov. 1985, pp 305-311.
- [98] Arabi. N., Redjel. B & Jaubertie. R. "Influence des milieux de conservation sur la tenue des fibres de verre alkali-résistant dans une matrice cimentaire (CEM II/B 32,5R)".  
*Annales du BTP*, N°6, Déc. 2005, pp.19-24
- [99] Cuypers. H, Wastiels. J, Orłowsky. J & Raupach. M., "Investigations on the durability of glass fibre reinforced concrete and influence of matrix alkalinity", *Proceeding of BMC7 Conference*, Warsaw, Oct.2003, pp.163-172.
- [100] Péra.J & Ambroise.J., "Durability of glass-fiber reinforced composites-Influence of metakaolin and polymer", *Proceeding of the workshop on fibre reinforced cement and concrete*, Sheffield.UK, 1994.
- [101] Purnell. P, Short. N.R, Page. C.L., Majumdar. A.J.& Walton. P.L." Accelerated ageing Characteristics of glass-fibre reinforced cement made with new cementitious matrices", *Composites Part A*, Vol.30, 1999, pp.1073-1080.
- [102] Purnell. P & Beddows. J., "Durability and simulated ageing of new matrix glass fibre Reinforced concrete", *Cement and concrete Composites*, Vol.27, 2005, pp.875-884.
- [103] Purnell. P, Short. N.R, Page. C.L & Majumdar. A.J. "Microstructural observations in new matrix glass fibre reinforced cement", *Cement and Concrete Research*, Vol.30, 2000, pp.1747-1753
- [104] Ayadi A., Palou M. & Iratni A. "The durability of alkali-resistant glass fibres in cement matrix". *J. Phys. IV*, Vol.123, 2005, pp.155-158.
- [105] Yilmaz. V.T & Glasser. V.T. "Effect of Silica Fume Addition on the Durability of Alkali-Resistant Glass Fibre in Cement Matrices", *ACI, Mater J*, Vol.132, 1992, pp.1151-1166.
- [106] Bentur. A., "Improvement durability GFRC by silica fume treatments", *ACI. Mat.J*, Vol.124, 1990, pp.215-231.
- [107] Marikunte. S, Aldea. C & Shah. S.P. "Durability of Glass Fiber Reinforced Cement Composites: Effect of Silica Fume and Metakaolin", *Adv.Bas.Cem.Mat.*, Vol.5, 1997, pp.100-108.
- [108] Gutiérrez. R.M., Diaz. L.N. & Delvasto. S., "Effect of pozzolans on the performance of fibre-reinforced mortars", *Cement and concrete Composites*, Vol.27,2005, pp.593-598.
- [109] Peled. A, Jones, J & Shah. S.P., "Effect of matrix modification on durability of glass

- fiber reinforced cement composites", *Rilem Publ*, Vol.38, 2005, pp.163-171.
- [110] Kakemei. M & Hannnt. D.J., "Effect of autoclaving on cement composites containing Polypropylène, glass and carbon fibres", *Cement and concrete Composites*, Vol.18, 1996, pp.61-66.
- [111] Péra. J., Ambroise. J & Oriol; M., "Microwave processing og glass-fiber reinforced Composites-Modification of the microstructure", *Advn. Cem. Bas.Mat*, Vol.6, 1997, pp.116-122.
- [112] Purnell. P, Short. N.R & Page. C.L. "Super-critical Carbonation of Glass-fibre Reinforced Cement. Part 1: Mechanical Testing and Mechanical Analysis", *Composites Part A*. Vol.30, 2000, pp.1777-1787.
- [113] Seneviratne. A.M.G., Short. N.R., Purnell. P, & Page. C.L. " Preliminary investigations of the dimensional stability of super-critically carbonated glass fibre reinforced cement", *Cement and concrete Research*, Vol.32, 2002, pp.1639-1644.
- [114] Purnell. P, Seneviratne. A.M.G, Short. N.R & Page. C.L. "Super-critical carbonation of glass-fibre reinforced cement. Part 2: Microstructural observations". *Composites Part A*. Vol.34, 2003, pp.1105-1112.
- [115] Soroushian. B, Tlili. A, Yohena. M & Tilsen. B.L., "Durability characteristics of Polymer-modified glass fiber reinforced concrete", *ACI. Mat.J*, Vol.90, 1993, pp.40-49.
- [116] Rols. S, Ambroise. J & Péra. J., "Durability of Fiber-Reinforced Composites", *ACI. Mater J*, Vol.192 ,2000, pp.843-857.
- [117] Bartos. P.J.M & Zhu. W., "Effect of microsilica and acrylic polymer treatment on the Ageing of GRC", *Cement and concrete Composites*, Vol.18, 1996, pp.31-39.
- [118] Mäder. E & Plonka. R., "Coatings on alkali-resistant glass fibres for the improvement of concrete", *Journal of Indistrial Textiles*, Vol.33, N°3, 2004, pp.191-207.
- [119] Dreux. G., "Nouveau guide de béton", *Editions Eyrolles*, 1985, 312p.
- [120] Rossi. P, "Formulation et comportement mécanique des bétons de fibres métalliques (BFM)". *Annales de ITBTP*, N°492, 1991, pp.91-101.
- [121] Feret. R., "Sur la compacité des mortiers hydrauliques", *Annales de ENPC de Paris*, 1896
- [122] Langlois. V et al. " Experimental study of the mechanical behaviour of continuous glass and carbone yarn-reinforced mortars". *Const. and Buil. Mat.*; Vol. 21, 2007, pp.198-210
- [123] Mimoune. M., "Etude de matériaux composites argile-ciment-fibres". *Thèse de Doctorat*, Insa de Rennes, 1987.
- [124] Zhao. F.M. & Takeda. N., "Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites. Part. II: comparison

- with prediction", *Composites Part A*, Vol.31, 2000, pp.1215-1224.
- [125] Gao. S.L., Mäder. E, Abdkader. A. & Offermann. P., "Environmental resistance and mechanical performance of alkali-resistant glass fibers with surfaces sizings", *Journal of non-cristalline solids*", Vol.325, 2003, pp.230-241.
- [126] Wagner. H.D. "Stochastic concepts in the study of size effects in the mechanical Strength of highly oriented polymeric materials", *J. Polym. Sci., Polym. Phys.*, 1989, Vol.27, N°1, pp.115-149.

