



HAL
open science

Influence de la nature minéralogique des granulats sur leur comportement et celui du béton à haute température

Zhi Xing

► **To cite this version:**

Zhi Xing. Influence de la nature minéralogique des granulats sur leur comportement et celui du béton à haute température. Matériaux. Université de Cergy Pontoise, 2011. Français. NNT : . tel-00624785

HAL Id: tel-00624785

<https://theses.hal.science/tel-00624785>

Submitted on 19 Sep 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE DE DOCTORAT

Présentée pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE

Spécialité : Génie Civil

Par

Zhi XING

Sujet de la thèse :

Influence de la nature minéralogique des granulats sur leur comportement et celui du béton à haute température

Soutenue le 11 Juillet 2011

Devant le jury composé de :

Rapporteur	M. Frédéric SKOCZYLAS	Professeur à l'Ecole Centrale de Lille
Rapporteur	M. Jean-Michel TORRENTI	Professeur à l'ENPC, IFSTTAR
Examineur	M. Yann MALECOT	Professeur à l'Université Joseph Fourier de Grenoble
Examineur	M. Horacio COLINA	Directeur Délégué au Développement Technique, ATILH
Co-encadrant	Mme. Anne-Lise BEAUCOUR	Maître de conférences à l'Université de Cergy-Pontoise
Co-encadrant	M. Ronan HEBERT	Maître de conférences à l'Université de Cergy-Pontoise
Co-encadrant	Mme. Béatrice LEDESERT	Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise
Directeur de thèse	M. Albert NOUMOWE	Professeur à l'Université de Cergy-Pontoise

Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil - L2MGC - EA 4114

Laboratoire Géosciences et Environnement Cergy – GEC - EA 4506

Remerciements

Je tiens tout d'abord à vous remercier chaleureusement les membres du jury, principalement Monsieur Yann MALECOT qui a accepté d'être le président du jury. Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Frédéric SKOCZYLAS et Monsieur Jean-Michel TORRENTI qui ont eu la lourde tâche d'effectuer un rapport sur le travail de ma thèse, à Monsieur Horacio COLINA pour son travail d'examineur. Je vous exprime toute ma gratitude.

Je tiens également à remercier Monsieur Albert NOUMOWE, mon directeur de thèse, pour ses conseils avant et tout au long de mes quatre années de recherche, de son soutien et de la confiance à mon égard.

Je voudrais également remercier Madame Anne-Lise BEAUCOUR, Madame Béatrice LEDESERT et Monsieur Ronan HEBERT qui m'ont encadrés dans le travail de ma thèse pendant ces quatre ans et avec qui ce fut un grand plaisir de pouvoir dialoguer, expliquer, concevoir de nouvelles approches. Je les remercie beaucoup de leurs patientes et des soutiens qu'ils m'ont accordés tout au long de ces années de thèse.

Mes remerciements s'adressent à Madame Nancy BRODIE-LINDER, Maître de Conférences à l'Université de Cergy-Pontoise, avec qui j'ai travaillé sur l'analyse des granulats par spectroscopie infrarouge et adsorption d'azote.

Je remercie Lilian CRISTOFOL, Assistant Ingénieur au L2MGC, pour les observations effectuées au MEB, sa disponibilité et ses conseils appréciés.

Je tiens également à remercier Annelise COUSTURE, Ingénieur de Recherche au L2MGC, pour les mesures des granulats par la diffraction des rayons X.

Mes remerciements s'adressent de même à tous les doctorants, le personnel du Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil et du Laboratoire Géosciences et Environnement Cergy et toute l'équipe des enseignants du département de Génie Civil de l'Université de Cergy-Pontoise.

Je tiens sincèrement à remercier du fond du cœur mes parents, mes beaux-parents, ma chère Wei YAN et toutes les personnes qui n'ont cessé de me soutenir et de m'encourager. Je vous dédie ce mémoire.

Zhi Xing

TABLE DES MATIERES

Table des matières	5
Liste des tableaux	11
Liste des figures	13
Liste des notations	23
Résumé	25
Abstract	27
Introduction générale	29
Chapitre 1 - Etude bibliographique	35
Introduction	35
1. Généralités sur la microstructure et les constituants du béton	37
1.1. Les granulats.....	37
1.2. Chimie de la pâte de ciment.....	38
1.2.1. Composition du ciment Portland.....	38
1.2.2. Hydratation du ciment.....	39
1.2.3. Les CSH.....	40
1.3. Microstructure de la pâte de ciment.....	42
1.4. Eau contenue dans la pâte de ciment.....	43
1.5. La liaison pâte-granat.....	45
2. Modifications microstructurales de la matrice cimentaire sous l'effet de la température	47
3. Comportement des granulats sous l'effet de la température	51
3.1. Modifications minéralogiques des principaux minéraux des granulats.....	53
3.2. Perte de masse des différentes roches.....	56
3.3. Dilatation thermique des différentes roches.....	59
3.4. Fissuration thermique.....	64
3.5. Evolution du comportement mécanique des roches avec la température.....	67
4. Influence des granulats sur le comportement physique et mécanique du béton sous l'effet de la température	76

4.1. Déformation thermique et incompatibilité pâte/granulat.....	76
4.2. Evolution des propriétés thermiques du béton en fonction de la température.....	78
4.2.1. Conductivité thermique du béton.....	79
4.2.2. Chaleur spécifique du béton.....	82
4.3. Influence de la nature des granulats sur l'évolution des propriétés physiques du béton soumis à une température élevée.....	86
4.3.1. Evolution de la porosité.....	86
4.3.2. Evolution de la perte de masse.....	88
4.4. Influence de la nature des granulats sur le comportement mécanique du béton soumis à une température élevée.....	90
4.4.1. Evolution de la résistance en compression.....	91
4.4.2. Evolution de la résistance en traction du béton.....	95
4.4.3. Evolution du module d'élasticité du béton.....	99
Conclusion de l'étude bibliographique.....	101
Références.....	104
CHAPITRE 2 – Méthodologie expérimentale.....	113
Introduction.....	113
1. Caractéristiques des matériaux utilisés.....	115
1.1. Le ciment.....	115
1.2. L'eau.....	115
1.3. Le superplastifiant.....	115
1.4. Les granulats.....	116
1.4.1. Caractéristiques granulométriques.....	116
1.4.2. Masses Volumiques réelles et coefficient d'absorption d'eau.....	118
1.4.3. Caractéristiques chimiques.....	119
2. Préparation et conditionnement des échantillons de béton.....	120
2.1. Formulation et composition des bétons.....	120
2.2. Procédure de fabrication des bétons.....	122
2.3. Conditionnement.....	123

3. Echantillonnage des granulats	123
3.1. Classification pétrographique des granulats.....	123
3.2. Etat hydrique.....	125
4. Méthodologie et programme expérimental	125
4.1. Cycles de chauffage-refroidissement.....	125
4.2. Caractérisation du comportement du béton soumis à une température élevée.....	127
4.3. Caractérisation des granulats soumis à une température élevée.....	128
5. Procédures expérimentales	129
5.1. Etude de la microstructure des granulats en fonction de la sollicitation thermique.....	129
5.1.1. Microscopie optique.....	129
5.1.2. Mesure de la porosité à l'eau sous vide des granulats.....	130
5.1.3. Observation au microscope électronique à balayage.....	131
5.1.4. Mesure de la porosité par adsorption de gaz.....	132
5.2. Modification de la composition chimique et de la minéralogie des granulats en fonction des sollicitations thermiques.....	133
5.2.1. Mesure de la perte de masse des granulats.....	133
5.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG) des granulats.....	134
5.2.3. Mesures par la diffraction de rayons X (DRX).....	134
5.2.4. Identification des phases magnétiques des silex.....	136
5.3. Mesures des propriétés mécaniques du béton soumis à une température élevée.....	138
5.3.1. Essais de compression uniaxiale.....	138
5.3.1.1. Mesure du module d'Young.....	138
5.3.1.2. Mesure de la résistance à la rupture.....	139
5.3.2. Essais de traction par fendage.....	139
5.4. Mesures des propriétés physiques et thermiques de béton soumis à une température élevée.....	140
5.4.1. Mesure de la perte de masse du béton.....	140
5.4.2. Mesure de la porosité et de la masse volumique du béton.....	141
5.4.3. Mesures des propriétés thermiques des bétons.....	142
5.4.3.1. Gradient thermique entre la surface et le coeur de l'éprouvette de béton.....	142

5.4.3.2. Evolution des indicateurs des propriétés thermiques des bétons par Hotdisk.....	143
Références.....	146
CHAPITRE 3 – Comportement des granulats à haute température : étude de l’influence de la composition chimique et minéralogique.....	149
Introduction.....	149
1. Observations macroscopiques des effets des sollicitations thermiques des granulats.....	151
1.1. Description des désordres des granulats saturés.....	152
1.2. Importance du rôle de l’eau dans les granulats.....	159
1.3. Observation globale du réseau d’endommagements de silex à l’œil nu.....	161
1.4. Evolution de l’épaisseur de décarbonatation dans les calcaires.....	163
2. Modification de la composition chimique et minéralogique des granulats en fonction des sollicitations thermiques.....	165
2.1. Perte de masse.....	166
2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	167
2.3. Analyse des silex par spectroscopie infrarouge.....	169
2.4. Evolution de la composition minéralogique des granulats par DRX.....	171
2.5. Identification des phases magnétiques des silex.....	174
3. Evolution des propriétés thermiques des granulats pendant le chauffage.....	177
4. Etude de la microstructure des granulats en fonction de la sollicitation thermique.....	181
4.1. Description microscopique des granulats non chauffés.....	181
4.1.1. Analyse pétrographique du granulat calcaire.....	181
4.1.2. Analyse pétrographique du granulat siliceux.....	184
4.1.3. Analyse pétrographique du granulat silico-calcaire.....	193
4.1.3.1. Les silex.....	193
4.1.3.2. Les carbonates.....	196
4.1.3.3. Autres types lithologiques non déterminés macroscopiquement.....	199
4.2. Porosimétrie à l’eau des granulats sous vide.....	204
4.3. Observation microscopique globale des endommagements de silex.....	205
4.4. Observation des granulats au microscope électronique à balayage (MEB).....	207

4.4.1. Microstructure des endommagements de silex.....	207
4.4.2. Relations entre macrofissures et microfissures : le «faïençage» du silex.....	210
4.4.3. Relation entre fissuration et inclusions dans le silex.....	211
4.4.4. Observation microstructurale des endommagements des quartzites.....	214
4.5. Caractérisation de la porosité des granulats par adsorption d'azote.....	215
Conclusion.....	219
Références.....	221
Chapitre 4 – Comportement des bétons à haute température : étude de l'influence de la nature des granulats.....	225
Introduction	225
1. Comparaison des dégradations de bétons de différents granulats.....	227
1.1. Evolution de la dégradation des éprouvettes de béton en fonction de la température de chauffage.....	227
1.2. Evolution de la fissuration aux interfaces pâte/granat en fonction de la température de chauffage.....	229
1.2.1. Béton ordinaire.....	229
1.2.2. Béton à hautes performances.....	245
2. Evolution des propriétés physiques des bétons.....	249
2.1. Perte de masse du béton chauffé.....	249
2.2. Porosité et densité apparente des bétons.....	251
3. Evolution des propriétés thermiques des bétons.....	257
3.1. Evolution de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique des bétons.....	257
3.1.1. Propriétés thermiques des bétons après refroidissement.....	257
3.1.2. Propriétés thermiques à chaud des bétons.....	263
3.2. Différence de température entre la surface et le centre de l'éprouvette de béton.....	268
4. Evolution des propriétés mécaniques du béton.....	272
4.1. Résistance résiduelle en compression.....	272
4.2. Résistance résiduelle en traction par fendage.....	275
4.3. Module d'élasticité résiduel.....	277
Conclusion.....	280

Références	285
Chapitre 5 – Simulation de cas d’incendie dans un tunnel sur un bicouche roche/béton fabriqué au laboratoire	287
Introduction	287
1. Compositions et caractéristiques des matériaux du bicouche	288
1.1. Formulation du béton.....	288
1.2. Caractéristiques du calcaire du Liais.....	288
1.3. Fabrication des éprouvettes bicouches.....	288
1.4. Mise en place des thermocouples.....	289
1.5. Chauffage des éprouvettes.....	290
2. Endommagement thermique des bicouches	291
3. Transfert de chaleur dans le bicouche	295
Conclusion	298
Références	300
Conclusion générale et perspectives	301
Annexe	309

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 Eléments constitutifs de la structure d'une roche [Homa 1986].....	38
Tableau 1.2 Les principales réactions physico-chimiques dans le béton à haute température [Noum 1995].....	48
Tableau 1.3 Pertes de masse de différents granulats [Robe 2009].....	57
Tableau 1.4 Coefficients d'expansion thermique de différentes natures de granulat en fonction de la température.....	61
Tableau 1.5 Dilatation thermique de la calcite et du quartz, résultats repris dans [Lion 2004].....	63
Tableau 1.6 Evolution de la ténacité des roches siliceuses avec le traitement thermique [Doma 1992].....	75
Tableau 2.1 Composition chimique du ciment (données Calcia).....	115
Tableau 2.2 Caractéristiques techniques du superplastifiant haut réducteur d'eau © CIMFLUID 2002.....	116
Tableau 2.3 Classe granulaire, masse volumique réelle et coefficient d'absorption d'eau des trois types de granulats étudiés.....	119
Tableau 2.4 Liste récapitulative des caractéristiques chimiques des granulats utilisés dans notre étude (mesures réalisées au Laboratoire Evaluation des Matériaux de CTG Italcementi Group).....	120
Tableau 2.5 Composition des bétons de l'étude (données pour pour 1 m ³).....	121
Tableau 2.6 Composition des mortiers à matrice hautes performances étudiés (valeurs exprimées pour 1 m ³).....	122
Tableau 2.7 Composition pétrographique des graviers des granulats calcaires, silico-calcaires, siliceux.....	124
Tableau 2.8 Présentation des essais réalisés pour chaque type de béton.....	128
Tableau 3.1 Bilan des désordres des granulats saturés observés lors des sollicitations thermiques.....	159
Tableau 3.2 Valeurs de perte de masse moyenne et écart type pour les granulats calcaires, silico-calcaires et siliceux. (* : Échantillons non éclatés).....	166
Tableau 3.3 Propriétés thermiques mesurées (bétons et mortier HP) et calculées (granulats) en fonction de la température pendant le chauffage.....	179
Tableau 3.4 Porosité totale en % des trois types de granulats étudiés.....	204
Tableau 3.5 Evolution des surfaces spécifiques des silex en comparaison avec le quartzite.....	217

Tableau 4.1 Perte de masse moyenne des bétons étudiés après chauffage.....	249
Tableau 4.2 Porosité à l'eau des bétons ordinaires testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.....	251
Tableau 4.3 Porosité à l'eau des bétons à hautes performances testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.....	252
Tableau 4.4 Densité apparente des bétons ordinaires testés en fonction du type de granulat et du cycle de traitement thermique.....	255
Tableau 4.5 Densité apparente des bétons à hautes performances testés en fonction du type de granulat et du cycle de traitement thermique.....	255
Tableau 4.6 Propriétés thermiques des bétons ordinaires après les différents cycles de chauffage-refroidissement.....	258
Tableau 4.7 Propriétés thermiques des bétons à hautes performances après les différents cycles de chauffage-refroidissement.....	259
Tableau 4.8 Propriétés thermiques à chaud des bétons ordinaires en fonction de la température.....	264
Tableau 4.9 Propriétés thermiques à chaud des bétons à hautes performances étudiés en fonction de la température.....	265
Tableau 4.10 Différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette (ΔT) et température de surface (T_{surface}) à l'apparition des pics pour les différents bétons ordinaires.....	270
Tableau 4.11 Différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette (ΔT) et température de surface (T_{surface}) à l'apparition des pics pour les différents bétons à hautes performances.....	270
Tableau 4.12 Résistances résiduelles à la compression du béton (* indique quand une partie des éprouvettes a éclaté).....	273
Tableau 4.13 Résistances résiduelles à la traction par fendage des bétons étudiés.....	276
Tableau 4.14 Module d'élasticité résiduel du béton (* signifie qu'il y a le phénomène d'éclatement).....	278

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 Cristaux de Portlandite.....	40
Figure 1.2 Gel de CSH.....	40
Figure 1.3 Modèle de gel de CSH, a) Modèle de Powers et Brunauner (1968), à gauche ; b) Modèle de Feldman et Sereda (1968), à droite.....	42
Figure 1.4 Répartition des tailles des éléments d'une matrice cimentaire.....	43
Figure 1.5 Présentation de l'eau du CSH, a) Eau interfeuillet du CSH, à gauche; b) Eau interlamellaire du CSH, à droite (Sierra 1974).....	44
Figure 1.6 Modèle de la morphologie de l'auréole de transition d'un Béton Ordinaire (Diamond 1986).....	46
Figure 1.7 Fissuration due au séchage, a) Granulats de type granite ; b) Granulats de type marbre [Perr 2001].....	47
Figure 1.8 Analyse ATG (a) et ATD (b) de quatre pâtes de ciment [Ye 2007].....	49
Figure 1.9 Courbes déterminées par analyse thermique différentielle sur 3 BHP [Died 1989].....	49
Figure 1.10 Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment portland au cours d'un traitement thermique [Cast 2004].....	50
Figure 1.11 Variation de la distribution porosimétrique d'une pâte de ciment (E/C = 0,3) en fonction des traitements thermiques (20°C, 50°C, 150°C, 250°C, 350°C et 450°C) [Tsim 1998]...51	51
Figure 1.12 Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [Khou 2005].....	52
Figure 1.13 Illustration du caractère instable des silex sous l'effet d'un chauffage 1°C/min [Mind 2009].....	53
Figure 1.14 Diagramme de phase de la silice.....	55
Figure 1.15 Perte de masse de deux types de granulats (calcaire et siliceux) d'après Harmathy et Allen (1973) [Meno 2004].....	58
Figure 1.16 Variation de poids en fonction de la température, a) roches carbonatées ; b) roches de la famille des granites ; c) grès. [Homa 1986].....	59
Figure 1.17 Les déformations de granulats, a) calcaires ; b) silico-calcaire et siliceux [Robe 2009].....	61
Figure 1.18 Coefficients d'expansion volumique de quartz monocristal, de quartz broyé en poudre et de chert [Sorr 1974].....	64

Figure 1.19 Evolution de la largeur des fissures intercrystallines en fonction de la température pour les granites de Senones et de Remiremot [Bere 1988].....	66
Figure 1.20 Essais de compression uniaxiale sur un marbre préfissuré thermiquement à 600°C (les chiffres correspondent aux nombres de cycles thermiques effectués) [Mahm 1998].....	68
Figure 1.21 Evolution de performance des roches carbonatées en fonction de la température. a) évolution du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression, [Homa 1986].....	69
Figure 1.22 Evolution de performance d'un marbre et d'un calcaire en fonction de la température. a) variation du rapport des résistances en compression; b) évolution du rapport des modules, [Zhan 2009].....	70
Figure 1.23 Essais de compression uniaxiale sur le calcaire d'Euville [Homa 1986], a) sous température, à gauche ; b) préfissuré thermiquement, à droite.....	70
Figure 1.24 Variation des performances mécaniques sous température des roches de la famille des granites en fonction de la température. a) variation du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression, d'après Homand-Etienne (1986).....	71
Figure 1.25 Evolution de la performance des grès en fonction de la température. a) évolution du rapport des modules d'Young ; b) évolution du rapport des résistances à la compression, [Bere 1988].....	72
Figure 1.26 Comparaison des propriétés mécaniques de deux grès différents en fonction de la température. a) évolution du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport des modules d'Young [Zhan 2009] [Rao 2007].....	73
Figure 1.27 Evolution de la ténacité de roches siliceuses après le traitement thermique [Doma 1992].....	74
Figure 1.28 a) Evolution de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats avec la température, à gauche [Cast 2004] ; b) Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats, à droite [Pias 1989].....	77
Figure 1.29 Relation entre le coefficient de dilatation thermique du béton et celui du granulat à température ambiante (d'après [Mind 2009]).....	78
Figure 1.30 Evolution de la conductivité thermique du béton en fonction de la température.....	79
Figure 1.31 Evolution de la conductivité thermique de quelques roches (QS-quartzite, GR-1-granite, LI-calcaire) avec la température [Flynn 1999].....	80
Figure 1.32 Evolution de la conductivité thermique de différents bétons avec la température en fonction de la nature des granulats. a) résultats repris dans [Baza 1996] en haut ; b) résultats repris dans [Noum 1995] en bas.....	82
Figure 1.33 Evolution de la chaleur spécifique de trois pâtes de ciment (E/C = A-0.25, B-0.33 et C-0.50) avec la température, a) valeurs théoriques ; b) valeurs mesurées, [Harm 1970].....	83

Figure 1.34 Evolution de la chaleur spécifique de quelques roches avec la température selon Vosteen and schellschmidt 2003 [Vost 2003] à gauche et Harmathy 1970 à droite [Harm 1970]...	83
Figure 1.35 Evolution de la chaleur spécifique en fonction de la température selon les normes [Noum 1995].....	84
Figure 1.36 Evolution de la chaleur spécifique des bétons avec la température selon l'Eurocode 2 [Euro 2004]. Le pic à 100 °C dépend de la teneur en eau du béton : 0, 1.5 et 3% (teneur exprimée en masse).....	84
Figure 1.37 Evolution de la chaleur spécifique résiduelle après traitement thermique [Kali 1998].....	85
Figure 1.38 Variation de la chaleur spécifique de différents bétons en fonction de la nature du granulat [Baza 1996].....	85
Figure 1.39 Evolution de la porosité à l'eau et au mercure (MIP) [Irex 2005] (C : béton de granulat calcaire, SC : béton de granulat silico-calcaire).....	87
Figure 1.40 Evolution de la porosité à l'eau du béton après traitement thermique.....	87
Figure 1.41 Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction de la température du béton.....	88
Figure 1.42 Perte de masse des bétons chauffés à la vitesse de 1°C/min [Hage 2004].....	88
Figure 1.43 Evolution de la perte de masse du béton sous l'effet de la température pour différents types de granulat.....	90
Figure 1.44 Evolution de la résistance en compression relative d'un béton en fonction du type d'essai réalisé : hot - à chaud, residual - après refroidissement [Hage 2004].....	91
Figure 1.45 Résistance relative résiduelle en compression de bétons en fonction du type de granulat [Savv 2005].....	93
Figure 1.46 Résistance en compression de bétons avec différents types de granulats sous température [Xiao 2004].....	93
Figure 1.47 Résistance en compression relative de différents bétons en fonction de la température [Robe 2009].....	94
Figure 1.48 Variation de la résistance relative à la compression des bétons en fonction de la température et du type de granulats [Mare 1970].....	94
Figure 1.49 Evolution de la résistance en compression de béton (à chaud) en fonction de la température [Irex 2005].....	95
Figure 1.50 Evolution de la résistance en traction directe mesurée à chaud, a) Hager 2004, à gauche, b) Gambarova 2003, à droite.....	96
Figure 1.51 Evolution de la résistance en traction par fendage d'un béton ordinaire mesurée après refroidissement et à chaud en fonction de la température [Schn 1985].....	97

Figure 1.52 Evolution de la résistance en traction par fendage de différents bétons en fonction de la température [Schn 1985].....	98
Figure 1.53 Evolution de la résistance résiduelle en traction par fendage de trois bétons de même formulation réalisés avec trois natures de granulats différentes : basalte, calcaire et siliceux [Bamo 2007], (SLC : granulats siliceux, CLC : granulats calcaires, BSL : granulats basaltes, PRT : ciment portland durci rapidement).....	98
Figure 1.54 Evolution du module d'élasticité de bétons de natures différentes de granulats en fonction de la température [Schn 1985].....	100
Figure 1.55 Evolution relative du module d'élasticité résiduel de bétons de granulats siliceux et calcaires en fonction de la température [Savv 2005].....	100
Figure 1.56 Evolution avec la température du module d'élasticité relatif d'un béton en fonction de la nature du granulats (silico-calcaire et calcaire) à chaud, a) M75SC et M75C à gauche [Pimi 2002] ; b) B40SC et B40 à droite [Mind 2009].....	101
Figure 2.1 Analyse granulométrique des granulats étudiés en utilisant la méthode Dreux-Grorisse [Dreu 2002] : a) granulats calcaires ; b) granulats silico-calcaires ; c) granulats siliceux. En abscisse les ouvertures des tamis en mm, en ordonnée les pourcentages de refus.....	118
Figure 2.2 Cycles de chauffage-refroidissement imposés aux différents types de granulats. Les cycles pour les bétons sont identiques mais menés uniquement à 300, 600 et 750°C.....	126
Figure 2.3 a) Four de chauffage-refroidissement, à gauche ; b) Dispositif d'acquisition, à droite.....	127
Figure 2.4 Disposition des éprouvettes de béton dans le four.....	127
Figure 2.5 Le microscope polarisant.....	130
Figure 2.6 Dispositif de mesure de porosité, a) la cloche en verre hermétique, à gauche ; b) la balance électronique, à droite.....	131
Figure 2.7 (a) Microscope électronique à balayage (MEB) LEICA S430i du L2MGC, à gauche, (b) Silex et lames minces métallisés à observer sous MEB, à droite.....	132
Figure 2.8 Appareil d'adsorption BELSORP-mini du laboratoire GEC de l'Université de Cergy-Pontoise.....	133
Figure 2.9 Principe de la loi de Bragg.....	136
Figure 2.10 Appareil détecteur de magnétisme du laboratoire GEC de l'Université de Cergy-Pontoise, (a) magnétomètre et magnétiseur, en haut, (b) four de désaimantation, en bas...	137
Figure 2.11 Dispositif de mesure des propriétés mécaniques, a) presse hydraulique, à gauche ; b) extensomètre pour mesurer le module d'élasticité, à droite.....	139
Figure 2.12 Schéma de l'essai de traction par fendage.....	140
Figure 2.13 un quart de cylindre Ø 16 cm x 5 cm.....	141

Figure 2.14 Epreuve de béton avec des thermocouples, (a) position des thermocouples dans une éprouvette de béton, (b) position d'un thermocouple en surface de béton.....	143
Figure 2.15 Mesures des propriétés thermiques des bétons après le cycle de chauffage-refroidissement, a) le dispositif du Hot-Disk, à gauche ; b) disposition de sonde, au centre ; c) la sonde de kapton en bas et la sonde de mica en haut, à droite.....	144
Figure 3.1 a) Silex préséchés après le cycle de chauffage à 600°C (Les fils blancs correspondent aux thermocouples) ; b) Courbe de cycle de chauffage réel et théorique.....	152
Figure 3.2 Comparaison de granulats calcaires avant et après la transformation de CaO en Portlandite (Ca(OH) ₂) après le chauffage à 750°C, a) Immédiatement après le cycle de chauffage-refroidissement de 750°C, b) 3 jours après le cycle de chauffage-refroidissement à 750°C.....	153
Figure 3.3 Température d'éclatement d'un silex noir, vers 267°C.....	155
Figure 3.4 Comparaison de différents types de silex initialement saturés avant et après chauffage à 300°C, 450°C ou 600°C.....	156
Figure 3.5 Changement d'apparence de silex de couleurs variées après chauffage à 450°C, 600°C ou 750°C.....	157
Figure 3.6 Comparaison des différents types de quartzites initialement saturés avant et après chauffage à 600°C et 750°C.....	158
Figure 3.7 Comparaison de différents types de silex préséchés avant et après chauffage à 300°C, 450°C et 600°C.....	160
Figure 3.8 Observation de la fissuration à l'œil nu des silex chauffés à 600°C, (a), (b) et (e) silex marron, (c) et (d) silex gris.....	162
Figure 3.9 Evolution de la pénétration de la couche de décarbonatation de calcaire pour différents temps de la phase de stabilisation du chauffage. (CMF : calcaire marron foncé ; CGF : calcaire gris foncé).....	164
Figure 3.10 Evolution de l'épaisseur de la couche décarbonatée de calcaire avec l'augmentation de la durée du traitement thermique de palier.....	165
Figure 3.11 ATG sur silex de différentes couleurs.....	168
Figure 3.12 ATG sur quartzite de différentes couleurs.....	168
Figure 3.13 ATG sur calcaire de différentes couleurs.....	168
Figure 3.14 Spectres FTIR de deux silex avant et après traitement thermique à 600°C.....	170
Figure 3.15 Comparaison des diagrammes de DRX du silex noir et du quartzite blanc à différentes températures.....	172
Figure 3.16 Comparaison des diagrammes de DRX de silex noir et silex marron entre 65° et 70° 2θ, a) Silex noir, b) Silex marron.....	173

Figure 3.17 Comparaison des diagrammes de DRX du calcaire gris foncé.....	174
Figure 3.18 Courbes d'IRM à température ambiante obtenues pour des échantillons de silex non chauffé.....	175
Figure 3.19 La désaimantation thermique progressive des courbes d'IRM à trois axes d'un silex non chauffé, a) silex marron, b) silex beige, c) silex noir, d) silex gris.....	177
Figure 3.20 Evolution des conductivités thermiques (a), diffusivités thermiques (b) et chaleurs spécifiques (c) des trois types de granulats avec la température.....	180
Figure 3.21 Observation d'une lame mince de granulat calcaire gris foncé (échantillon P1) au microscope optique polarisant, a) micrite recoupée par une veinule de calcite (micro-sparite), b) amas sparitique (clair) avec matière organique et pyrite (sombre), c) pyrite identifiée en lumière réfléchie.....	182
Figure 3.22 Observation d'une lame mince de granulat calcaire marron foncé (échantillon P2) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinules de micro-sparite, b) amas sparitique, c) pyrite avec une auréole de matière organique.....	183
Figure 3.23 Observation de lame mince de granulat calcaire marron clair (échantillon P3) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinules entrecroisées, veine sparitique et veine plissée, b) zoom de la veine sparitique de gauche, c) veine plissée (clair) avec matière organique et pyrite (sombre).....	183
Figure 3.24 Observation de lame mince de granulat calcaire gris clair (échantillon P4) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinule et sparite, b) sparite entourée de pyrite et de matière organique, c) pyrite identifiée en lumière réfléchie.....	184
Figure 3.25 Photographies d'un granulat de quartzite blanc (échantillon I1), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.....	185
Figure 3.26 Photographies d'un granulat de quartzite marron (échantillon I2), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.....	186
Figure 3.27 Photographies d'un granulat de quartzite gris clair (échantillon I3), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.....	187
Figure 3.28 Observation de lame mince de granulat quartzite gris foncé (échantillon I4) au microscope optique polarisant, a) géodes, b) quartz parallèle et géodes, c) les joints de grains remplis par de petits quartz.....	188
Figure 3.29 Observation de lame mince de quartzite sédimentaire (échantillon I5) au microscope optique polarisant, a) quartz de forme détritique avec les joints de grains formant des point triple, b) Géodes et micro-fracture, c) zone de veine diffuse de quartz et de quartz géodique.....	190
Figure 3.30 Observation microscopique de granulat de grès gris (échantillon I6), a) quartz et matrice argileuse, b) mica blanc.....	190

Figure 3.31 Observation microscopique de granulat de grès clair (échantillon I7), a) cristaux de quartz aciculaires à structure radiale, b) pores de forme rhomboïdale.....	192
Figure 3.32 Observation de lame mince de granulat de grès marron (échantillon I8) au microscope optique polarisant, a) quartz et matrice argileuse, b) mica blanc.....	193
Figure 3.33 Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex noir (échantillon A1), a) calcédoine et calcite, b) oxydes de fer associés avec une zone de silice.....	194
Figure 3.34 Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex marron (échantillon A2), a) calcédoine en ailes de papillon et oxydes de fer, b) oxydes de fer (LPNA).....	195
Figure 3.35 Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex gris (échantillon A3), a) calcédoine, b) calcite associé avec de la calcédoine.....	195
Figure 3.36 Photographie en microscopie optique d'un granulat de silex beige (échantillon A4)..	196
Figure 3.37 Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire gris (échantillon A5)....	197
Figure 3.38 Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire blanc (échantillon A6)..	198
Figure 3.39 Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire marron (échantillon A7).....	198
Figure 3.40 Photographies en microscopie optique de l'échantillon 1, a) micrite avec plage de sparite, b) quartz en papillon.....	199
Figure 3.41 Photographies en microscopie optique de l'échantillon 2, a) transition entre micrite et silice, b) géode de quartz.....	200
Figure 3.42 Photographies en microscopie optique de l'échantillon 4, a) bioclaste rempli de calcite (sparite), b) bioclaste glauconitisé (LPNA).....	200
Figure 3.43 Photographies en microscopie optique de l'échantillon 5, a) micrite et sparite, b) silice fibreuse et calcite, c) quartz et calcite.....	201
Figure 3.44 Photographie en microscopie optique de calcite fibreuse, échantillon 7.....	202
Figure 3.45 Photographie en microscopie optique de l'échantillon 8 présentant une surcroissance autour d'un grain de quartz.....	202
Figure 3.46 Evolution de la porosité des granulats calcaires, silico-calcaires et siliceux après les cycles de chauffage-refroidissement.....	205
Figure 3.47 Observation microscopique de lames minces des différentes couleurs de silex chauffés à 600°C.....	206
Figure 3.48 Evolution de la topographie de silex après les différents cycles de chauffage (image MEB).....	208
Figure 3.49 Observation au MEB en électron rétrodiffusé de lame mince de silex chauffé à 600°C.....	209