# **ANNEXES**

## Annexe 1 : Valeurs des mesures du retrait en mm

Echantillon	Après 24 h	2 j	3 j	7 j	14 j	21 j	1 mois	9 mois	1 an	3 ans
Référence	0,090	0,088	0,086	0,083	0,074	0,069	0,068	0,060	0,060	0,057
	0,168	0,164	0,162	0,160	0,151	0,148	0,146	0,137	0,137	0,134
	0,110	0,107	0,106	0,104	0,097	0,090	0,087	0,079	0,078	0,075
AR/0,5/3 *	0,133	0,130	0,127	0,116	0,113	0,108	0,105	0,097	0,097	0,095
	0,147	0,144	0,142	0,132	0,129	0,124	0,121	0,112	0,112	0,107
	0,091	0,090	0,088	0,079	0,076	0,071	0,068	0,058	0,058	0,056
AR/1/3	0,140	0,139	0,138	0,127	0,124	0,119	0,116	0,107	0,107	0,104
	0,079	0,072	0,071	0,061	0,059	0,053	0,053	0,042	0,042	0,042
	0,227	0,226	0,225	0,215	0,213	0,208	0,204	0,197	0,197	0,194
AR/1,5/3	0,133	0,131	0,130	0,120	0,118	0,113	0,110	0,101	0,101	0,098
	0,146	0,145	0,145	0,134	0,133	0,127	0,129	0,115	0,115	0,113
	0,068	0,064	0,063	0,053	0,051	0,046	0,044	0,036	0,036	0,035
AR/2/3	0,180	0,176	0,173	0,161	0,159	0,153	0,149	0,144	0,144	0,138
	0,165	0,162	0,161	0,150	0,147	0,141	0,138	0,133	0,132	0,129
	0,161	0,159	0,156	0,145	0,142	0,136	0,132	0,125	0,123	0,102
AR/2,5/3	0,160	0,159	0,157	0,146	0,144	0,139	0,136	0,130	0,129	0,126
	0,164	0,163	0,162	0,151	0,148	0,139	0,137	0,128	0,128	0,125
	0,160	0,158	0,156	0,145	0,142	0,134	0,125	0,118	0,118	0,116
AR/0,5/6	0,138	0,135	0,132	0,129	0,124	0,116	0,114	0,105	0,105	0,103
	0,181	0,178	0,174	0,172	0,162	0,160	0,157	0,145	0,145	0,144
	0,159	0,156	0,154	0,152	0,141	0,139	0,137	0,127	0,127	0,123
AR/1/6	0,128	0,125	0,122	0,120	0,113	0,108	0,108	0,100	0,099	0,097
	0,136	0,132	0,130	0,127	0,112	0,114	0,113	0,105	0,105	0,102
	0,104	0,099	0,097	0,091	0,083	0,080	0,080	0,072	0,071	0,068
AR/1,5/6	0,122	0,120	0,116	0,114	0,103	0,099	0,099	0,090	0,090	0,088
	0,165	0,161	0,159	0,152	0,143	0,139	0,139	0,131	0,131	0,127
	0,165	0,161	0,159	0,153	0,144	0,141	0,138	0,135	0,134	0,122
AR/2/6	0,119	0,117	0,080	0,075	0,065	0,064	0,062	0,051	0,051	0,042
	0,160	0,157	0,117	0,104	0,095	0,092	0,089	0,080	0,080	0,078
	0,161	0,157	0,124	0,119	0,108	0,107	0,105	0,095	0,095	0,091
AR/2,5/6	0,135	0,131	0,127	0,123	0,113	0,113	0,111	0,103	0,103	0,098
	0,107	0,102	0,095	0,091	0,081	0,079	0,078	0,069	0,069	0,066
	0,120	0,116	0,113	0,110	0,099	0,097	0,097	0,093	0,092	0,078
AR/0,5/12	0,136	0,131	0,129	0,123	0,113	0,112	0,111	0,099	0,098	0,085
	0,105	0,100	0,098	0,093	0,084	0,084	0,082	0,065	0,064	0,060
	0,159	0,155	0,151	0,145	0,136	0,136	0,133	0,121	0,121	0,116
AR/1/12	0,195	0,191	0,190	0,184	0,176	0,176	0,173	0,161	0,161	0,159
	0,126	0,120	0,117	0,112	0,103	0,102	0,099	0,085	0,085	0,080
	0,124	0,122	0,120	0,113	0,108	0,106	0,103	0,092	0,090	0,079
AR/1,5/12	0,146	0,140	0,139	0,132	0,126	0,125	0,136	0,113	0,113	0,106
	0,099	0,094	0,092	0,086	0,078	0,078	0,075	0,066	0,066	0,059
	0,144	0,140	0,138	0,134	0,124	0,123	0,120	0,110	0,109	0,103
AR/2/12	0,160	0,155	0,153	0,149	0,139	0,138	0,136	0,128	0,127	0,120
	0,139	0,135	0,132	0,127	0,117	0,117	0,114	0,105	0,105	0,103
	0,151	0,146	0,144	0,139	0,129	0,128	0,128	0,117	0,116	0,099
AR/2,5/12	0,149	0,145	0,143	0,137	0,128	0,128	0,127	0,118	0,117	0,102
	0,166	0,161	0,158	0,151	0,142	0,141	0,141	0,132	0,132	0,126
	0,190	0,185	0,183	0,176	0,168	0,167	0,166	0,157	0,157	0,146

(\*) AR/x,y : Fibre Alkali Résistant/taux de fibres en %/longueur de fibre en mm

## Annexe 2 : Tableau des valeurs des variations pondérales en g

	Durées de Conservation									
	après 24h	2 j	3 j	7 j	14 j	21 j	1 mois	9 mois	1 an	3 ans
Référence	556,2	549,8	545,7	541,8	540,0	538,2	537,6	537,8	536,5	537,3
	563,4	558,7	552,2	549,9	546,8	545,3	544,1	542,4	541,1	540,8
	548,6	541,3	535,6	533,3	530,1	529,3	528,4	526,8	525,3	525,2
AR/0,5/3	572,0	566,6	563,5	558,1	555,6	552,6	552,1	549,9	549,1	547,0
	563,4	560,0	558,1	553,5	551,1	548,1	547,0	543,4	543	540,9
	572,9	570,0	568,1	563,5	560,8	557,3	556,6	552,4	551,9	549,9
AR/1/3	567,7	564,0	561,5	556,7	554,4	550,2	549,9	544,3	543,9	540,5
	571,0	568,0	565,2	559,2	557,2	552,8	552,0	547,7	547,1	543,9
	571,8	568,2	565,6	560,3	559,9	554,4	553,9	549,5	548,9	545,3
AR/1,5/3	568,5	564,8	562,6	558,0	556,2	552,2	551,8	546,9	546,5	543,6
	559,6	555,0	552,6	549,6	547,8	543,6	542,9	539,1	538,7	535,9
	566,7	560,0	557,6	551,3	550,6	546,7	546,5	544,8	544,2	543,6
AR/2/3	548,1	539,3	535,4	530,6	529,9	526,2	525,6	525,7	524,6	524,8
	562,4	553,7	550,5	546,3	544,5	541,4	541,0	540,1	539,9	539,3
	549,6	541,2	538,0	532,5	531,0	528,1	527,9	527,2	526,1	525,7
AR/2,5/3	551,5	544,1	541,4	536,4	535,2	532	531,7	532,5	531,2	530,7
	549,2	540,2	537,8	532,9	531,6	528,8	528,4	529,1	527,5	528,0
	543,4	532,9	530,0	525,8	524,2	521,2	521,0	523	521,4	521,4
AR/0,5/6	555,6	548,1	545,6	543,3	540,1	539,3	538,1	535,5	534,5	533,4
	557,9	552,9	550,0	547,3	543,1	542,7	541,3	539,6	538,2	537,3
	556,3	549,7	546,1	543,1	540,3	539,3	538,3	536,5	535,3	534,7
AR/1/6	549,9	544,6	541,7	538,9	535,5	534,1	533,5	532,5	532	532
	532,0	527,3	523,2	519,9	517,0	515,7	515,0	514,3	513,3	513,9
	549,6	540,1	536,1	531,3	529,9	528,2	527,6	529,9	528,5	527,8
AR/1,5/6	548,7	542,5	538,8	534,8	531,4	530,4	530,0	532,5	530,9	530,1
	550,1	544,3	539,6	535,1	532,1	530,8	530,3	533,5	531,7	534,5
	547,2	540,8	537,7	532,4	530,0	529,2	528,6	531,6	531,1	530,3
AR/2/6	541,1	537,5	535,8	532,9	530	527,9	527,2	529,1	526,9	526,8
	542,3	538,1	533,4	531	530,1	528,9	528,4	526,2	526,1	526
	547	540,1	538,8	536,1	536,1	532,6	530,1	529,9	527,5	527,6
AR/2,5/6	539,5	532,4	529,5	528,1	527,6	527,1	526,8	526,5	526,6	526,1
	541,5	535,8	531,4	529,9	527,1	525,9	524,6	524,2	525,1	524,8
	543	538,6	535,1	531,4	529,4	527,9	526,7	526,2	525,7	525,4
AR/0,5/12	562,3	558,4	555,3	550,8	545,3	544,6	543,0	540,3	540	538,4
	567,4	561,2	559,2	556,1	550,6	550,0	548,6	543,3	542,6	540,7
	567,8	564,5	562,1	559,1	552,0	551,2	550,0	543,5	543,1	540,1
AR/1/12	554,3	549,9	548,2	545,0	540,0	539,9	537,8	531,8	531,7	529,4
	554,7	550,5	547,0	545,2	540,0	539,9	537,2	531,8	531,4	529,4
	559,1	553,2	549,8	546,1	541,1	540,2	539,3	533,5	533	530,6
AR/1,5/12	535,6	530,5	526,4	520,9	519,9	517,7	516,8	513,3	512,8	511,6
	539,8	535,5	533,0	530,0	526,2	524,9	523,8	520,2	519,9	518,3
	524,0	519,9	517,9	515,1	511,1	509,5	508,4	506,5	505,8	505,6
AR/2/12	556,1	550,0	546,3	541,2	537,3	536,8	535,3	534,8	533,8	534,5
	541,3	537,5	533,8	529,7	524,8	524,5	523,0	521,5	520,4	520,7
	546,9	542,9	538,7	534,6	530,3	530	528,9	527,2	526,3	526,5
AR/2,5/12	549,6	545,8	541,1	537,4	530,0	530	529,5	531,6	530,4	531,6
	546,2	540,8	536,6	531,5	529,9	527,7	526,5	526,6	525,5	525,6
	549,1	542,8	539,4	534,0	530,9	530	529,5	529	529,1	530,3

## Annexe 3 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 7 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Témoin	4	4,15	3,85	4,15	3,8	3,95	3,98	7,47	0,15	0,04
AR/0.5/3	4,1	4	3,8	3,9	3,75	4	3,93	7,36	0,13	0,03
AR/1/3	4,1	3,65	4,05	3,8	3,9	3,6	3,85	7,22	0,20	0,05
AR/1.5/3	4,05	4,15	3,2	4	3,8	3,5	3,78	7,09	0,37	0,10
AR/2/3	3,85	3,6	3,9	3,8	3,55	3,85	3,76	7,05	0,15	0,04
AR/2.5/3	4,1	4,15	4,25	3,65	4,45	3,75	4,06	7,61	0,30	0,07
AR/0.5/6	4,25	4,1	4	4,05	4	3,95	4,06	7,61	0,11	0,03
AR/1/6	3,5	4,075	3,4	3,55	4,5	3,85	3,81	7,15	0,42	0,11
AR/1.5/6	5,65	5,35	5,7	5,7	4,5	5,4	5,38	10,09	0,46	0,09
AR/2/6	4,7	5	4,95	4,7	4,65	4,8	4,80	9,00	0,14	0,03
AR/2.5/6	4,85	6,6	6,55	6,15	6,2	5,9	6,04	11,33	0,64	0,11
AR/0.5/12	4,15	3,8	4,2	4,1	4,35	3,9	4,08	7,66	0,20	0,05
AR/1/12	4,95	5,15	7,05	5,25	4,15	5	5,26	9,86	0,96	0,18
AR/1.5/12	4,8	6,4	4,95	4,35	4,6	4,75	4,98	9,33	0,73	0,15
AR/2/12	5,4	4,5	7,85	6,05	4,8	4,85	5,58	10,45	1,24	0,22
AR/2.5/12	4,4	6,8	7,75	8,25	8,3	5,75	6,88	12,89	1,55	0,23