Figure 3.50 Les deux échelles de fissures des silex après les traitements thermiques. Les macrofissures sont perpendiculaires aux microfissures et les recourent la plupart (1), mais localement (2) la relation de recouvrement n'est pas si évidente.....	211
Figure 3.51 Exemple de zones sombre (b) et claire (c) observées au MEB dans un silex marron chauffé à 500°C.....	212
Figure 3.52 Observations au MEB et en microscopie optique de zones claires d'une lame mince de silex chauffé à 600°C (silex marron saturé), a) calcédoine+calcite, b) calcite, c) quartz.....	213
Figure 3.53 Comparaison au MEB du silex et du quartzite après traitement thermique à 600°C.....	214
Figure 3.54 Comparaison au MEB de quartzites après traitement thermique à 450°C et 600°C.....	214
Figure 3.55 Isothermes d'adsorption-désorption pour les deux silex avant et après le cycle de chauffage de 600°C. (La couleur bleue correspond au silex à 20°C et la couleur rouge correspond au silex à 600°C).....	216
Figure 3.56 Isothermes d'adsorption-désorption pour un quartzite avant et après le cycle de chauffage de 600°C. (La couleur violette correspond au quartzite à 20°C et la couleur noir correspond au quartzite à 600°C).....	216
Figure 3.57 Dérivée linéaire du volume des pores par rapport au rayon des pores de deux silex différents.....	218
Figure 4.1 Eprouvettes Ø16x32cm après les cycles de chauffage de 600°C et 750°C.....	228
Figure 4.2 Déplacement du thermocouple de surface de BHP-SC pendant le chauffage.....	229
Figure 4.3 Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 300°C.....	231
Figure 4.4 Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 600°C.....	232
Figure 4.5 Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 750°C.....	233
Figure 4.6 Observations à la loupe binoculaire des zones d'interface pâte/granat du BO-C après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C.....	234
Figure 4.7 Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 300°C.....	235
Figure 4.8 Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 600°C.....	236
Figure 4.9 Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 750°C.....	237
Figure 4.10 Observations à la loupe binoculaire des zones d'interface pâte/granat du BO-SC après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C.....	238
Figure 4.11 Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 300°C.....	239
Figure 4.12 Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 600°C.....	240
Figure 4.13 Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 750°C.....	241

Figure 4.14 Observations à la loupe binoculaire de la zone d'interface pâte/granulat du BO-S après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C.....	242
Figure 4.15 Comparaison de la fissuration des BO-C, BO-SC et BO-S après le cycle de chauffage-refroidissement de 600°C.....	244
Figure 4.16 Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-C et BO-C à 750°C...	246
Figure 4.17 Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-SC et BO-SC à 750°C.....	247
Figure 4.18 Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-S et BO-S à 600°C....	248
Figure 4.19 Perte de masse des bétons testés en fonction de la température de chauffage.....	250
Figure 4.20 Evolution de la porosité à l'eau sous vide des bétons en fonction de la température, a) valeur absolue, en haut ; b) valeur relative, en bas.....	254
Figure 4.21 Evolution de la densité des bétons testés en fonction de la température, a) valeur absolue, en haut ; b) valeur relative, en bas.....	256
Figure 4.22 Evolution de la conductivité thermique des bétons après les cycles de chauffage/refroidissement, (a) valeurs absolues des bétons ordinaires, (b) valeurs relatives des bétons ordinaires, (c) valeurs absolues des bétons à hautes performances, (d) valeurs relatives des bétons à hautes performances.....	261
Figure 4.23 Evolution de la chaleur spécifique des bétons après les cycles de chauffage/refroidissement, (a) valeurs absolues des bétons ordinaires, en haut, (b) valeurs absolues des bétons à hautes performances, en bas.....	263
Figure 4.24 Evolution des propriétés thermiques des bétons pendant le chauffage, (a) Conductivité thermique pour BO (1) et BHP (2), en haut, (b) Chaleur spécifique pour BO (1) et BHP (2), en bas.....	267
Figure 4.25 Variation de la différence de température entre le centre et la surface des éprouvettes de bétons ordinaires de granulats calcaire, silico-calcaire et siliceux en fonction de la température de surface pour différents cycles de chauffage, a) 600°C, en haut ; b) 750°C, en bas.....	269
Figure 4.26 Evolution de température au centre des éprouvettes de bétons de granulats calcaire et siliceux pendant le cycle de chauffage de 750°C.....	271
Figure 4.27 Résistance résiduelle en compression des bétons ordinaires en fonction de la température de chauffage, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	273
Figure 4.28 Résistance résiduelle en compression des bétons à hautes performances en fonction de la température de chauffage a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	273
Figure 4.29 Résistance résiduelle à la traction par fendage de bétons ordinaires chauffés suivant des cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	276

Figure 4.30 Résistance résiduelle à la traction par fendage de bétons à hautes performances chauffés suivant des cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	276
Figure 4.31 Module d'élasticité résiduel de bétons ordinaires chauffés selon les différents cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	279
Figure 4.32 Module d'élasticité résiduel des bétons à hautes performances chauffés selon les différents cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.....	279
Figure 5.1 Observation de roche Liais, a) à l'œil nu, à gauche, b) en lame mince, à droite.....	288
Figure 5.2 Coffrage et éprouvette de bicouche, a) coffrage, à gauche, b) éprouvette après démoulage, à droite.....	289
Figure 5.3 Géométrie de l'éprouvette et positions des thermocouples.....	289
Figure 5.4 Eprouvette à chauffer mise en place dans le four (four équipé un ventilateur avec lequel la température intérieure de four est dans l'état uniforme).....	290
Figure 5.5 Endommagement de la surface chauffée du béton après le chauffage à 600°C, a) béton ordinaire, à gauche, b) béton à hautes performances, au milieu, c) morceaux d'écaillage de béton à hautes performances, à droite.....	291
Figure 5.6 Endommagement de la surface chauffée à 750 °C du béton des bicouches a) béton ordinaire, à gauche, b) béton à hautes performances, à droite.....	292
Figure 5.7 Endommagement de la surface latérale des bicouches après le chauffage à 600°C.....	292
Figure 5.8 Endommagement de la surface latérale des bicouches après chauffage à 750°C.....	293
Figure 5.9 Endommagement de la surface inférieure de la roche des bicouches après chauffage, a) BO-600°C, b) BHP-600°C, c) BO-750°C, d) BHP-750°C.....	294
Figure 5.10 Evolution de la température au cours du chauffage en différents points du bicouche, a) BHP-600°C, b) BHP-750°C.....	296
Figure 5.11 Evolution de la différence de température entre la surface supérieure du béton et l'interface béton/roche en fonction de la température de la surface du béton.....	297
Figure 5.12 Evolution de la différence de température entre l'interface béton/roche et la surface inférieure de la roche en fonction de la température de la surface du béton.....	297
Figure 5.13 Evolution de la température de l'interface béton/roche au cours du chauffage à 600°C et 750°C.....	298

LISTE DES NOTATIONS

BHP	Béton à hautes performances
BO	Béton ordinaire
MHP	Mortier à hautes performances
BO-C	Béton ordinaire de granulat calcaire
BO-SC	Béton ordinaire de granulat silico-calcaire
BO-S	Béton ordinaire de granulat siliceux
BHP-C	Béton à hautes performances de granulat calcaire
BHP-SC	Béton à hautes performances de granulat silico-calcaire
BHP-S	Béton à hautes performances de granulat siliceux
CMF	Calcaire marron foncé
CGF	Calcaire gris foncé
C	Granulat calcaire
SC	Granulat silico-calcaire
S	Granulat siliceux
T	Différence de température entre la surface et le centre de l'éprouvette
λ	Conductivité thermique
E	Module d'élasticité
$E_{(T)}$	Module d'élasticité résiduel après un cycle de chauffage
$E_{(20)}$	Module d'élasticité à température ambiante
f_c	Résistance en compression
$f_{c(T)}$	Résistance résiduelle en compression après un cycle de chauffage
$f_{c(20)}$	Résistance en compression à température ambiante
f_t	Résistance en traction
$f_{t(T)}$	Résistance résiduelle en traction après un cycle de chauffage
$f_{t(20)}$	Résistance en traction à température ambiante

RESUME

Le béton est un matériau de construction omniprésent dans les ouvrages de génie civil en raison de sa facilité de mise en œuvre et son faible coût économique. Suite à des incendies de tunnels ou de bâtiments, les structures en béton peuvent présenter d'importantes dégradations. Afin de pouvoir concevoir des ouvrages plus sûrs il s'avère nécessaire de comprendre les phénomènes physiques à l'origine des désordres dans les structures en béton portées à température élevée. Les travaux de recherche de cette thèse permettent de compléter les connaissances déjà acquises sur le comportement du béton à température élevée en mettant l'accent sur le comportement des granulats, de l'interaction pâte/granulats et béton/roche.

Ce travail de recherche basé sur une approche expérimentale analyse l'influence de différentes natures de granulats sur le comportement thermo-hydro-mécanique du béton soumis à une température élevée. Cette étude est construite en trois parties : l'étude du comportement des granulats soumis à température élevée, l'étude du comportement du béton avec les granulats testés précédemment et enfin l'étude d'un échantillon bicouche simulant la relation béton/roche dans un tunnel en incendie. Dans la première partie, trois granulats (calcaire concassé, silico-calcaire semi-concassé de Seine et siliceux roulé) subissent des cycles de chauffage/refroidissement à une vitesse de 1°C/min à 150°C, 300°C, 450°C, 550°C, 600°C et 750°C. Pour une même nature de granulat siliceux, le silex présente une instabilité thermique se traduisant par un éclatement à partir de 300°C alors que le quartzite présente une bonne résistance thermique. La cristallinité et la microstructure du quartz jouent un rôle important dans leur stabilité thermique. La teneur en eau initiale présente aussi une importance sur le comportement thermique du silex. Le granulat calcaire présente aussi une instabilité à cause des phénomènes de décarbonatation/hydratation mais seulement pour le cycle de chauffage/refroidissement à 750°C. Les évolutions physico-chimiques, minéralogiques et microstructurales de ces granulats soumis à une température élevée sont ensuite analysées pour bien comprendre le processus d'instabilité. L'évolution des endommagements du silex est décrite par une série d'observations de la fissuration de l'échelle macroscopique à nanoscopique. La deuxième partie de l'étude expérimentale est consacrée aux bétons réalisés avec les trois granulats analysés précédemment. Pour chaque type de granulat, deux rapports E/C de 0.6 et 0.3 pour les bétons sont étudiés. Ces bétons subissent les mêmes cycles de chauffage/refroidissement que les granulats. Nous déterminons l'évolution de la fissuration, des propriétés thermiques, physiques et mécaniques des bétons en fonction des températures subies. Le comportement mécanique résiduel du béton varie selon la nature des granulats et l'influence du granulat dépend aussi de la compacité de la pâte cimentaire. La partie relative à la simulation d'un incendie dans un tunnel avec un bicouche roche/béton fabriqué au laboratoire permet d'analyser le comportement du béton et de la roche en s'intéressant aux transferts de chaleur dans les 2 matériaux au cours de l'exposition à une température élevée.

Mots clés : béton, granulat siliceux et calcaire, microstructure, propriétés mécaniques, propriétés thermiques, haute température.

ABSTRACT

The concrete is a omnipresent building material in civil engineering because of its ease of implementation and its economic cost. Following the tunnels or buildings fires, concrete structures can present significant damages. In order to design safer structures it is necessary to understand the physical phenomena causing disorders in the concrete structures at high temperature. This research works can complement the existing knowledge on the behavior of concrete at high temperatures by focusing on the behavior of aggregates, the interaction paste/aggregates and concrete/rock.

This research is based on an experimental analysis. It analyses the influence of different types of aggregates on the thermo-hydro-mechanical behavior of concrete subjected to high temperature. This study has three parts: the study of the behavior of aggregates subjected to high temperatures, the study of the behavior of concrete with the tested aggregates and the study of a bilayer sample simulating the concrete/rock relationships in a tunnel fire. In the first part, three aggregates (crushed calcareous, semi-crushed silico-calcareous of Seine and rolled siliceous) undergo the heating/cooling cycles at a rate of 1°C/min to 150°C, 300°C, 450°C, 550°C, 600°C and 750°C. For the same nature of siliceous aggregate, the flint has a thermal instability resulting in a spalling from 300°C while the quartzite has a good heat resistance. The crystallinity and the microstructure of quartz play an important role in their thermal stability. The initial water content has also an importance on the thermal behavior of flint. The calcareous aggregate present also an instability because of the decarbonation/hydration phenomena but after the heating/cooling cycle of 750°C. The physico-chemical, mineralogical and microstructural evolutions of these aggregates subjected to high temperature are then analysed to understand the instability's process. The damage evolution of flint is described by a series of observations of the cracking from the macroscopic to nanoscopic scale. The second part of the experimental study is devoted to concrete made with three aggregates discussed above. For each type of aggregate, two W/C ratios of 0.6 and 0.3 for the concretes are studied. These concretes suffer the same heating/cooling cycles than those of aggregates. We determine the evolution of the cracking, the thermal properties, the physical and mechanical properties of the concrete with the temperatures experienced. The residual mechanical behavior of concrete varies with the nature of aggregates and the influence of aggregate depends also on the compactness of the cement paste. The part relating to a simulation of a tunnel fire with a rock/concrete bilayer manufactured in the laboratory permits to analyse the behavior of concrete and rock by focusing on the heat transfer in the two materials during the exposure to high temperature.

Keywords: concrete, calcareous and siliceous aggregate, microstructure, mechanical properties, thermal properties, high temperature.

INTRODUCTION GENERALE

Le béton est un matériau composite, constitué principalement de pâte de ciment et de granulats, qui est abondamment utilisé dans la construction de bâtiments et d'ouvrages en génie civil. Ce matériau peut être soumis à des températures élevées dans le cas extrême d'incendies. En cas de tels événements, le béton peut présenter une instabilité thermique à partir d'une certaine température. Il en résulte d'importantes dégradations du béton qui compromettent la sécurité de l'utilisation des ouvrages (e.g. les tunnels sous la Manche (1996 et 2008), du Mont Blanc (1999) et du Fréjus (2005) en France, du Storebealt (1994) au Danemark, du Tauern (1999) en Autriche ou encore le tunnel du Gothard (2001) en Suisse). Les bétons après ces incendies montrent de forts endommagements de leur structure. On observe l'apparition d'écaillage, d'éclatements ou de fissures. Des endommagements particuliers tels qu'une éjection de la totalité de l'épaisseur de béton de certains voussoirs ont été remarqués lors du premier incendie dans le tunnel sous la Manche, entraînant la mise à nu de la roche. Ces endommagements peuvent affecter la stabilité des ouvrages et compromettre l'évacuation des personnes et la sécurité des secours. De plus, une rénovation coûteuse de la structure doit souvent être effectuée.

De nombreux travaux de recherche ont été entrepris pour comprendre les processus physiques à l'origine des dommages dans le béton. On peut citer le rôle d'un processus thermomécanique où l'éjection de matériaux serait générée par des contraintes de compression élevée aux surfaces exposées au feu. De plus, il y a un processus thermo-hydrique qui induit des surpressions de vapeur d'eau comparables à la résistance en traction du matériau. Il existe aussi une instabilité thermique liée aux granulats. On a pu observer sur des bétons soumis à des températures élevées de l'écaillage au niveau du granulat et des fissures intragranulaires. Par ailleurs les dégradations sur les bétons s'initient souvent aux interfaces entre la pâte de ciment et les granulats. Il existe en effet une incompatibilité de déformation entre la pâte et les granulats. Au-delà de 120°C, la pâte de ciment se contracte du fait de la déshydratation des hydrates. A l'inverse les granulats se dilatent. Cette incompatibilité de déformation génère une fissuration à l'interface qui se prolonge dans la pâte.

La plupart des études réalisées sur l'endommagement thermique du béton se sont intéressées à la pâte de ciment. En effet c'est au sein de cette pâte de ciment que se déroulent les principaux phénomènes de déshydratation et d'expulsion de l'humidité à l'origine des dégradations des bétons. Depuis une quinzaine d'années, les travaux de recherche ont permis d'améliorer la compréhension de l'évolution des propriétés physico-chimiques et microstructurales de la phase liante. Moins d'études se sont intéressées à l'influence de la nature des granulats sur le comportement des bétons à température élevée. La composition chimique et minéralogique des granulats conditionnent leur conductivité thermique et par conséquent, du fait du volume de granulats dans le béton, la conductivité thermique des bétons. Cette conductivité évolue différemment avec la température selon le type de granulats. Les propriétés thermiques du béton déterminent les champs de température au sein du matériau et les contraintes qui en découlent.

D'autre part du fait du ressuage et de l'effet de paroi, il y a une accumulation d'eau au niveau de l'interface pâte/granat. Cette plus grande quantité d'eau crée une zone plus poreuse dans laquelle va s'initier la fissuration. L'interface granulat/matrice peut-être considérée comme le « maillon faible » des bétons ordinaires et est souvent à l'origine des dégradations du béton. La qualité de la liaison pâte/granat dépend fortement de la géométrie du granulat et de sa nature minéralogique (réactif ou non avec la pâte). Par ailleurs les contraintes à l'interface entre la pâte et les granulats augmentent avec le coefficient de dilatation du granulat. Celui-ci dépend entre autres de la composition minéralogique et de la porosité des granulats.

Les études réalisées ne caractérisent généralement les granulats qu'en deux catégories siliceux et calcaires. Il s'est avéré difficile de dégager un consensus sur l'influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement du béton sous hautes températures. Certains travaux montrent que le béton de granulat siliceux a une plus faible résistance aux sollicitations thermiques que le béton de granulat calcaire. La diminution de résistance en compression du béton de granulat calcaire est observée à une température plus élevée que celle du béton du granulats siliceux. Cette observation est généralement attribuée à la plus grande expansion thermique de granulat siliceux et à l'augmentation de volume associée à la transition de phase de quartz α en quartz β à 573°C. Certains auteurs expliquent aussi que la chaleur spécifique du granulat calcaire est approximativement dix fois celle

nécessaire pour produire la même augmentation de température dans le granulat siliceux au dessus de 600°C. Le granulat calcaire peut augmenter l'endurance du béton au feu par rapport au granulat siliceux. Par contre d'autres auteurs ont montré que le béton de granulat siliceux peut avoir un meilleur comportement résiduel mécanique que celui du béton de granulat calcaire. Le terme « siliceux » ne décrit pas assez précisément le granulat. Il existe différentes formes de silice (quartz, calcédoine, etc..) et différentes roches à base de silice. Par ailleurs, le coefficient de dilatation ne dépend pas seulement de la composition chimique mais aussi de la porosité du granulat et de sa cristallinité. Dans la bibliographie l'influence de la décarbonatation du calcaire semble aussi avoir été sous estimée.