## Annexe 4 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 14 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Témoin	4,5	4,8	5,1	4,55	4,75	5,05	4,79	8,98	0,25	0,05
AR/0.5/3	4,1	4,55	4,9	4,2	4,8	5,1	4,61	8,64	0,40	0,09
AR/1/3	4,3	4,4	4,9	4	4,3	3,9	4,30	8,06	0,35	0,08
AR/1.5/3	4,35	4,15	4,1	4,3	4,6	4,1	4,27	8,00	0,19	0,05
AR/2/3	3,9	4	4,2	4,15	4	3,75	4,00	7,50	0,16	0,04
AR/2.5/3	4,8	4,25	3,85	4,2	4,4	3,8	4,22	7,91	0,37	0,09
AR/0.5/6	4,6	4,6	4,5	4,35	4,25	3,9	4,37	8,19	0,27	0,06
AR/1/6	4,15	4,65	3,75	4	4,3	4,05	4,15	7,78	0,30	0,07
AR/1.5/6	5	4,95	6,8	5,45	5,7	6,2	5,68	10,66	0,72	0,13
AR/2/6	5,1	5,25	4,85	4,8	4,85	5	4,98	9,33	0,18	0,04
AR/2.5/6	5,7	5,95	6,2	6,55	5,3	7,7	6,23	11,69	0,84	0,13
AR/0.5/12	4,5	4,85	4,4	4,15	4,5	4,3	4,45	8,34	0,24	0,05
AR/1/12	4,1	5,55	5,2	4,55	4,2	5,3	4,82	9,03	0,61	0,13
AR/1.5/12	5,75	4,55	5,3	5,9	5,95	4,35	5,30	9,94	0,70	0,13
AR/2/12	6	4,8	4,5	8,25	6	6,5	6,01	11,27	1,34	0,22
AR/2.5/12	6,9	5,3	7,65	6,45	8,2	7,2	6,95	13,03	1,01	0,15

## Annexe 5 : Tableau des valeurs de résistance à la flexion à 28 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Témoïn	4,85	4,8	4,95	4,9	4,7	5,3	4,92	9,22	0,21	0,04
AR/0.5/3	4,9	3,9	5	4,1	4,45	4,8	4,53	8,48	0,45	0,10
AR/1/3	3,85	4,2	4,9	4,8	4,3	4,5	4,43	8,30	0,39	0,09
AR/1.5/3	4,9	4,3	4,05	4,4	4,1	4,7	4,41	8,27	0,34	0,08
AR/2/3	3,6	4,6	4,3	3,9	4	4,6	4,17	7,81	0,40	0,10
AR/2.5/3	4,4	5	4,5	4,1	5	4,8	4,63	8,69	0,36	0,08
AR/0.5/6	4,7	4,7	4,95	4,3	4,9	4,55	4,68	8,78	0,24	0,05
AR/1/6	4,5	4,25	4	4,05	4,65	3,95	4,23	7,94	0,29	0,07
AR/1.5/6	5,4	5	6,4	5,6	5,2	4,85	5,41	10,14	0,56	0,10
AR/2/6	4,95	4,9	5,75	5,55	4,85	4,6	5,10	9,56	0,45	0,09
AR/2.5/6	6,8	6,3	5,85	5,55	5,2	6	5,95	11,16	0,56	0,09
AR/0.5/12	4,65	5,2	4,25	5,15	4,8	4,7	4,79	8,98	0,35	0,07
AR/1/12	4,7	4,8	4,8	4,5	5,1	5,2	4,85	9,09	0,26	0,05
AR/1.5/12	5,2	4,35	4,15	4,95	5,5	4,9	4,84	9,08	0,51	0,11
AR/2/12	5,5	4,7	5,6	4,8	6,7	6,3	5,60	10,50	0,79	0,14
AR/2.5/12	7,15	7,4	6,75	8,1	7,6	5,95	7,16	13,42	0,74	0,10

## Annexe 6 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 7 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Référence	70,2	64,6	66,4	64,4	68,75	66,7	66,84	41,78	2,29	3,42%
AR/0.5/3	68,4	68	71,4	71,4	66,4	71,6	69,53	43,46	2,22	3,20%
AR/1/3	67	67,2	65	65,8	63	67,8	65,97	41,23	1,77	2,69%
AR/1.5/3	66,7	62,6	67,2	63,2	62,7	61	63,90	39,94	2,48	3,88%
AR/2/3	60,2	55,4	58,2	57,8	56,6	59	57,87	36,17	1,70	2,95%
AR/2.5/3	45,2	50,2	54	57,6	53,8	53,4	52,37	32,73	4,22	8,07%
AR/0.5/6	67,7	72,4	74,2	63,8	66,3	71,1	69,25	43,28	3,97	5,73%
AR/1/6	55,15	57,4	56,8	54,3	54,7	58,4	56,13	35,08	1,65	2,94%
AR/1.5/6	60,8	67,8	59,8	67,3	65,2	69,8	65,12	40,70	4,02	6,17%
AR/2/6	52,8	53,4	56,7	55	58,6	53,5	55,00	34,38	2,26	4,11%
AR/2.5/6	52,7	50,7	53,8	53,7	51,8	49,4	52,02	32,51	1,74	3,34%
AR/0.5/12	66	71	63	65,6	66,4	67	66,50	41,56	2,60	3,91%
AR/1/12	69,4	65,8	64,8	67,3	62,2	67,6	66,18	41,36	2,51	3,79%
AR/1.5/12	52,4	56,2	55,2	54,8	54,8	56,4	54,97	34,35	1,43	2,61%
AR/2/12	58,4	58,4	53,2	48,1	53,6	54,6	54,38	33,99	3,84	7,06%
AR/2.5/12	55,7	58,9	55,8	59,2	55	57,2	56,97	35,60	1,77	3,10%

## Annexe 7 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 14 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Référence	75,2	70	75,6	76,6	76	76,8	75,03	46,90	2,54	3,38%
AR/0.5/3	74,4	67,4	75,2	70,8	71,7	70,4	71,65	44,78	2,85	3,97%
AR/1/3	73,8	70	69,3	67	71	68	69,85	43,66	2,40	3,44%
AR/1.5/3	70	70,8	66	73,6	75,6	74,2	71,70	44,81	3,50	4,88%
AR/2/3	64,7	64,2	65,2	68,2	60,6	61	63,98	39,99	2,83	4,43%
AR/2.5/3	59,7	56,5	60	58,2	59,8	57,2	58,57	36,60	1,49	2,55%
AR/0.5/6	69,2	70	69	70	68	80	71,03	44,40	4,45	6,27%
AR/1/6	61	63,5	65,8	61,8	61	60,25	62,23	38,89	2,07	3,33%
AR/1.5/6	76	71,25	70,8	69,6	76	71,2	72,48	45,30	2,79	3,86%
AR/2/6	60,8	66	58,7	62,8	54,7	61,2	60,70	37,94	3,81	6,28%
AR/2.5/6	55,8	56	54,6	59,3	57,8	57,8	56,88	35,55	1,71	3,01%
AR/0.5/12	60,8	70,4	72,4	76	75,8	78,6	72,33	45,21	6,35	8,78%
AR/1/12	66	70	64,8	68,8	74,2	72,8	69,43	43,40	3,69	5,31%
AR/1.5/12	69,9	66,6	61,2	59,8	65,4	62,8	64,28	40,18	3,74	5,82%
AR/2/12	59,6	54,8	55,8	60,2	62,6	57,2	58,37	36,48	2,95	5,05%
AR/2.5/12	64,8	65,4	64	63,2	59,4	62,8	63,27	39,54	2,13	3,36%

## Annexe 8 : Tableau des valeurs de résistance en compression à 28 jours

Échantillons	Effort de rupture en KN						Ef. moy en KN	Contrainte en Mpa	Ecart type	Cof. Var
	1	2	3	4	5	6				
Référence	80,8	76,1	73,6	71,2	78,5	71	75,20	47,00	3,98	5,29%
AR/0.5/3	79,6	77	88,4	83,4	80,2	81,8	81,73	51,08	3,91	4,79%
AR/1/3	82	81,2	69,2	81,4	82,4	79,6	79,30	49,56	5,04	6,36%
AR/1.5/3	83	78,8	76	78,4	75	77,4	78,10	48,81	2,80	3,58%
AR/2/3	71,8	73,6	75,2	76,6	75	68,4	73,43	45,90	2,95	4,02%
AR/2.5/3	59,4	66	69	73	68	68,2	67,27	42,04	4,49	6,67%
AR/0.5/6	64,4	76,8	78,6	74,2	76,8	75,6	74,40	46,50	5,11	6,87%
AR/1/6	60	65	66,6	64	62,1	65,8	63,92	39,95	2,47	3,87%
AR/1.5/6	76,2	73	78	74,3	65,6	74	73,52	45,95	4,27	5,81%
AR/2/6	62	64,4	61	61,6	64	69,6	63,77	39,85	3,16	4,96%
AR/2.5/6	61	62,8	61,6	61	60	54,4	60,13	37,58	2,95	4,91%
AR/0.5/12	76	75,8	78	81	72,8	77,6	76,87	48,04	2,73	3,55%
AR/1/12	71,4	72,6	76	70,5	81,4	79,8	75,28	47,05	4,55	6,04%
AR/1.5/12	61,2	65,2	64,2	66,4	61,4	61,6	63,33	39,58	2,23	3,53%
AR/2/12	59,6	63,4	64,2	63,2	62,2	67,6	63,37	39,60	2,62	4,13%
AR/2.5/12	67,4	65,8	65	64,6	64,6	63,6	65,17	40,73	1,30	2,00%

**Annexe 9 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle humide  
(CEM II 32,5R)**

		Résistance en flexion en Mpa									
		Série						Moyenne	Ecart Type	C, V (%)	
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6				
Référence	7	8,34	9,09	8,06	9,66	9,66	9,00	8,97	0,66	7	
	14	8,91	8,53	8,72	9,09	9,84	9,28	9,06	0,47	5	
	28	10,59	9,94	9,75	10,88	10,88	11,25	10,55	0,59	6	
	90	11,16	11,63	10,50	12,10	10,41	10,88	11,11	0,66	6	
	180	10,80	12,30	11,20	9,94	9,75	10,90	10,81	0,92	9	
	360	10,69	9,75	10,97	12,19	11,63	12,19	11,23	0,95	8	
FSH2	7	16,59	12,47	11,72	18,47	11,25	12,00	13,75	3,01	22	
	14	13,13	11,81	10,97	11,25	9,38	13,41	11,66	1,49	13	
	28	8,72	13,69	13,69	15,75	13,13	15,38	13,39	2,51	19	
	90	12,38	11,34	11,81	12,56	10,59	11,53	11,70	0,72	6	
	180	11,63	9,75	11,25	9,75	11,34	11,16	10,81	0,84	8	
	360	13,03	10,22	10,50	12,56	12,56	12,66	11,92	1,23	10	
FSH 3	7	14,63	14,72	14,63	15,66	12,75	14,44	14,47	0,95	7	
	14	13,13	13,03	11,44	13,03	13,13	9,56	12,22	1,46	12	
	28	15,75	14,44	13,03	11,25	17,81	14,25	14,42	2,25	16	
	90	12,56	13,03	11,63	12,19	12,47	11,44	12,22	0,60	5	
	180	12,47	11,34	11,63	11,81	10,97	12,09	11,72	0,53	5	
	360	11,91	12,19	13,03	12,84	10,69	10,50	11,86	1,07	9	