Ces résultats montrent l'intérêt de coupler une étude des variations chimiques et minéralogiques des granulats avec la température avec l'analyse du comportement du béton soumis aux mêmes sollicitations thermiques.

Le travail de doctorat présenté dans ce manuscrit a donc pour objectif d'améliorer la compréhension de l' « Influence de la nature minéralogique des granulats sur leur comportement et celui du béton à haute température ». Les recherches présentées consistent en une approche expérimentale. Les travaux ont été réalisés dans la fédération « Institut des matériaux » de l'Université de Cergy-Pontoise, et résultent d'une collaboration entre le « Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC) » et le laboratoire « Géosciences et Environnement Cergy (GEC) ». Les recherches visent, dans un premier temps, à tester l'influence du comportement de trois granulats différents (siliceux, silico-calcaire et calcaire) soumis à différents cycles de chauffage-refroidissement et ensuite de comparer les comportements de bétons en variant ces trois différentes natures de granulat. Les bétons sont formulés avec deux types de matrices cimentaires : ordinaire et haute performance. Les essais sont réalisés en assurant un protocole expérimental identique pour les 3 types de granulat et les 2 types de matrice cimentaire. L'approche expérimentale suivie permet de relier les évolutions de la composition chimique et minéralogique, de la microstructure et des propriétés thermiques des granulats suivant leur minéralogie aux propriétés physiques, thermiques et aux performances mécaniques résiduelles des différents bétons. L'enjeu de ces travaux est aussi de comprendre l'interaction entre les différentes natures de granulats et des matrices cimentaires de microstructures différentes lorsque le béton est soumis à

une température élevée. L'interaction roche/béton se retrouve aussi à une autre échelle au niveau d'une structure de tunnel. On étudiera le transfert de chaleur entre le béton et le substratum rocheux encaissant lors d'un incendie au travers du comportement de bicouches roche/béton testés en laboratoire.

Le manuscrit est composé de cinq chapitres. Le premier chapitre est une analyse bibliographique de travaux de recherches antérieures qui est organisée en deux parties principales faisant appel à deux domaines de recherche habituellement distincts. Tout d'abord, l'évolution des différentes caractéristiques et propriétés des roches sous l'effet de la température est décrite et analysée. Puis, les résultats de travaux menés sur l'influence des granulats sur le comportement des bétons soumis à une température élevée sont synthétisés. Les aspects physiques (perte de masse et porosité), thermiques (conductivité thermique, chaleur massique, dilatation thermique) et mécaniques (résistances, module d'Young) ont été pris en considération.

Le deuxième chapitre est consacré au programme expérimental réalisé dans le cadre de ce travail de thèse. Les classifications pétrographiques des granulats, les compositions de bétons, les matériaux et matériels, le mode de conservation et les essais de caractérisation sont présentés.

Le troisième chapitre regroupe les résultats des différents essais sur l'étude de l'influence de la composition chimique et minéralogique sur le comportement de trois granulats différents soumis aux cycles de chauffage-refroidissement. Ils reposent sur des observations macroscopiques et microscopiques des désordres, l'importance du rôle de l'eau dans les granulats, les modifications de la composition chimique et minéralogique obtenues par essais de perte de masse, analyse thermogravimétrique, spectroscopie infrarouge, diffraction de rayons X, identification des phases magnétiques, propriétés thermiques, microstructures (porosimétrie à l'eau sous vide, sorption isotherme d'azote et observations en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage). Cette étude permet de connaître précisément les propriétés de ces trois natures de granulat aux échelles macroscopique et microscopique lorsqu'ils sont soumis aux différents cycles de chauffage-refroidissement jusqu'à 750°C.

Le quatrième chapitre présente les résultats de l'étude de l'influence des trois natures de granulats sur le comportement des bétons soumis aux différents cycles de chauffage-refroidissement. Pour chaque nature de granulat, deux bétons sont réalisés : un béton ordinaire et un béton à hautes performances avec des rapports E/C respectifs de 0.6 et 0.3. Ainsi six bétons différents sont soumis à des cycles thermiques de différentes amplitudes permettant de distinguer l'influence de la nature des granulats selon la qualité de la matrice cimentaire sur l'évolution de différentes propriétés avec la température. La fissuration de l'interface pâte/granulat après différentes sollicitations thermiques, l'évolution de la porosité et de la perte de masse des bétons, les propriétés thermiques et mécaniques des bétons sont étudiées.

Le cinquième chapitre est consacré aux travaux de simulation de cas d'incendie dans un tunnel sur un bicouche roche/béton fabriqué au laboratoire. Il s'agit d'analyser le comportement du béton et de la roche dans un bicouche béton/roche en s'intéressant aux transferts de chaleur dans le bicouche au cours de l'exposition à une température élevée. Nous étudions en particulier l'interface entre la couche de béton et la couche de roche. Les résultats de ce travail permettront d'alimenter les simulations numériques de comportement de la structure béton/roche en cas d'incendie en tunnel.

A la fin de ce mémoire, une synthèse générale de nos travaux de recherche est présentée, ainsi que les perspectives qui en découlent.

CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Une synthèse bibliographique est présentée sur le comportement des bétons à haute température, le comportement des granulats naturels (roche) à haute température et l'influence des granulats sur la performance des bétons à haute température.

1. Généralités sur la microstructure et les constituants du béton

Le béton est un matériau composite présentant une forte hétérogénéité constituée d'un mélange de granulats, d'une pâte de ciment incorporant éventuellement des adjuvants et des additions. Le béton peut aussi être considéré comme un matériau multiphasique contenant trois phases: solide (granulats et pâte cimentaire), liquide (eau libre et adsorbée) et gazeuse (air et vapeur d'eau). Ses propriétés mécaniques se développent grâce à l'hydratation du ciment. La complexité de sa microstructure est une des causes de son comportement mécanique particulier lorsqu'il est soumis à diverses sollicitations (thermiques, hydriques, mécaniques, chimiques...). Il est donc nécessaire de connaître au mieux cette microstructure et le comportement de chacune des phases présentes afin d'appréhender plus efficacement ensuite, à l'échelle macroscopique, la réponse du béton face aux sollicitations qu'il peut subir.

1.1. Les granulats

Les granulats occupent une grande partie du volume du béton (60 à 75%) et sont la source de sa résistance mécanique [Dreu 2002]. C'est un matériau inerte à température ambiante (sauf cas pathologiques, e.g. réaction alcali-granat). Les granulats utilisés doivent avoir une bonne résistance mécanique et leur courbe granulométrique doit être optimisée afin de remplir le plus possible de vides dans le béton. C'est la raison pour laquelle on utilise plusieurs classes granulaires dans un même béton qui sont les sables, les gravillons et les graviers. Les granulats sont généralement d'origine naturelle. Ils proviennent essentiellement de roches sédimentaires siliceuses ou calcaires, de roches métamorphiques telles que les quartzites, ou de roches magmatiques telles que les basaltes, les granites ou les porphyres. Indépendamment de leur nature, les granulats peuvent être alluvionnaires (dits granulats roulés) ou de carrière (dits granulats concassés). L'origine des granulats peut être également artificielle (d'origine minérale, transformée, e.g. le schiste expansé ou les granulats de laitier) ou issue de recyclage (e.g. béton concassé...). Pour obtenir un béton ayant de bonnes caractéristiques, plusieurs paramètres entrent en jeu dans le choix des granulats comme la qualité (e.g. mécanique, physico-chimique, propreté et etc.), la minéralogie, la forme des granulats et une granulométrie appropriée associée.

Avant d'aborder plus précisément ce point, il convient de signaler que nous avons volontairement limité les études bibliographiques aux granulats d'origine naturelle puisque c'est la source des granulats employés pour réaliser nos travaux de recherche. Les granulats naturels [Homa 1986] issus des roches, sont formés en général d'un assemblage de cristaux ou de grains. La nature de ces éléments définit la minéralogie des granulats ; elle peut être monominérale ou pluriminérale. La forme, les dimensions, l'orientation morphologique et la distribution dimensionnelle des cristaux ou

des grains, ainsi que la répartition des différentes espèces minérales, déterminent la texture de la roche (tableau 1.1). La texture de certaines roches est homogène ; pour d'autres, elle est hétérogène [Homa 1986].

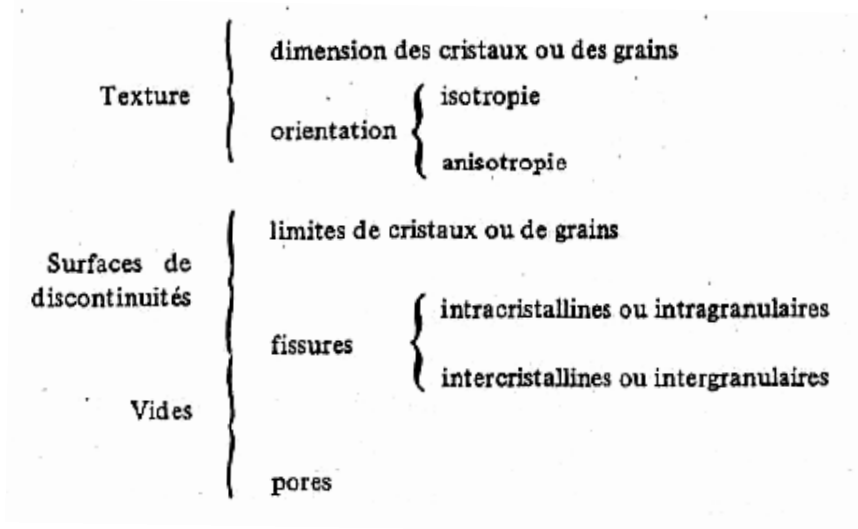


Tableau 1.1 Eléments constitutifs de la structure d'une roche [Homa 1986].

L'assemblage des cristaux ou des grains constituant la roche n'est pas continu. La roche comporte des surfaces de discontinuités (limites de cristaux) et des espaces vides de forme plus ou moins sphérique (pores) ou de forme plus ou moins aplatie (fissures). L'ensemble texture, surface de discontinuités et espaces vides constitue la structure du matériau rocheux.

1.2. Chimie de la pâte de ciment

La pâte de ciment représente 25 à 40% du volume total du béton. C'est la pâte qui assure le rôle de matrice au sein du béton en liant les granulats. Elle est constituée par le gâchage de ciment et d'eau. Le ciment généralement utilisé dans le génie civil est le ciment « Portland » qui est un liant hydraulique, c'est-à-dire capable de faire prise et durcissement avec l'eau. Pendant le gâchage, ce liant hydraulique réagit chimiquement avec l'eau, c'est l'hydratation.

1.2.1. Composition du ciment Portland

Le composant principal des ciments est le clinker, qui est obtenu à partir de la cuisson d'un mélange approprié de calcaire et d'argile dans un four en proportion respectivement moyenne de 80%/20%. Les constituants principaux de clinker représentent plus de 90% du ciment Portland et déterminent ses propriétés [Baro 1994]. Le ciment est essentiellement constitué de 4 constituants de types minéralogiques suivants :

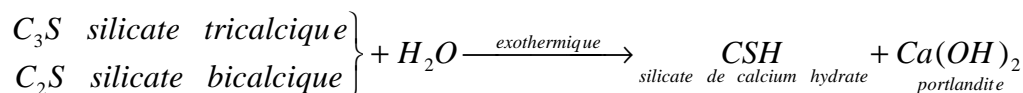
- Silicate tricalcique (ou alite) $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$ (noté C_3S) : 60 à 65%
- Silicate bicalcique (ou bélite) $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$ (noté C_2S) : 20 à 25%
- Aluminate tricalcique (ou célite) $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$ (noté C_3A) : 8 à 12%
- Alumino-ferrite tétracalcique $4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$ (noté C_4AF) : 8 à 10%

Le clinker, une fois broyé et mélangé avec une petite quantité de gypse (environ 5% du ciment), devient du ciment Portland pur. L'ajout de gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) à la composition du ciment permet de ralentir la prise par la formation provisoire de cristaux d'ettringite ($\text{C}_3\text{A}, 3\text{CaSO}_4, 32\text{H}_2\text{O}$) à la surface des grains de C_3A très réactifs à l'eau. Ceci ralentit l'hydratation de C_3A et évite ainsi le phénomène de prise rapide (raidissement très rapide de la pâte, résultat d'un manque d'ion SO_4^{2-} dans la solution de gâchage) [Baro 1994].

1.2.2. Hydratation du ciment

Lors de l'ajout de l'eau au ciment, des réactions d'hydratation se déclenchent engendrant la constitution d'un réseau poreux et la formation de produits hydratés. Les principaux hydrates formés sont les silicates de calcium hydraté CSH, la portlandite (ou hydroxyde de calcium) $\text{Ca}(\text{OH})_2$, les aluminates de calcium hydraté, l'ettringite ($3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaSO}_4, 32\text{H}_2\text{O}$) etc.

La principale phase de réaction chimique de l'hydratation du ciment est la suivante :

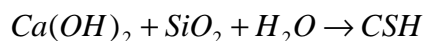


Si on prend pour CSH, un rapport C/S=1.5, cette équation s'écrit avec C_3S :



Pour un ciment donné, les quantités de CSH et de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ formées dépendent essentiellement du rapport E/C (Eau/Ciment) et du temps de réaction [Diam 2004]. Dans une pâte de ciment durcie ordinaire, on trouve en moyenne, 50 à 70% de silicate de calcium hydraté CSH (figure 1.2) et 25 à 27% de portlandite (hydroxyde de calcium) $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (figure 1.1). Ainsi, le CSH est la phase hydratée la plus importante dans la pâte de ciment durcie. C'est d'elle que vont dépendre les principales propriétés mécaniques du matériau [Baro 1994]. Il est important de noter que la quantité de CSH est plus importante dans une pâte de ciment à haute performance qu'une pâte de ciment ordinaire [Meno 2004]. Par contre, la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ n'a que peu d'importance du point de vue de la résistance mécanique parce que ses cristaux de taille importante sont susceptibles de limiter la résistance en compression sur béton. De plus, la portlandite est facilement soluble dans l'eau, ce qui

diminue la durabilité du béton [Hage 2004]. Donc, afin de diminuer la quantité de portlandite, on peut ajouter de la fumée de silice au ciment. La fumée de silice réagit avec la portlandite selon une réaction pouzzolanique.



Elle consomme donc de la portlandite et forme des CSH supplémentaires [Huan 1985]. La fumée de silice, du fait de la taille de ses grains, inférieure à celle de grains de ciment augmente également la compacité de la matrice. Ceci conduit à une amélioration des performances mécaniques du béton. L'utilisation de la fumée de silice, accompagnée de plastifiants, est très répandue dans la fabrication des bétons à hautes performances. Ainsi, dans le cas des pâtes de ciment à hautes performances, la quantité de phase CSH est encore plus importante que dans le cas des pâtes de ciment ordinaire.

Il est intéressant de décrire de manière plus fine la constitution du CSH, ainsi que la répartition et les formes prises par l'eau dans la porosité et la microstructure de la pâte de ciment parce que cette eau représente un élément essentiel dans le comportement de la matrice cimentaire.

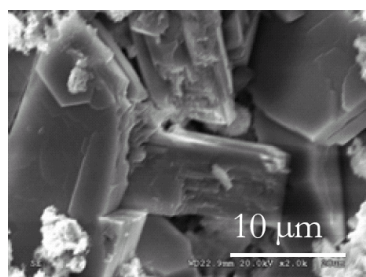


Figure 1.1 Cristaux de Portlandite.

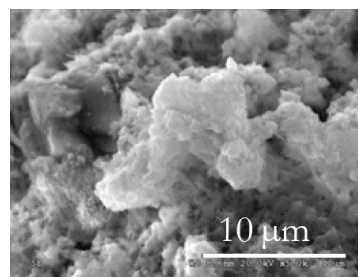


Figure 1.2 Gel de CSH.

1.2.3. Les CSH

Les silicates de calcium hydratés, appelés communément CSH, sont constitués d'oxyde de calcium (CaO), de silice (SiO₂) et d'eau (H₂O). Ils sont assimilés au système CaO-SiO₂-H₂O et possèdent une stoechiométrie variable dépendant de la concentration en ions calcium et silicate dans la solution d'hydratation. Le paramètre le plus courant pour caractériser la stoechiométrie de ces matériaux est le rapport entre le nombre d'atomes de calcium et le nombre d'atomes de silicium dans la structure : le rapport C/S. Ce rapport varie entre 0.7 et 2.0 dans les CSH [Klur 1996].

Les CSH sont répartis en quatre types morphologiques par les observations microscopiques [Diam 1986] :

- Type I – ils se présentent en feuillets très minces qui s'enroulent sur eux-mêmes en formant des tubes creux et rayonnent autour du grain de ciment. Cette cristallisation aciculaire

recouvre progressivement les grains anhydres et leur donne un aspect dit « en hérisson ». Cette morphologie fibreuse est surtout visible aux premiers âges de l'hydratation.