**Annexe 10 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres à l'air libre  
(CEM II 32,5R)**

		Résistance en flexion en Mpa									
		Série						Moyenne	Ecart Type	C, V (%)	
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6				
Référence	7	8,34	9,09	8,06	9,66	9,66	9,00	8,97	0,66	7	
	14	8,75	9,15	10,11	10,45	9,73	8,24	9,41	0,84	9	
	28	11,2	9,29	10,25	9,33	10,83	11,15	10,34	0,87	8	
	90	9,9	10,72	9,85	11,25	10,56	12,53	10,8	1,00	9	
	180	9,42	8,53	11,09	9,96	10,1	11,35	10,08	1,05	10	
	360	10,59	11,44	9,94	8,44	9,38	10,41	10,03	1,04	10	
FCA2	7	16,59	12,47	11,72	18,47	11,25	12,00	13,75	3,01	22	
	14	11,91	10,13	12,75	10,41	10,88	11,44	11,25	0,98	9	
	28	17,25	16,88	14,81	16,31	14,53	16,03	15,97	1,09	7	
	90	11,91	12,56	12,38	13,13	13,50	12,66	12,69	0,56	4	
	180	8,91	12,28	10,59	11,91	10,78	12,47	11,16	1,35	12	
	360	12,94	13,31	12,00	12,00	11,06	11,25	12,09	0,89	7	
FCA 3	7	14,63	14,72	14,63	15,66	12,75	14,44	14,47	0,95	7	
	14	12,38	10,59	9,38	12,00	12,28	11,72	11,39	1,18	10	
	28	13,88	18,38	17,06	11,16	8,44	11,25	13,36	3,81	29	
	90	15,38	13,13	12,94	12,47	14,16	9,94	13,00	1,83	14	
	180	11,44	10,78	11,72	10,59	10,59	10,69	10,97	0,49	4	
	360	11,81	11,44	12,19	12,19	10,13	12,75	11,75	0,91	8	

**Annexe 11 : Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle sèche  
(CEM II 32,5R)**

		Résistance en flexion en Mpa									
		Série						Moyenne	Ecart Type	C, V (%)	
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6				
FSC2	<b>7</b>	16,59	12,47	11,72	18,47	11,25	12,00	13,75	3,01	22	
	<b>14</b>	13,13	8,44	13,97	13,13	11,06	14,63	12,39	2,28	18	
	<b>28</b>	12,75	12,56	15,09	14,72	14,44	12,75	13,72	1,15	8	
	<b>90</b>	14,06	11,25	13,88	12,56	12,94	14,53	13,20	1,20	9	
	<b>180</b>	11,53	10,69	10,78	10,41	12,66	12,19	11,38	0,90	8	
	<b>360</b>	10,88	11,81	10,88	12,00	12,38	11,16	11,52	0,63	5	
FSC3	<b>7</b>	14,63	14,72	14,63	15,66	12,75	14,44	14,47	0,95	7	
	<b>14</b>	14,44	10,31	11,81	10,13	8,44	11,81	11,16	2,04	18	
	<b>28</b>	15,00	16,88	19,59	18,38	17,06	15,94	17,14	1,65	10	
	<b>90</b>	10,13	10,97	12,75	12,47	10,69	10,41	11,23	1,11	10	
	<b>180</b>	11,91	9,75	11,72	11,53	12,66	9,75	11,22	1,20	11	
	<b>360</b>	10,69	11,34	10,50	10,97	13,41	11,63	11,42	1,06	9	

**Annexe 12 : Résistance en compression pour la durabilité des fibres (CEM II 32,5R)**

Mode de Conservation	Échantillons	Conservation en jours					
		<b>7</b>	<b>14</b>	<b>28</b>	<b>90</b>	<b>180</b>	<b>360</b>
Salle humide	Référence	47,31	51,86	53,34	56,81	71,35	71,82
	FSH2	50,36	51,48	50,92	63,04	65,39	63,59
	FSH3	54,16	56,77	61,69	63,29	61,77	63,54
Air libre	Référence	47,31	56,63	61,4	67,43	75,55	75,16
	FCA2	50,36	58,65	56,95	67,99	73,18	72,92
	FCA3	54,16	65,0	63,2	68,33	69,24	70,36
Salle sèche	FSC2	50,36	55,92	61,21	68,35	75,91	75,89
	FSC3	54,16	57,25	60,02	61,13	73,70	74,17

## Annexe 13 : Résultats de la microanalyse quantitative de l'échantillon FSH3 : Point A

point à gauche.

Résultats SEMQuant listés le 15:48:35 du 22/10/03  
Opérateur: Le Lannic-Maron  
Client: none  
Job: INSA 2  
Titre du Spectre: FSH3-04 point 2

Résolution Système = 75 eV

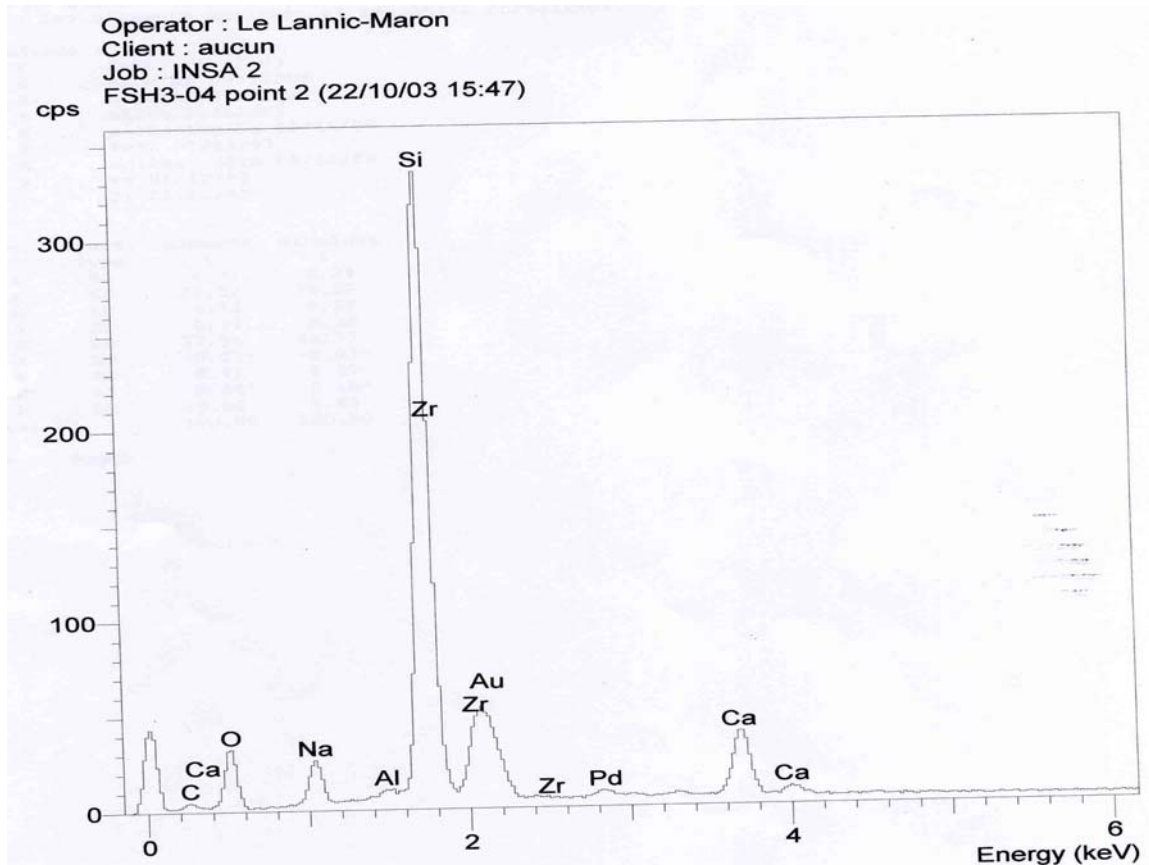
Méthode Quantitative: ZAF ( 3 itérations).  
Tous les éléments analysés et résultats normalisés.

## Standards :

C K	CaCO3 01/12/93
O K	ALUMINE 09/11/98
Na K	Albite 02/12/93
Al K	Al2O3 23/11/93
Si K	wollastonite 09/11/98
S K	FeS2 01/12/93
Ca K	wollastonite 09/11/98
Fe K	Fe 01/12/93
Zr L	Zr 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Elément %	Atomique %
C K	ED	4.37	9.34
O K	ED	24.52	39.37
Na K	ED	4.73	5.29
Al K	ED	0.34	0.32
Si K	ED	37.96	34.73
S K	ED	-0.03*	-0.03*
Ca K	ED	8.41	5.39
Fe K	ED	0.22*	0.10*
Zr L	ED	19.50	5.49
Total		100.00	100.00

\* = <2 Sigma



## Annexe 14 : Résultats de la microanalyse quantitative de l'échantillon FSH3 : Point B

point à droite

Résultats SEMQuant listés le 15:47:10 du 22/10/03  
 Opérateur: Le Lannic-Marion  
 Client: none  
 Job: INSA 2  
 Titre du Spectre: FSH3-04 point 1

Résolution Système = 75 eV

Méthode Quantitative: ZAF ( 4 itérations).  
 Tous les éléments analysés et résultats normalisés

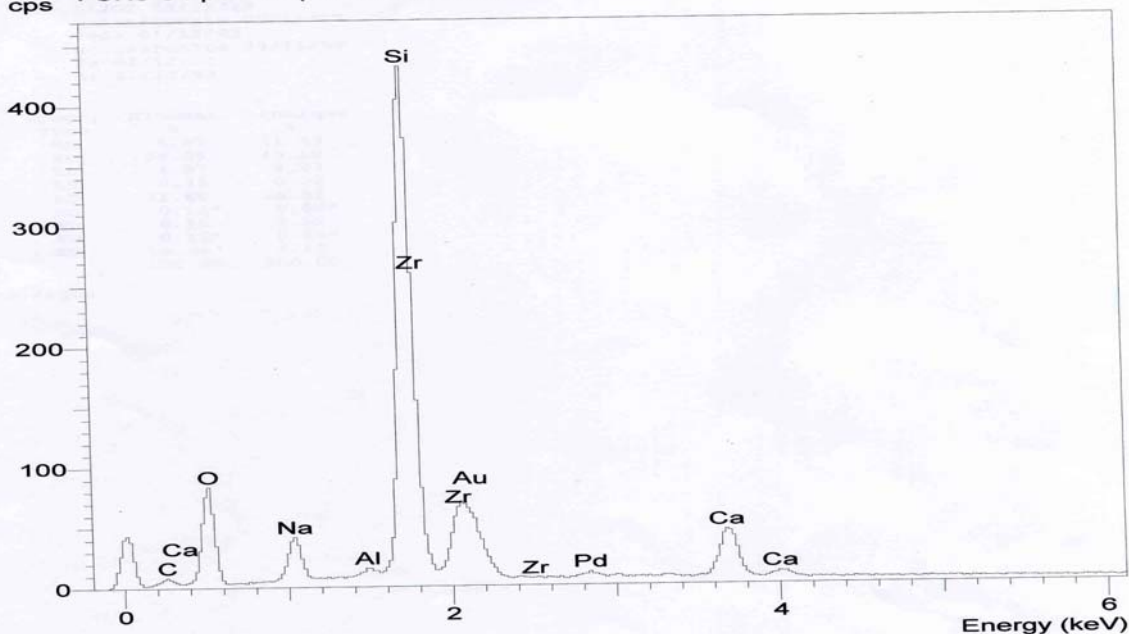
## Standards :

C K	CaCO3	01/12/93
O K	ALUMINE	09/11/98
Na K	Albite	02/12/93
Al K	Al2O3	23/11/93
Si K	wollastonite	09/11/98
S K	FeS2	01/12/93
Ca K	wollastonite	09/11/98
Fe K	Fe	01/12/93
Zr L	Zr	01/12/93

Elmt	Spect. Type	Elément %	Atomique %
C K	ED	6.07	11.63
O K	ED	34.39	49.50
Na K	ED	4.87	4.87
Al K	ED	0.35	0.30
Si K	ED	31.60	25.91
S K	ED	0.13*	0.09*
Ca K	ED	6.15	3.53
Fe K	ED	0.11*	0.05*
Zr L	ED	16.34	4.12
Total		100.00	100.00

\* = <2 Sigma

Operator : Le Lannic-Marion  
 Client : aucun  
 Job : INSA 2  
 FSH3-04 point 1 (22/10/03 15:45)