- Type II – ils se présentent sous forme alvéolaire (nid d'abeilles).

Les types I et II cristallisent en début de prise dans l'espace disponible entre les grains anhydres.

- Type III – ils apparaissent souvent comme des petits disques ou des sphères assemblées pour former des particules plus massives sans forme particulière. On les trouve dans des pâtes matures.
- Type IV – il s'agit d'une structure particulièrement dense et amorphe.

Les types III et IV seraient plutôt des hydrates tardifs qui occuperaient la place des grains anhydres d'origine ; ils sont appelés pour cela hydrates internes [Diam 1986].

Comme les CSH jouent le rôle de « colle » du ciment, de nombreuses études se sont intéressées à eux. Dans ces études, il a été rapidement reconnu que les CSH ont une structure proche des argiles, c'est-à-dire une structure lamellaire constituée de feuilletts. De nombreux modèles existent dans la littérature scientifique pour décrire la structure et la morphologie des CSH. Powers (1968) a tout d'abord proposé un modèle de CSH dans lequel il les considère comme étant des particules colloïdales composées de quelques feuilletts liés ensemble, à l'image d'une argile (figure 1.3 a) [Heno 2005]. Les CSH forment un arrangement désordonné de particules liées par des forces de surface. Les pores sont supposés cylindriques selon le modèle de Powers (1968). L'eau peut pénétrer dans les espaces entre les particules et peut se mouvoir réversiblement à l'intérieur et en dehors de ces espaces. D'autre part, l'eau située entre les feuilletts peut être expulsée irréversiblement par un séchage important.

Feldman et Sereda ont interprété les CSH comme une structure se développant en un alignement irrégulier et désordonné de simples feuilletts, pouvant créer ainsi des espaces interfeuilletts (figure 1.3 b) [Feld 1968]. Contrairement à Powers, ils considèrent que l'eau peut aller et venir réversiblement dans les espaces interfeuilletts. Ces départs et entrées d'eau sont les phénomènes prédominants expliquant les variations dimensionnelles observables au cours du temps sous diverses sollicitations [Feld 1968]. Le modèle de Feldman et Sereda (1968) permet d'interpréter l'influence de l'humidité relative sur les propriétés physiques et mécaniques de la pâte de ciment (résistance, retrait, fluage) [Hage 2004]. Les liens entre les feuilletts peuvent être considérés comme des contacts solide-solide, des liens intermédiaires entre les forces de Van der Waals et les liaisons covalentes. Un séchage va créer des liens solide-solide qu'un mouillage va faire disparaître en partie [Baro 1994].

Le modèle présenté par Feldman et Sereda (1968) est apparu comme étant le modèle le plus élaboré. Il permet de rendre compte des différents comportements macroscopiques du matériau comme par exemple, les variations de longueur d'une pâte de ciment hydraté au cours de plusieurs cycles de mouillage-séchage [Heno 2005]. Ces modèles présentent ainsi la structure d'un gel de CSH constitué de feuillets.

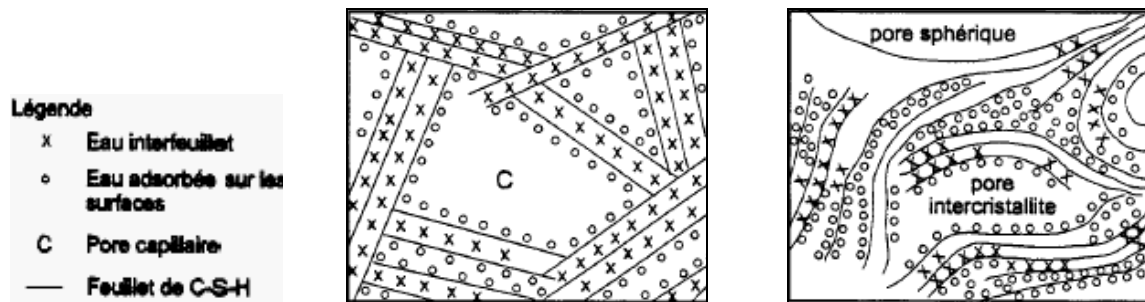


Figure 1.3 Modèle de gel de CSH, a) Modèle de Powers et Brunauner (1968), à gauche ; b) Modèle de Feldman et Sereda (1968), à droite.

1.3. Microstructure de la pâte de ciment

Les pores présents dans le matériau durci ont une géométrie complexe et des dimensions très variables. La porosité varie d'un béton à l'autre de façon significative quantitative et qualitative (dimension des pores et répartition de rayons des pores). La structure poreuse et la distribution des pores au sein du béton jouent un rôle très important non seulement sur la résistance mécanique, mais aussi sur les phénomènes de transport et par conséquent sur la durabilité [Baro 1994].

Deux familles de pores sont distinguées : les pores relatifs aux capillaires et les pores relatifs aux hydrates.

- Les pores capillaires : ce sont les vestiges des espaces intergranulaires de la pâte fraîche. Ils peuvent être ou non remplis d'eau et leur volume décroît au cours de l'hydratation pour un rapport eau/ciment donné [Bill 2003]. Leur dimension caractéristique se situe dans la plage 0.01-50 μm [Desa 2007].
- La porosité intrinsèque aux CSH : cette porosité concerne une échelle encore plus petite. Sa dimension caractéristique, de l'ordre du nanomètre, est beaucoup plus faible que celle de la porosité capillaire. Les représentations qui en sont faites distinguent, en général, deux types de pores [Baro 1994].
 1. Les pores inter-cristallites (espace inter-lamellaires) qui sont situés entre les particules de gel.

2. Les pores intra-cristallites (espace inter-feuillets) qui sont situés à l'intérieur même des particules de gel, il s'agit d'espaces extrêmement petits de quelques Angströms de largeur.

La représentation schématique suivante (voir la figure 1.4), donnée par Mehta [Meht 1986], permet de visualiser le type de répartition porométrique susceptible d'exister au sein d'une pâte de ciment durcie.

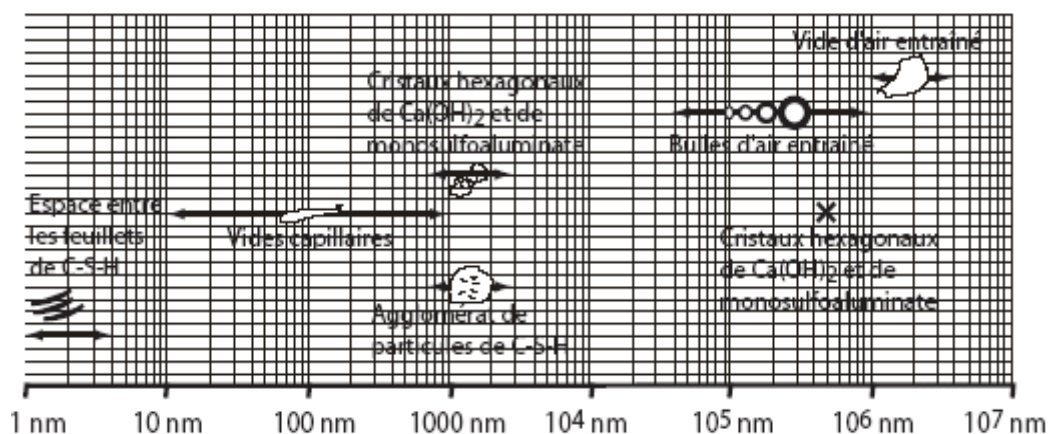


Figure 1.4 : Répartition des tailles des éléments d'une matrice cimentaire.

1.4. Eau contenue dans la pâte de ciment

L'eau est, au même titre que le ciment et les granulats, l'un des constituants du béton. Elle intervient, par ses propriétés mécaniques et physico-chimiques, à toutes les étapes de la vie du matériau. Elle confère au béton une plasticité qui permet son écoulement et son moulage. Elle assure ensuite l'hydratation du ciment et participe à la cohésion du matériau durci. L'eau est généralement classifiée selon la nature de sa liaison avec la pâte de ciment hydratée. La classification retenue la présente selon l'ordre des liaisons croissantes [Rego 1982].

- L'eau libre et capillaire : elle est constituée de la phase condensée qui n'est plus dans le champ d'influence des forces superficielles. Elle se trouve principalement dans les pores capillaires de dimension supérieure à $10 \mu\text{m}$ (gros pores et fissures). Cette eau est la première à migrer et à s'échapper lors de l'évaporation qui s'effectue entre 30 et 120°C .
- L'eau adsorbée : il s'agit d'eau en couches moléculaires sur la surface solide des pores. Cette eau adsorbée est donc soumise à des champs de forces superficielles émanant du solide. Ces forces décroissent lorsqu'on s'éloigne de la paroi solide [Baro 1994]. Suivant l'importance des énergies mises en jeu, on distingue l'adsorption physique et la chimisorption [Rego 1982].

1. L'adsorption physique : Elle met en jeu des énergies faibles qui sont celles des forces de Van der Waals (quelques Kcal.mole⁻¹). Elle ne modifie pas de façon importante l'état électronique de la molécule adsorbée.
 2. La chimisorption : Des électrons sont mis en commun entre l'eau et la surface solide. L'énergie mise en jeu, quelques dizaines de Kcal.mole⁻¹, est plus importante que dans la physisorption car la structure de la molécule est modifiée. Dans le cas de l'eau, on observe une dissociation par rupture de la liaison covalente O-H.
- L'eau combinée : elle entre dans la composition des hydrates du ciment sous forme d'eau de solvation et d'eau de cristallisation. Elle peut aussi apparaître sous forme de groupements hydroxyles. Deux types de structure peuvent être donnés en exemple : l'ettringite et le CSH. C'est une eau entièrement intégrée à la structure solide des hydrates. A partir de multiples méthodes expérimentales (thermogravimétrie, spectrométrie d'absorption infrarouge, résonance magnétique nucléaire, spectroscopie hertzienne d'absorption diélectrique), Sierra [Sier 1974] a pu identifier la structure des CSH. Dans l'unité structurale des CSH comprenant trois feuillets de surface de base égale à 20.35Å², il y a une quinzaine de molécules d'eau : six sont sous forme hydroxylique, quatre dans les espaces interfeuillets et cinq sur les faces de la lamelle. L'eau ainsi liée au CSH est identifiée sous 3 types (Sierra 1974).
1. L'eau hydroxylique : ce sont des hydroxyles OH faisant partie de la structure des hydrates, liés chimiquement soit à des atomes Si, soit à des atomes Ca.
 2. L'eau interfeuillet : elle est liée aux feuillets par des groupements hydroxyles. Elle intervient dans la cohésion intrinsèque de la lamelle (figure 1.5 a).
 3. L'eau interlamellaire (ou externe) : elle est soit fixée à la surface des lamelles par un hydroxyle, soit liée à d'autres molécules d'eau (figure 1.5 b).

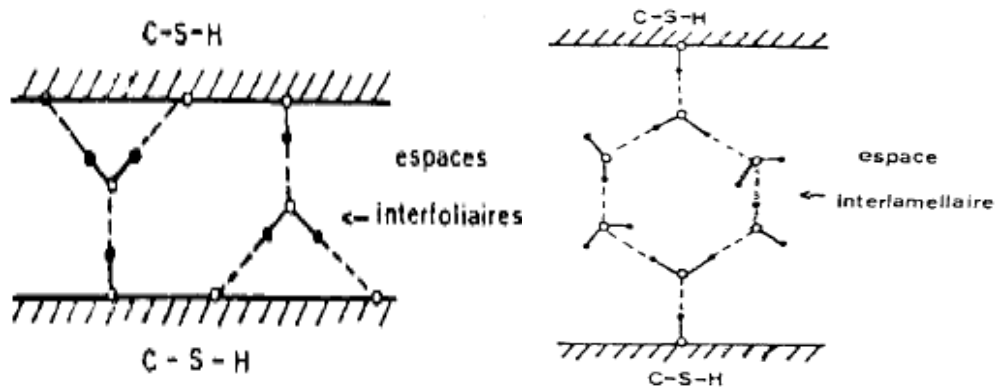


Figure 1.5 Présentation de l'eau du CSH, a) Eau interfeuillet du CSH, à gauche; b) Eau interlamellaire du CSH, à droite (Sierra 1974).

1.5. La liaison pâte-granat

Les propriétés mécaniques des bétons et leur résistance aux agents agressifs dépendent de celles de la matrice de ciment hydraté, de la nature et de la granulométrie des éléments enrobés, des proportions de chacun, ainsi que de leur configuration spatiale. Mais elles sont également fonction de la liaison qui s'établit entre ces deux phases. Sous réserve que les granulats soient propres, l'adhérence est suffisante pour assurer la continuité matrice-matériaux enrobés. Or, il ne suffit pas que la continuité entre ces deux phases soit assurée. La liaison peut constituer le point faible de l'association vis-à-vis d'une sollicitation mécanique et conditionner alors la résistance de l'ensemble.

Des investigations microstructurales ont permis de mettre en évidence l'existence d'une zone de pâte hydratée particulière autour des granulats dans le béton durci. Cette zone est appelée l'auréole de transition. Elle se caractérise par la présence de grands pores où l'on trouve des cristaux de grandes dimensions. La liaison qui s'établit au cours de l'hydratation entre la pâte de ciment et les matériaux qu'elle enrobe, dépend de la nature des deux phases en présence, de la concentration en ciment de la pâte et des conditions de conservation.

Par des observations au microscope optique et par des analyses par diffractométrie des rayons X, Farran (1956) a montré que la nature des composés de cette zone de transition, ainsi que la qualité de la liaison pâte/granat, dépendent essentiellement de la nature minéralogique des granulats et, bien sûr, de celle du ciment [Maso 1982]. Dans le cas des bétons traditionnels, qui sont réalisés avec des roches non poreuses ou très peu poreuses (calcaires ou siliceuses), la plus forte porosité de l'auréole crée des hétérogénéités microstructurales qui ont de sérieuses répercussions sur la résistance du béton. En effet, elle est à la fois une zone plus faible et plus sollicitée du fait des concentrations de contraintes générées par les discontinuités et défauts. L'auréole de transition joue le rôle de maillon faible du béton et par conséquent, quand le béton est soumis à une certaine contrainte, les fissures commencent à se développer dans cette zone de transition [Bran 1995] [Nevi 1993].

Diamond [Diam 1986] décrit cette zone comme une structure complexe, présentée dans la figure 1.6. Il y a une première couche, au contact du granulat, très compacte et composée de cristaux de portlandite orientés perpendiculairement aux granulats. La deuxième couche d'épaisseur 0,5 μm est composée de feuilletts de C-S-H. Après la deuxième couche de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, nous passons dans la zone de forte porosité avec des grains de grande dimension et de faible cohésion et par conséquent de moindre résistance mécanique que la matrice. Cette zone est donc constituée par des fibres de CSH, d'aiguilles d'étringite, et de plaquettes de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ orientées perpendiculairement à la surface du

granulat. Des études ont pu démontrer que la zone d'interface est riche en particules plus fines de ciment et qu'elle a un rapport E/C plus élevé que l'ensemble de la pâte de ciment [Nevi 1993].

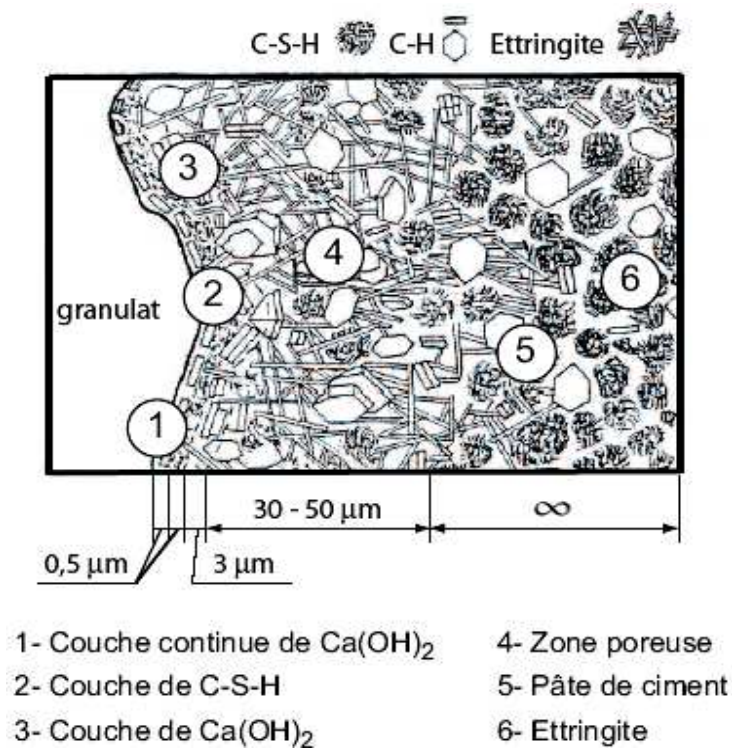


Figure 1.6 Modèle de la morphologie de l'auréole de transition d'un Béton Ordinaire (Diamond 1986).