**Annexe 15: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle humide  
(CEM I 52,5)**

		Résistance en flexion en Mpa									
		Série						Moyenne			
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6		Ecart Type	C, V (%)	
Référence	7	7,50	10,69	9,66	9,56	10,13	9,56	9,52	1,08	11,3	
	14	10,31	9,28	10,50	10,22	10,78	10,97	10,34	0,59	5,7	
	28	11,72	13,31	12,84	10,78	11,25	9,56	11,58	1,37	11,9	
	90	14,63	12,47	10,78	11,72	12,56	11,25	12,23	1,36	11,1	
	180	13,69	11,72	11,53	11,16	13,50	12,56	12,36	1,06	8,6	
	360	13,50	12,19	11,25	12,84	10,50	13,13	12,23	1,16	9,5	
FSH4	7	12,84	14,91	15,47	12,75	13,50	14,25	13,95	1,11	8,0	
	14	13,31	14,53	12,94	11,34	15,47	11,72	13,22	1,59	12,0	
	28	17,06	14,44	16,78	15,94	15,19	18,47	16,31	1,44	8,8	
	90	14,91	11,63	10,41	11,25	11,06	10,69	11,66	1,65	14,1	
	180	12,84	10,22	14,63	11,63	11,06	9,28	11,61	1,91	16,5	
	360	13,50	15,00	13,03	10,31	11,25	11,06	12,36	1,78	14,4	
FSH 5	7	13,59	18,56	12,84	13,03	13,88	14,81	14,45	2,13	14,7	
	14	19,97	13,59	16,59	13,41	13,88	14,06	15,25	2,59	17,0	
	28	18,56	15,75	14,06	15,94	15,19	14,63	15,69	1,57	10,0	
	90	14,63	15,38	13,03	13,31	13,13	11,53	13,50	1,35	10,0	
	180	10,50	13,31	8,91	9,66	12,00	9,75	10,69	1,66	15,5	
	360	10,88	11,16	12,19	12,00	14,81	10,31	11,89	1,59	13,4	

**Annexe 16: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres à l'air libre  
(CEM I 52,5)**

		Résistance en flexion en Mpa									
		Série						Moyenne			
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6		Ecart Type	C, V (%)	
Référence	7	7,50	10,69	9,66	9,56	10,13	9,56	9,52	1,08	11,3	
	14	9,94	9,19	10,22	10,50	11,16	12,00	10,50	0,98	9,3	
	28	9,66	11,25	13,31	12,28	10,59	11,44	11,42	1,28	11,2	
	90	12,00	11,06	10,88	14,25	12,19	12,84	12,20	1,24	10,2	
	180	13,13	11,81	12,28	12,66	13,50	11,16	12,42	0,86	6,9	
	360	12,94	14,06	13,31	11,72	10,97	12,38	12,56	1,12	8,9	
FCA4	7	12,84	14,91	15,47	12,75	13,50	14,25	13,95	1,11	8,0	
	14	14,06	18,47	14,91	13,41	15,09	15,38	15,22	1,75	11,5	
	28	16,50	16,13	18,56	17,25	16,69	17,25	17,06	0,86	5,0	
	90	12,00	13,69	10,97	12,38	13,03	11,53	12,27	0,99	8,1	
	180	13,31	11,44	12,94	10,88	12,19	8,72	11,58	1,67	14,4	
	360	12,38	12,94	13,69	11,06	11,91	14,63	12,77	1,28	10,0	
FCA5	7	13,59	18,56	12,84	13,03	13,88	14,81	14,45	2,13	14,7	
	14	17,16	18,00	16,97	16,13	15,84	15,28	16,56	0,99	6,0	
	28	18,19	16,31	17,25	13,13	17,25	13,78	15,98	2,06	12,9	
	90	15,56	13,59	11,72	14,44	12,47	13,22	13,50	1,38	10,2	
	180	14,81	13,88	12,56	13,03	11,16	11,72	12,86	1,35	10,5	
	360	16,97	14,25	13,50	11,72	11,25	11,44	13,19	2,21	16,8	

**Annexe 17: Résistance en flexion pour la durabilité des fibres en salle sèche  
(CEM I 52,5)**

		Résistance en flexion en Mpa								
		Série						Moyenne	Ecart Type	C, V (%)
Echantillons	Conservation en jours	1	2	3	4	5	6			
FSC4	7	12,84	14,91	15,47	12,75	13,50	14,25	13,95	1,11	8,0
	14	13,69	12,09	12,94	14,25	14,72	14,81	13,75	1,07	7,8
	28	17,81	15,19	14,91	14,63	15,75	14,25	15,42	1,28	8,3
	90	13,50	12,19	11,16	14,63	9,94	12,19	12,27	1,66	13,5
	180	12,47	11,16	11,34	10,78	11,81	12,38	11,66	0,68	5,8
	360	11,25	10,31	12,94	9,47	12,00	10,88	11,14	1,23	11,0
FSC5	7	13,59	18,56	12,84	13,03	13,88	14,81	14,45	2,13	14,7
	14	17,81	15,94	15,19	16,97	14,81	15,38	16,02	1,16	7,2
	28	17,44	16,50	13,69	14,25	15,38	16,88	15,69	1,50	9,6
	90	10,50	13,50	10,03	13,03	12,19	12,00	11,88	1,37	11,5
	180	9,75	12,00	13,88	9,94	12,94	13,50	12,00	1,79	14,9
	360	9,28	10,69	11,44	9,94	10,97	12,19	10,75	1,04	9,7

**Annexe 18: Résistance en compression pour la durabilité des fibres (CEM I 52,5)**

Mode de Conservation	Échantillons	Conservation en jours					
		7	14	28	90	180	360
Salle humide	Référence	62,71	65,78	75,94	85,95	100,05	102,90
	FSH4	66,03	71,98	80,05	84,78	95,49	96,70
	FSH5	58,33	66,09	69,64	79,33	84,89	89,88
Air libre	Référence	62,71	61,27	71,96	87,90	89,73	91,36
	FCA4	66,03	71,61	82,60	81,95	85,73	83,70
	FCA5	58,33	69,17	73,54	77,50	77,40	75,47
Salle sèche	FSC4	66,03	65,88	79,84	82,38	82,29	89,79
	FSC5	58,33	66,72	74,50	78,50	77,34	80,20