La qualité de la zone de transition dépend fortement de la nature des granulats. Nous distinguons les granulats réactifs et neutres en contact avec la pâte de ciment. Les granulats calcaires (réactifs) présentent les plus fortes liaisons avec la pâte de ciment du fait des réactions chimiques qui se produisent au cours du temps et augmentent les forces d'adhésion [Hage 2004]. La zone de transition entre les granulats calcaires et la pâte de ciment est ainsi plus résistante et de perméabilité plus faible. L'augmentation de la résistance du béton réalisé avec les granulats de cette nature a été observée [Maso 1982] contrairement à celle du béton de granulats de type quartz. Ces derniers granulats sont neutres par rapport à la pâte de ciment. Les liaisons entre la pâte et les granulats concassés sont plus fortes qu'avec des granulats roulés [Meth 1986].

Perraton [Perr 2001] a observé des différences d'interface entre des granulats en granite et des granulats en marbre à température ambiante. La figure 1.7 montre une photo au microscope électronique de mortiers constitués avec des granulats de granite (a) et de marbre (b), soumis au séchage. Pour la même taille de granulats, dans le cas de granulats de granite, des fissures radiales allant d'un granulat à l'autre apparaissent dans la pâte de ciment et à l'interface pâte de ciment/granulat. En revanche, dans le cas des granulats de marbre, l'interface pâte de ciment/granulat n'est pas fissurée. Des fissures dans la pâte de ciment se prolongent dans les

granulats de marbre. Parfois les fissures sont bloquées devant les granulats. La liaison pâte/granulat semble être de bonne qualité, de sorte que ce sont les granulats qui se fissurent.

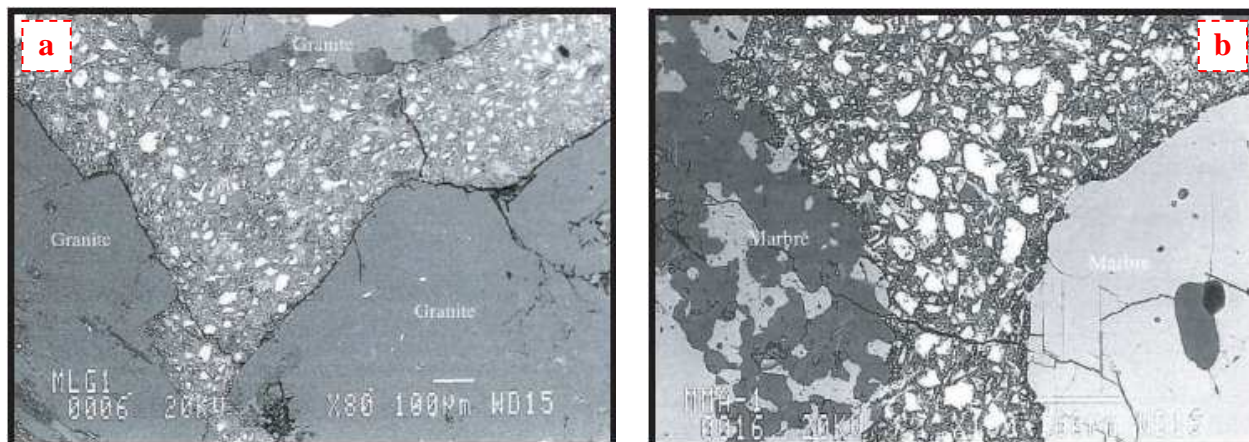


Figure 1.7 : Fissuration due au séchage, a) Granulats de type granite ; b) Granulats de type marbre [Perr 2001].

La résistance de la liaison augmente aussi avec l'âge du béton puisqu'elle dépend autant de la résistance de la pâte de ciment hydraté que des propriétés de surface du granulat. La résistance de la liaison et la résistance de la pâte de ciment hydraté peuvent augmenter avec l'âge, de sorte que la fissuration ne s'initie plus à l'interface pâte/granulat. Ce n'est plus alors la résistance de la liaison qui contrôle la résistance du béton.

L'épaisseur de l'auréole de transition augmente avec la taille du granulat et avec l'augmentation du rapport E/C, mais reste dans tous les cas inférieure à 50 µm [Meth 1986]. Dans le cas du béton à hautes performances contenant de la fumée de silice, elle peut être réduite à 15 µm environ. Certaines sources [Aitc 2003] signalent même l'absence de la zone de transition dans les bétons à hautes performances. En effet, l'utilisation de la fumée de silice permet à la fois de réduire considérablement la porosité et d'améliorer la liaison entre la pâte et les granulats [Vive 1997].

2. Modifications microstructurales de la matrice cimentaire sous l'effet de la température

Au cours de l'échauffement du béton, on observe de nombreux phénomènes physico-chimiques et des transformations qui modifient sa microstructure. Ces modifications ont un effet sur les propriétés thermiques, hydriques et mécaniques du béton. Nous présentons ici les transformations physico-chimiques de la matrice cimentaire sous l'effet de la température élevée. Des travaux de différents auteurs sur les transformations physico-chimiques au sein de la matrice cimentaire sont présentés.

Les principales réactions physico-chimiques dans la matrice cimentaire au cours de son échauffement sont regroupées dans le tableau 1.2 [Noum 1995]. Ces réactions se caractérisent par des pics endothermiques et exothermiques sur des courbes de températures différentielles d'analyse thermique différentielle ATD.

Entre 30 et 120°C :	L'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'échappent du béton. L'eau non liée est complètement éliminée à 120°C.
Entre 130 et 170°C :	Une double réaction endothermique peut avoir lieu correspondant à la décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Autour de 180°C et jusqu'à environ 300°C :	La chaleur brise le gel de ciment et arrache des molécules d'eau aux silicates hydratés. L'eau liée chimiquement commence à s'échapper du béton.
A environ 250 et 370°C :	On peut avoir de petits pics endothermiques indiquant des effets de décomposition et d'oxydation d'éléments métalliques (ferriques).
Entre 450 et 550°C :	Il y a décomposition de la portlandite en chaux libre : $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$
Entre 600 et 700°C :	Il y a décomposition des phases de C-S-H et formation de $\beta\text{-C}_2\text{S}$. C'est la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés qui produit une nouvelle forme de silicates bi-calciques.
Entre 700 et 900°C :	Il y a décomposition du carbonate de calcium. Le calcaire se décompose autour de 800°C en $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$, réaction de décarbonatation fortement endothermique qui libère du gaz carbonique.
A dessus de 1300-1400°C :	Début de la fusion de la pâte de ciment.

Tableau 1.2 : Les principales réactions physico-chimiques dans le béton à haute température [Noum 1995].

Les mesures de [Ye 2007] couplant les analyses thermo-gravimétriques (ATG) et l'analyse thermo-différentielle (ATD) obtenues sur quatre pâtes de ciments différents montrent, figure 1.8, des résultats similaires à ceux de [Noum 1995].

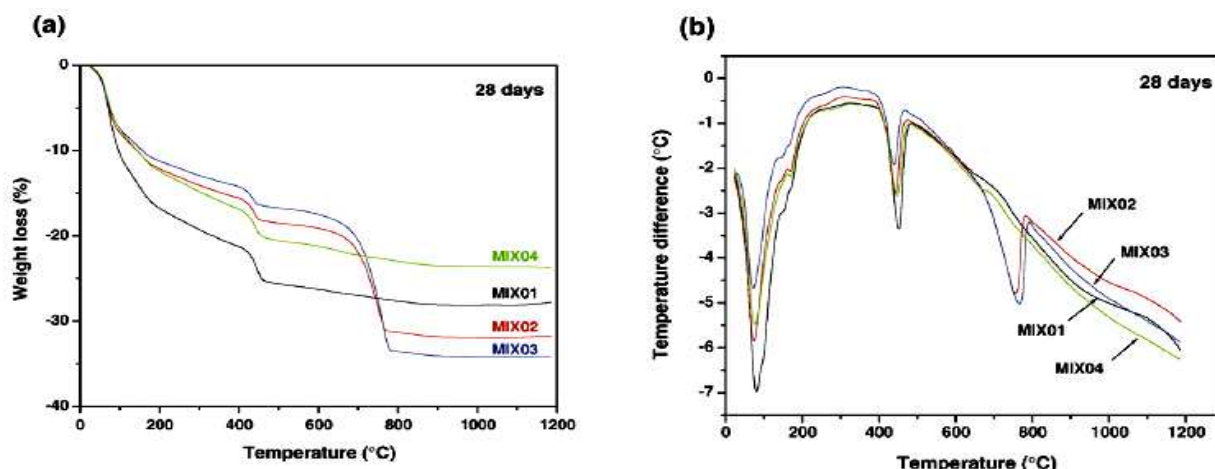


Figure 1.8 : Analyse ATG (a) et ATD (b) de quatre pâtes de ciment [Ye 2007].

La figure 1.9 présente les résultats d'ATD de trois BHP. On observe pour chaque réaction un pic endothermique ou exothermique [Died 1989]. Lorsque le BHP contient de la fumée de silice, celle-ci consomme la portlandite par réaction pouzzolanique. En conséquence, ce béton libère moins d'eau dans la seconde phase de déshydratation qu'un béton sans fumée de silice. Les pics thermiques peuvent être plus ou moins prononcés selon les quantités de produits hydratés dans le béton. L'ajout de constituants fins et ultra-fins dans le béton HP crée de nouveaux produits chimiques dans le béton qui peuvent, à haute température, modifier les résultats d'analyse thermique différentielle.

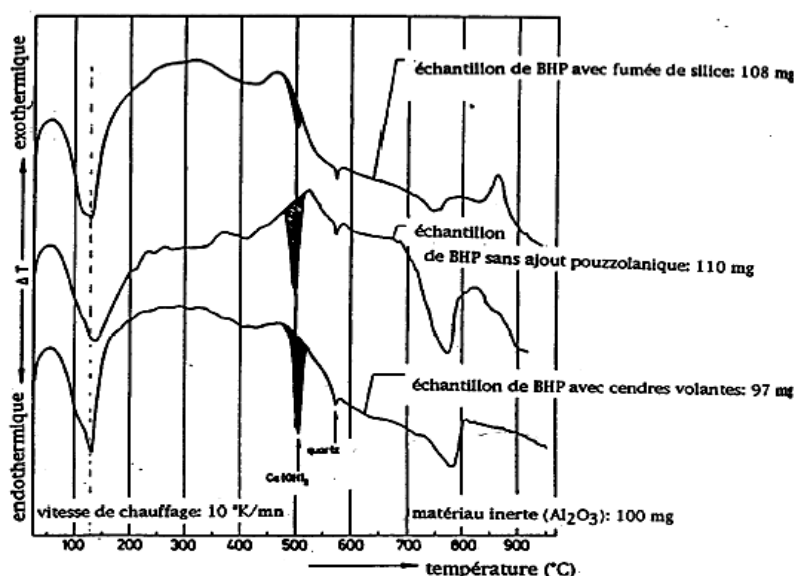


Figure 1.9 : Courbes déterminées par analyse thermique différentielle sur 3 BHP [Died 1989].

[Cast 2004] a utilisé la technique de la diffraction des neutrons (ou analyse thermo-diffractométrique) pour suivre les transformations de phases des principaux constituants de la pâte de ciment au cours de l'échauffement. A partir de la figure 1.10, nous observons que la disparition de l'ettringite se produit avant 100°C avec une déshydratation progressive des C-S-H jusqu'à 600°C. La quantité de CaO augmente fortement à partir de 500°C, suite à la déshydratation de la portlandite.

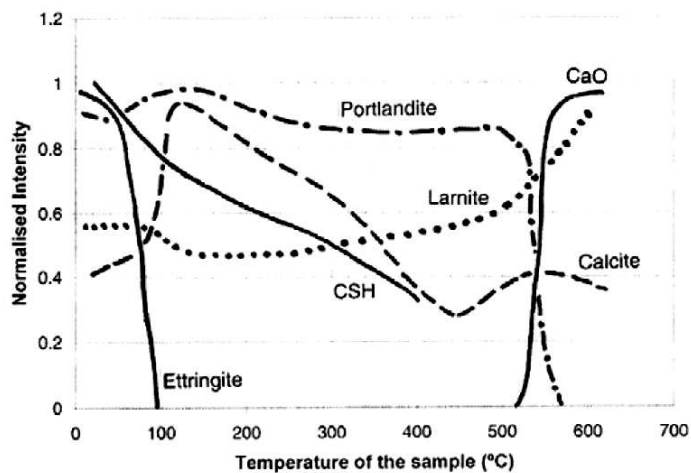


Figure 1.10 : Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment portland au cours d'un traitement thermique [Cast 2004].

Ces phénomènes physico-chimiques conduisent à de profondes modifications au sein de la structure poreuse. Il en résulte une augmentation de la porosité totale qui est accompagnée d'un étalement de la distribution de la taille des pores [Pias 1984] [Noum 1995] [Tsim 1998]. La figure 1.11 montre la distribution porosimétrique résiduelle d'une pâte de ciment préalablement exposée à différentes températures (20°C, 50°C, 150°C sur le graphique du gauche ; 250°C, 350°C, 450°C sur le graphique de droite).

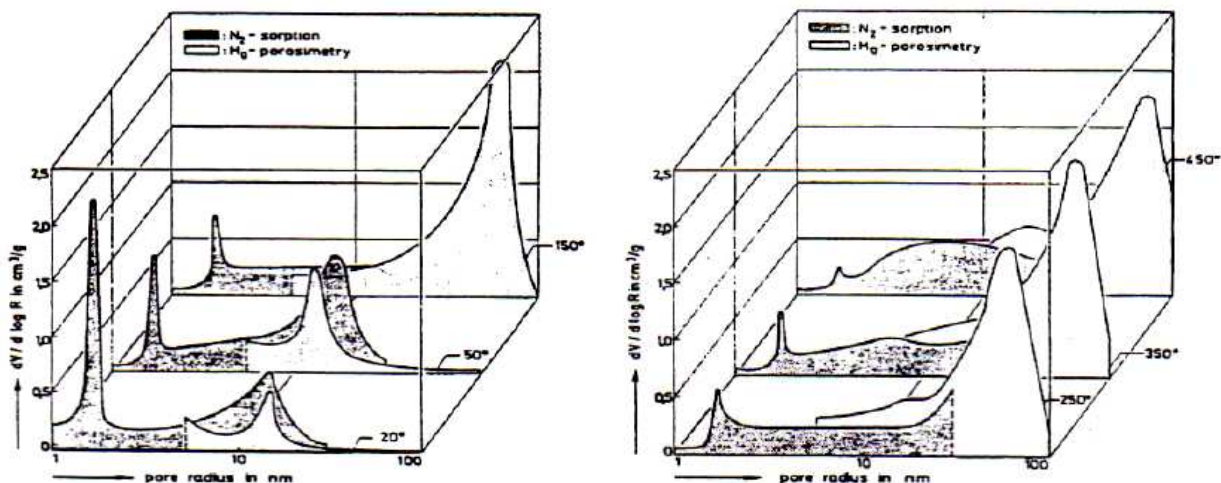


Figure 1.11 : Variation de la distribution porosimétrique d'une pâte de ciment (E/C = 0,3) en fonction des traitements thermiques (20°C, 50°C, 150°C, 250°C, 350°C et 450°C) [Tsim 1998].

Sur la figure précédente, la partie grisée correspond aux pores des hydrates qui sont mis en évidence à partir d'essais d'adsorption de gaz ; la partie claire désigne les pores capillaires déterminés par porosimétrie au mercure. La création et l'élargissement des pores sont causés à la fois par la libération de l'eau provoquant la rupture des cloisons des capillaires et par la microfissuration thermique [Noum 1995].

3. Comportement des granulats sous l'effet de la température

Comme les granulats occupent 60-80% du volume de béton, les variations de leurs propriétés thermiques ont un effet significatif sur la performance du béton à haute température. La déformation thermique et la conductivité thermique du béton sont par exemple fortement influencées par celles du granulat. Les modifications physico-chimiques se produisent également dans le granulat en fonction de leur nature minéralogique. Le facteur important du comportement du béton chauffé est la stabilité chimique et physique des granulats. Le choix des granulats est donc très important pour déterminer les propriétés thermiques et la stabilité thermique du béton à hautes températures [Khou 2007].

Les instabilités thermiques des granulats, comme leurs modifications minéralogiques, dilatations thermiques et fissurations thermiques, peuvent influencer fortement le comportement du béton à haute température. Il est donc important de connaître le comportement des granulats à haute température. La figure 1.12 présente la stabilité thermique de divers granulats en fonction de la température. Les granulats étudiés peuvent présenter un caractère instable. Dans cette étude, les

granulats légers possèdent une bonne stabilité jusqu'à 1000°C. Les granulats calcaires, siliceux et silico-calcaires commencent à subir des modifications minéralogiques et/ou chimiques entre 550 et 600°C.

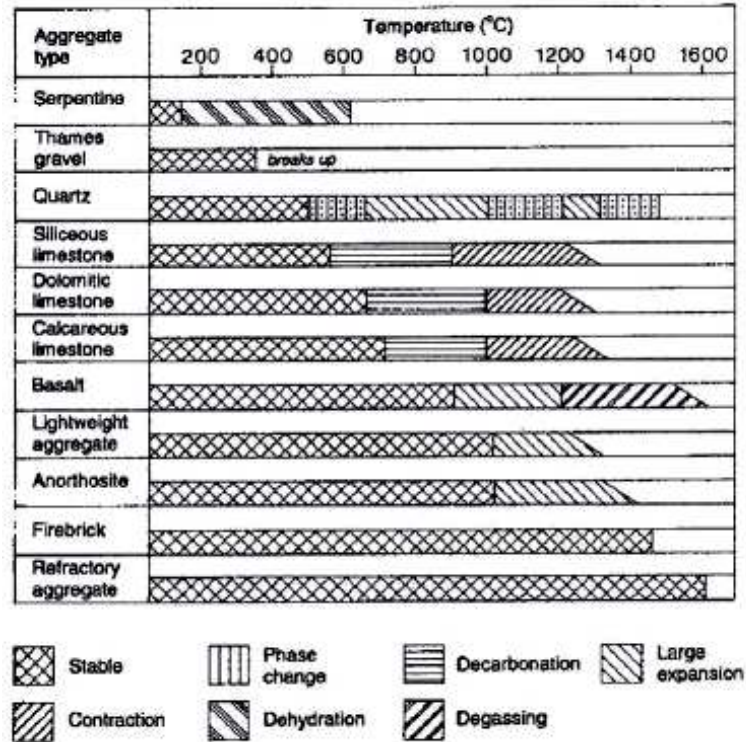


Figure 1.12 : Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [Khou 2005].

Dans différents travaux, Meyer Ottens [Meye 1972] a montré le risque important d'instabilité thermique de certains granulats : le grès (entre 260°C et 350°C), certains feldspaths et gneiss (entre 390°C et 450°C) et le silex (à partir de 150°C). Khoury [Khou 2005] a observé une instabilité thermique du gravier de silex provenant de la Tamise au dessous de 350°C. Mindeguia [Mind 2009] a montré un éclatement de silex entre 120°C et 200°C (figure 1.13).

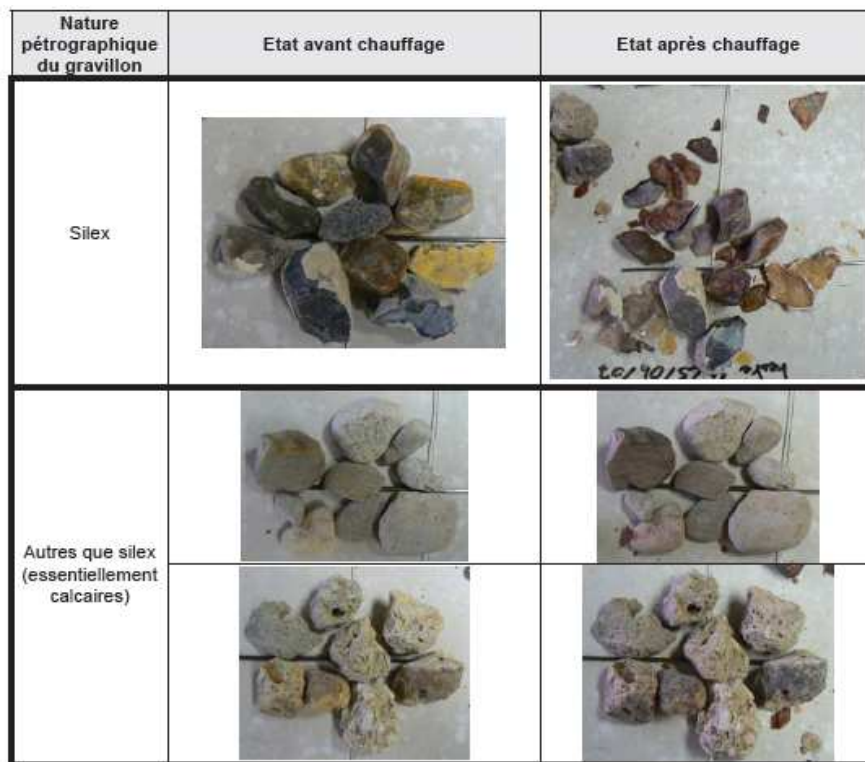


Figure 1.13 : Illustration du caractère instable des silex sous l’effet d’un chauffage 1°C/min [Mind 2009].

A température élevée, les granulats se décomposent et subissent des modifications physico-chimiques et minéralogiques importantes qui modifient essentiellement les caractéristiques microstructurelles du matériau. Les granulats sont composés de minéraux, éventuellement d’une matrice, de fissures et pores. La géométrie et la densité des fissures et pores sont les principaux paramètres de contrôle pour les propriétés physiques des granulats. Dans les structures de granulat, la variation de température est l’un des principaux facteurs qui influencent l’intégrité et les propriétés physiques des granulats. Elle est responsable de l’évolution de la microstructure du granulat en induisant de nouvelles fissures et le développement de microfissures et donc de l’augmentation du volume de l’espace vide. Il est très important d’évaluer les microfissures induites thermiquement à des températures différentes. Nous nous sommes donc intéressés aux effets de la température sur les modifications minéralogiques des principaux minéraux des granulats et leur répercussion sur différentes propriétés des granulats.

3.1. Modifications minéralogiques des principaux minéraux des granulats

Sous l’effet de la température, certaines modifications minéralogiques peuvent avoir lieu dans les granulats [Homa 1986]. Nous décrivons dans ce paragraphe les transformations subies par les minéraux rencontrés le plus couramment dans les granulats pour béton.

a). Quartz

Ce minéral est considéré comme le plus critique et pourtant les granulats siliceux (qui sont constitués principalement de ce minéral) sont fréquemment utilisés pour la fabrication du béton. Le quartz, de formule structurale SiO_2 , appartient à la famille des tectosilicates où tous les oxygènes sont communs à deux tétraèdres SiO_4 . Cet arrangement atomique fait que ces minéraux sont relativement peu altérables car la silice passe très difficilement en solution.

Selon une approche structurale, Domanski [Doma 1994] classe le quartz en deux catégories : cryptocristallin (ou microcristallin selon [Monn 2005], à grain extrêmement fin) que l'on trouve dans les cherts (silex, jaspe, opale,... roches contenant également de la calcédoine, minéral lui aussi siliceux et composé d'intercroissances de quartz microcristallin et de moganite, autre polymorphe du quartz), et macrocristallin. Dans la première catégorie, les minéraux sont principalement caractérisés par une faible taille des cristallites et des défauts structuraux. Les quartzs microcristallins peuvent contenir des molécules d'eau dans des microporosités et des groupements OH (silanols) (0.5 à 1.4% en masse d'eau et 0.2 à 0.9% en masse de silanol pour calcédoine [Monn 2005] et jusqu'à 1% d'eau combinée pour les silex [Deer 1992]). La deuxième catégorie regroupe les quartzs à cristallites de plus grande taille, ayant un taux de défauts liés faible par rapport au quartz micro- (ou crypto-) cristallin. Ces quartzs ont peu de silanols internes d'après [Vers 2005] mais renferment parfois des impuretés leur conférant une large palette de couleurs. D'une manière générale et quelle que soit la taille des grains, les quartzs peuvent subir un départ d'eau piégée et/ou les impuretés peuvent subir une déshydroxylation sous l'effet de la température. L'importance de cette perte d'eau dépend de la catégorie cristalline : plus la taille des grains est petite (quartz crypto-cristallins), plus la quantité de silanols est importante.

La forme de silice stable à basse température est le quartz α . Au-dessus de 573°C , à la pression ambiante, une légère rotation des liaisons entre tétraèdres conduit à une forme cristalline de symétrie hexagonale : le quartz β . Cette transformation est facilitée par la similitude cristallographique de ces deux variétés de quartz et elle est parfaitement réversible. Ce changement de phases brutal d'un état α à un état β s'accompagne d'un changement de volume de 1 à 5,7% [Baza 1996][Khou 2007]. Certains auteurs notent que cette dilatation volumique peut aller jusqu'à 8% [Géra 1992]. Ces changements volumétriques peuvent avoir un effet d'endommagement sur les bétons fabriqués avec de tels matériaux lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées. La température de transition du quartz α - β peut augmenter avec la pression. De plus, lorsque la température continue d'augmenter après 573°C , Fenner [Fenn 1913] a observé la transformation du

quartz β en tridymite à 867°C et puis en cristobalite à 1470°C (figure 1.14). Ces températures de transition de phase dépendent de la pression [Berr 1959].

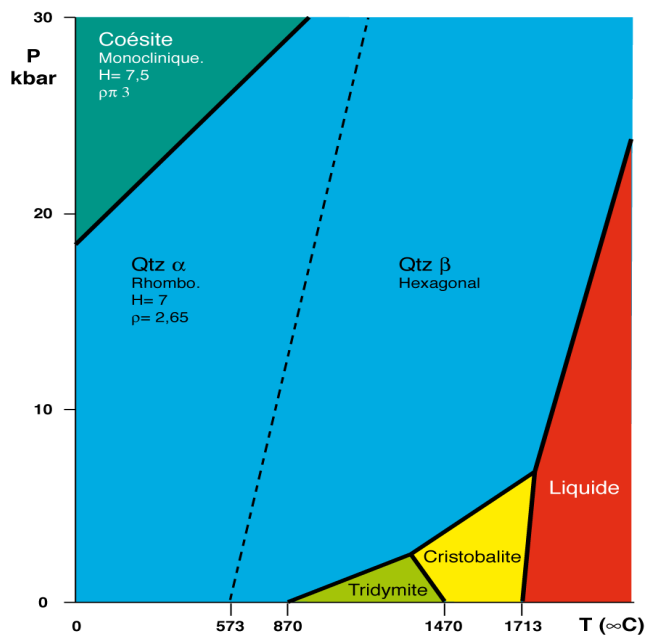


Figure 1.14 : Diagramme de phase de la silice

b). Feldspath

Les feldspaths sont des minéraux qui ne présentent aucune altération structurale jusqu'à 700°C [Homa 1986].

c). Micas

La muscovite subit des modifications à partir de températures de 750°C à 900°C, suivant les variétés [Mack 1957]. La biotite (ou micas noir) est une solution solide de composition $K_2(Mg,Fe)_{6-4}(Fe^{3+}, Al, Ti)_{0-2}[Si_{6-5}Al_{2-3}]O_{20}(OH,F)_4$. Elle ne subit pas de déshydroxylation dans la gamme des températures concernées lorsqu'elle est saine.

d). Calcite

La calcite, après le quartz, est le minéral le plus répandu à la surface de la terre. La calcite commence à se dissocier (décarbonatation) dans un four aéré à partir de 660°C [Joue 1980]. Deer a noté, par contre, que les granulats calcaires présentent un bon comportement thermique jusqu'à

700°C [Deer 1992]. Au-delà de cette température, il y a apparition de phénomène : Le carbonate de calcium commence à se décomposer en monoxyde de calcium (CaO) appelé chaux. Cette réaction évacue une quantité de CO₂ considérable qui atteint un pic à environ 800°C. La décarbonatation est complète à 898°C [Khou 2007]. Cela entraîne une déstructuration du granulat. Le monoxyde de calcium formé peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite de formule Ca(OH)₂. Cette réaction entraîne un gonflement important se traduisant par un doublement de volume [Rays 2009].

e). Les minéraux argileux

Dans cette catégorie de minéraux se regroupent les minéraux d'altération des silicates (feldspaths par exemple) comme la kaolinite, la séricite et l'illite. Les minéraux argileux perdent généralement un peu d'eau (eau d'adsorption) aux environs de 105°C. Les réactions de déshydroxylation se situent aux environs de [Joue 1980] :

- 410°C pour l'illite,
- 430°C pour la kaolinite,
- 700°C pour la séricite.

f). La chlorite

La biotite est très fréquemment altérée en chlorite. Ce minéral peut perdre un peu d'eau adsorbée vers 130°C. Les réactions de déshydroxylation démarrent vers 450°C et se poursuivent jusqu'à 900°C suivant les variétés [Homa 1986].

g). La goethite

Ce minéral est une forme hydratée d'oxyde de fer FeO(OH). Sa température minimale de début de déshydratation est de 250°C, avec une perte en eau de 11% [Joue 1980]. Cette réaction de déshydratation conduit à la formation d'hématite (Fe₂O₃).

3.2. Perte de masse des différentes roches

Les déshydratations, déshydroxylation et décarbonatations des minéraux sont mises en évidence en mesurant la perte de masse des roches en fonction de l'élévation de température. Les roches selon leur nature minéralogique présentent des pertes de masse très variables selon leur nature minéralogique.

Ainsi, Robert [Robe 2009], à partir des essais d'ATG jusqu'à 1130°C, a montré qu'il y avait de grandes différences de perte de masse parmi les trois types de granulats testés : granulats siliceux de la Garonne, granulats calcaires du Rhone et granulats silico-calcaire de Basse Seine. Les granulats calcaires du Rhone avaient une perte de masse d'environ 40% résultant de la décarbonatation. Les granulats siliceux de la Garonne par contre ne perdaient que 2% de masse (Tableau 1.3). Harmathy et Allen (1973) [Meno 2004] ont confirmé cette grande différence de perte de masse entre des granulats calcaires et des granulats siliceux (figure 1.15). Les granulats calcaires, du fait de la décarbonatation de la calcite et au départ de CO₂, subissent une perte de masse plus importante. Les granulats siliceux sont essentiellement composés de quartz qui subit une transformation minéralogique ($\alpha \rightarrow \beta$ à 573°C) mais reste stable chimiquement.

Type	Origin	Aggregate size	Loss on ignition: %	CaCO ₃ : %
Alluvial	- Rhone Valley	0/4	40	90
		5/12.5	41	94
	Base Seine	0/4	8	17
		3-15/8	21	47
	✓ Garonne	5/12.5	16	37
		0/4	2	—
Limestone	- Jurassic Bathonien	4/12.5	2	—
		0/6-3	43	98
	- Beauce	6-3/14	44	99
		1/10	42	96
	- Jurassic Grainy	10/20	41	94
		0/2-5	44	99
		2-5/6-3	44	100
		6-3/12.5	42	96
Massive Eruptive	✓ Andesine	0/4	4	—
		6-3/10	4	—
		10/14	3	—
	✓ Cornéan	4/6-3	3	—
		6-3/10	3	—
		10/14	3	—

Tableau 1.3 : Pertes de masse de différents granulats [Robe 2009].

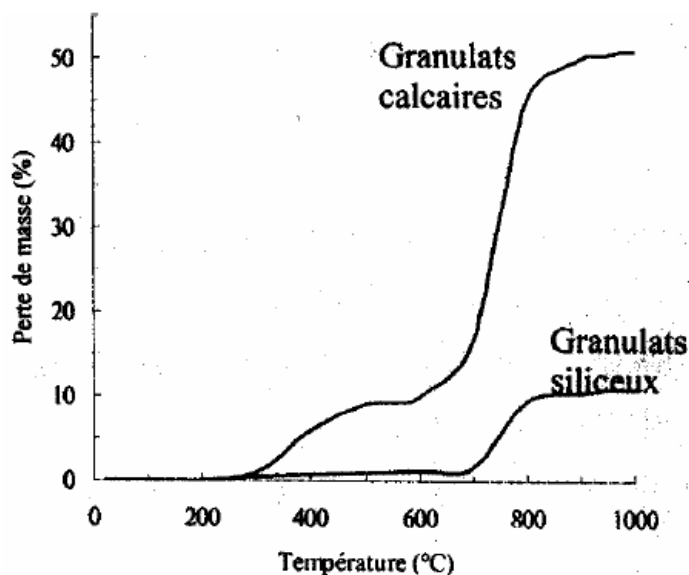


Figure 1.15 : Perte de masse de deux types de granulats (calcaire et siliceux) d'après Harmathy et Allen (1973) [Meno 2004].

Pour les granulats carbonatés, Homand-Etienne [Homa 1986] a mesuré une perte de masse du même ordre de grandeur que celle observée par Robert [Robe 2009]. Par contre, Homand-Etienne mesure pour le calcaire d'Euville une perte de poids importante qui débute à partir de 400°C (pic à 470°C). Les pertes de masse ne débutent qu'à partir de 660°C pour les deux autres calcaires (décarbonatation) (figure 1.16 a). La perte de masse plus précoce du calcaire d'Euville s'explique par la présence de matières organiques et d'hydrates [Homa 1986].

Pour les granulats siliceux (figure 1.16 b), le quartzite perd très peu d'eau. Par contre, le granite de Senones présente une diminution de poids non négligeable. Dans ce granite, on remarque un départ d'eau d'adsorption vers 100°C ; les teneurs assez élevées en chlorite, kaolinite et séricite peuvent expliquer les pertes de poids importantes dans le domaine de température 100°C-800°C. Pour les grès (figure 1.16 c), les pertes de poids sont assez similaires dans le cas des grès à Voltzia et de Champenay. Celles-ci sont provoquées par le départ d'eau des argiles et des hydroxydes de fer et sont de l'ordre de 1% à 800°C. Le grès de Merlebach présente par contre des diminutions de poids beaucoup plus importantes, provoquées en particulier par la présence de matières organiques. Argiles, limonite, pyrite contribuent également à cette chute de poids.

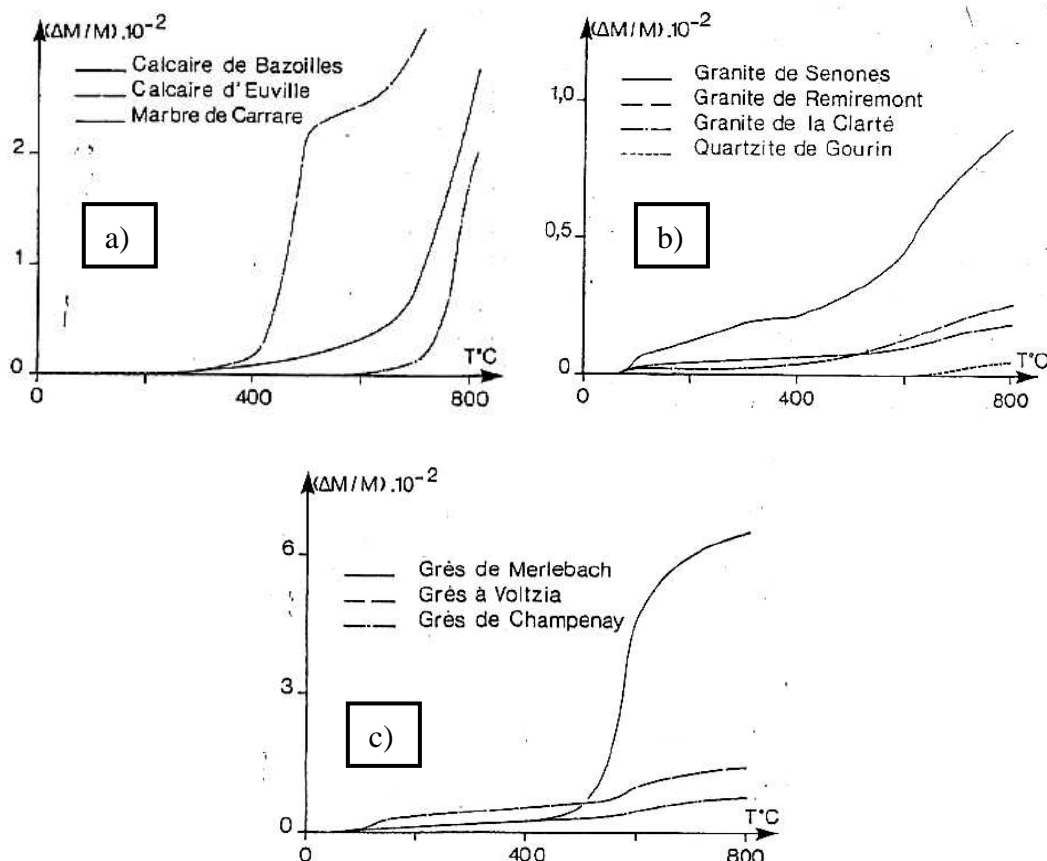


Figure 1.16 : Variation de poids en fonction de la température, a) roches carbonatées ; b) roches de la famille des granites ; c) grès. [Homa 1986].

La perte de masse de ces granulats induit des variations dimensionnelles des échantillons, ce qui peut être une raison de l'endommagement des bétons sous l'effet de la température.

3.3. Dilatation thermique des différentes roches

Lors d'une augmentation de température, les minéraux qui composent les roches subissent des dilatations/contractions thermiques. La dilatation thermique est essentiellement anisotrope et les roches sont, de plus, minéralogiquement hétérogènes, ce qui provoque des inégalités de dilatation. Des phénomènes d'incompatibilité de déformation surviennent alors, lorsque l'ordre de grandeur des dilatations thermiques n'est pas le même suivant les minéraux [Homa 1986] [Some 1992] [Zara 1994]. On parle alors de dilatations différentielles. Les dilatations différentielles peuvent être causées par la présence de plusieurs types de minéraux dans les roches (roches polyminérales) et par l'anisotropie de la dilatation thermique des minéraux (roches monominérales et polyminérales).

Le coefficient de dilatation linéaire des roches varie en fonction de la minéralogie, la texture, la porosité et la microfissuration. D'après Bazant et Kaplan [Baza 1996], l'expansion thermique des

granulats dépend principalement de leur teneur en silice. Les roches à haute teneur en silice comme les grès ou les quartzites ont une forte expansion thermique (de plus, la transformation du quartz α en quartz β à 573°C s'accompagne d'un gonflement du granulat). Les roches ne contenant pas ou peu de silice, telles les roches calcaires, ont des expansions thermiques moins importantes [Baza 1996].

Des données expérimentales des roches magmatiques dans une gamme de température de 25 à 550°C [Rich 1974] montrent que les dilatations thermiques mesurées dépendent de la porosité, de la fissuration initiale, de la vitesse d'augmentation de la température, du maximum de température atteint, aussi bien que de la composition minéralogique et de l'anisotropie de structure de la roche. Pour des vitesses de montée en température inférieures ou égales à 2°C/min et une température maximale de 250°C, les coefficients de dilatation thermique α sont très proches des coefficients théoriques calculés à partir de la composition minéralogique et il n'y a pas de déformation permanente résiduelle. Si la roche est fissurée au départ, α est plus faible que la valeur calculée. Pour des vitesses de montée en température supérieures à 2°C/minute ou des températures supérieures à 350°C, de nouvelles fissures sont produites et α diminue.

Par ailleurs, [Grif 1971] mesurent des coefficients de dilatation thermique dans une gamme de température de -140°C à 950°C. Ils montrent qu'il existe une rupture de pente importante dans la courbe de dilatation d'une granodiorite, correspondant à la transition quartz α - β . [Homa 1986] montre de même la variation des coefficients de dilatation thermique linéaire en fonction de la température pour les granites de Senones et de Remiremont. La fissuration initiale du matériau agit comme retardateur de dilatation suivant une direction donnée. L'anisotropie de dilatation thermique tend à diminuer avec l'augmentation de la température, du moins dans le cas très net du granite de Remiremont, à partir de 500°C. La dilatation relativement faible du granite de Remiremont entre 25°C et 400°C est compensée par une accélération rapide de ce phénomène aux températures plus élevées. Les courbes de dilatation thermique de ces deux granites sont similaires à celles présentées par Cooper et Simmons [Coop 1977].

Robert [Robe 2009] fait une mesure de coefficient d'expansion thermique sur trois types de roche siliceuse, calcaire et silico-calcaire, provenant de huit origines différentes en France. Le Tableau 1.4 montre les valeurs des coefficients d'expansion thermique de ces huit granulats sous différentes gammes de température. Ces résultats obtenus sont présentés jusqu'à 750°C parce que certains des changements brusques et les comportements atypiques ne permettent pas une analyse sensible dans cette gamme (figure 1.17).

Temperature (°C)	Thermal expansion coefficient $\alpha : 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$							
	Calcareous				Siliceous- calcareous	Siliceous		
	Alluvial Rhone	Calcareous Jurassic Bathonien	Calcareous Beauce	Calcareous Jurassic Grainy	Alluvial Basse Seine	Alluvial Garonne	Eruptive Andesine	Eruptive Cornean
20-100	5.6	5.6	9.5	6.2	15.4	14.3	9.0	13.2
100-350	11.5	9.8	18.0	9.7	19.2	20.8	10.3	17.1
350-550	17.5	39.4	73.1	13.8	57.9	56.1	13.7	43
550-750	27.2	31.1	30.2	19.3	15.6	1.5	17.5	8.1

Tableau 1.4 : Coefficients d'expansion thermique de différentes natures de granulat en fonction de la température.

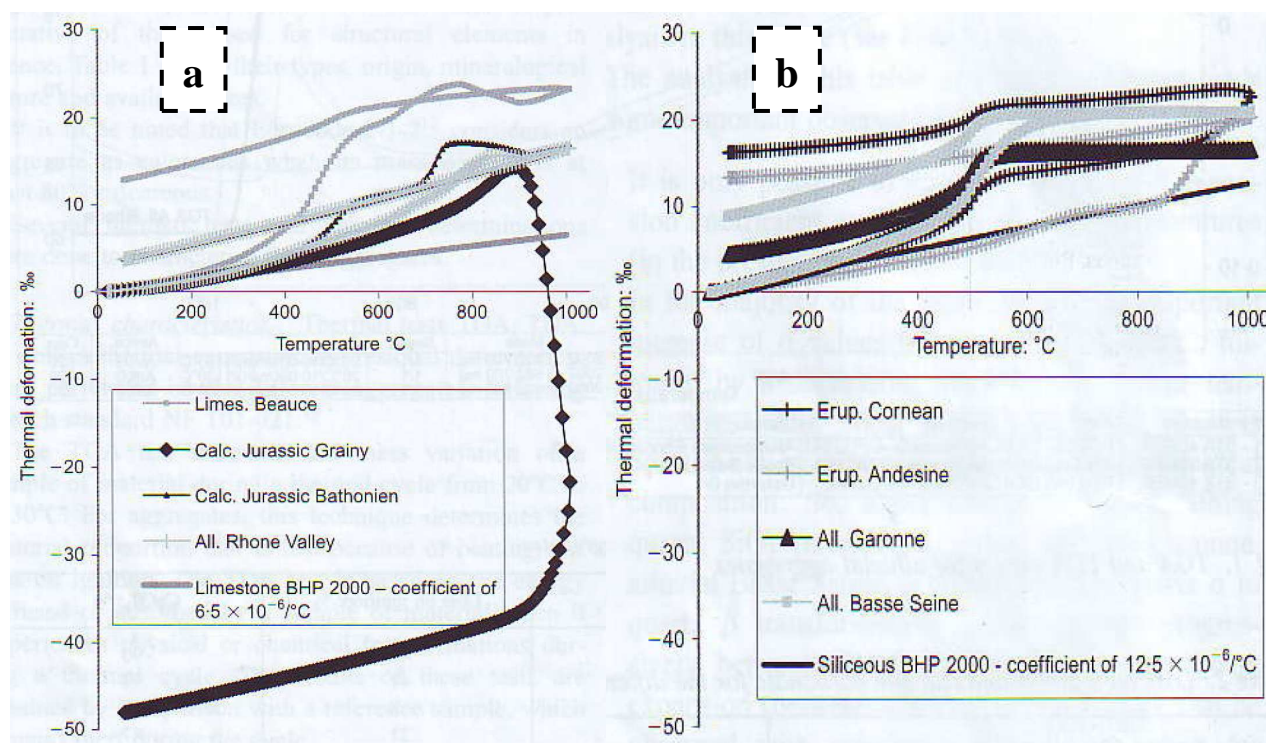


Figure 1.17 : Les déformations de granulats, a) calcaires ; b) silico-calcaire et siliceux [Robe 2009].

Plusieurs enseignements peuvent être tirés de ces résultats :

- a)** Il est seulement possible de considérer le coefficient de dilatation thermique comme linéaire pour de faibles élévations de température (dans le cas présent, au dessous de 350°C).
- b)** Dans la plupart des cas, il y a une importante augmentation du coefficient de dilatation α entre 350 et 550°C puis une tendance à la diminution pour les températures plus hautes. Le facteur prépondérant expliquant ces variations est la composition minéralogique des roches. Ainsi, l'expansion de roches contenant du quartz (figure 1.17 b) est affectée par la transformation du quartz α en quartz β qui apparaît progressivement entre 500 et 650°C. Une expansion significative (entre 400°C et 600°C) peut être aussi observée pour le granulat calcaire Beauce et Jurassien Bathonien.
- c)** Même si certaines tendances sont similaires, les valeurs d'expansion thermique varient considérablement pour un même type pétrographique (cette observation est déjà notée par [Kapl 1996]).
- d)** Les résultats ne permettant pas de conclure de façon générale sur la prépondérance de la nature minéralogique des roches sur leurs dilatations thermiques, excepté avant 400°C où l'expansion thermique des granulats siliceux est nettement supérieure à celle des granulats calcaires.
- e)** Après refroidissement, tous les échantillons ont une déformation résiduelle. Les granulats calcaires ont une expansion résiduelle d'un quart environ de la valeur à 1000°C. Celle des granulats siliceux est égale environ à la moitié de la dilatation à 1000°C. Le granulat calcaire Grainy, Jurassien, par contre, présente à 1000°C une importante contraction qui peut être liée à une décarbonatation plus précoce pour ce type de granulat.

Par ailleurs, avec l'élévation de température, des fissures apparaissent et sont aussi à l'origine de la variation de la dilatation thermique α_v avec la température. A 400°C, les valeurs de α_v mesurées sont toujours plus fortes que celles calculées à partir de la composition minéralogique [Coop 1977], à cause de l'ouverture de fissures.

[Lion 2004] a aussi constaté que la variation du coefficient de dilatation thermique des minéraux en fonction de la température n'était pas linéaire. Le Tableau 1.5 donne les valeurs de la dilatation thermique de la calcite et du quartz selon les axes cristallographiques et plus précisément l'axe c (axe ternaire). Ces deux minéraux sont les plus « sensibles » à la température puisque ce sont ceux qui ont à la fois les dilatations thermiques les plus importantes et les anisotropies de dilatation les plus marquées. De plus, le comportement de la calcite est particulier dans la mesure où ce minéral

subit une contraction perpendiculairement à l'axe c pour une augmentation de température (la déformation volumique reste positive).

Minéral	Axe	Pourcentage de dilatation thermique (%) entre 20 °C et :			
		100 °C	200 °C	400 °C	600 °C
Calcite	// axe c	0,19	0,48	1,12	1,82
	⊥ axe c	-0,04	-0,10	-0,18	-0,22
Quartz	// axe c	0,08	0,18	0,43	1,02
	⊥ axe c	0,14	0,30	0,73	1,75

Tableau 1.5 : Dilatation thermique de la calcite et du quartz, résultats repris dans [Lion 2004].

Les mesures dilatométriques menées sur le quartz par [Sorr 1974] ont relié l'expansion thermique à la taille des grains de quartz. Trois types de quartz ont été testés entre 560 et 650°C : un monocristal de quartz, du quartz microcristallin (chert) et du quartz broyé de diamètre inférieur à 38 µm (400 mesh quartz powder, en Anglais). Les trois catégories présentent une dilatation identique avant 560°C. Au delà de 570°C, la dilatation dépend de la taille des grains de quartz. L'expansion volumique due au changement de phase diminue lorsque la dimension des cristallites diminue : elle est respectivement de $250 \cdot 10^{-5} \text{ deg}^{-1}$, $150 \cdot 10^{-5} \text{ deg}^{-1}$ entre 571°C et 573°C pour le monocristal et le quartz broyé. Pour une structure microcristalline comme le chert, la dilatation est plus faible et plus progressive : $31 \cdot 10^{-5} \text{ deg}^{-1}$ entre 560 et 650°C. La figure 1.18 montre les coefficients d'expansion volumique mesurés sur ces trois types de quartz entre 563 et 600°C. On observe en effet que le quartz microcristallin (chert) présente une expansion plus faible et plus lente. [Sorr 1974] explique que la surface ou les joints entre grains exercent un effet tampon absorbant les déformations thermiques. Les coefficients d'expansion thermiques sont liés à la taille des cristaux de quartz.

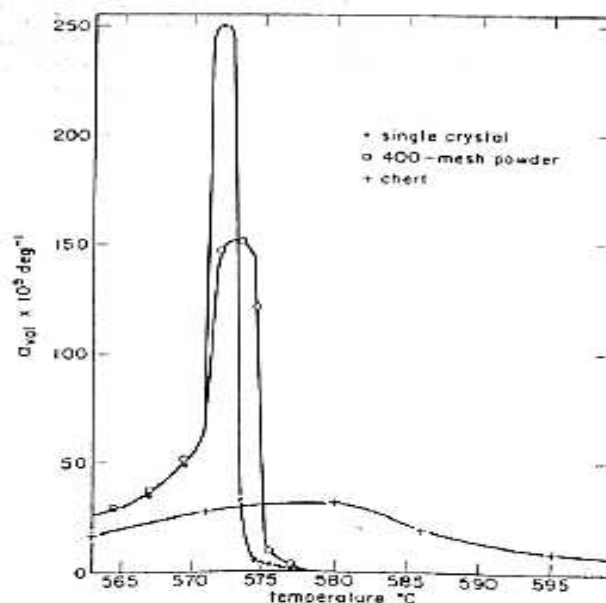


Figure 1.18 : Coefficients d'expansion volumique de quartz monocristal, de quartz broyé en poudre et de chert [Sorr 1974].

3.4. Fissuration thermique

Des contraintes intergranulaires de traction et de compression se développent avec les inégalités de dilatation et si celles-ci dépassent la résistance à la rupture, des fissures intergranulaires et intragranulaires se produisent [Bere 1988]. Ces ruptures sont indépendantes du gradient de température. Plusieurs modèles existants sont utilisés pour interpréter la fissuration thermique [Homa 1986] : le modèle de l'inclusion sphérique, le modèle du bicristal, le modèle de l'agrégat polycristallin.

La fissuration thermique comprend à la fois la création de nouveaux vides et l'élargissement des vides préexistants, ce qui implique une augmentation de la porosité. De plus, un autre phénomène peut intervenir au sein des matériaux rocheux lors d'une élévation de température : la libre dilatation des grains dans les vides initiaux [Some 1992]. Dans ce cas, une diminution de la porosité est observée (contraction thermique du volume poreux). Ces deux phénomènes sont antinomiques et expliquent pourquoi le comportement des roches en fonction de la température est varié. L'évolution de la microstructure des roches en fonction de la température dépend donc de la prépondérance soit des phénomènes de fissuration soit des phénomènes de densification. Les fissurations thermiques sont générées d'abord aux joints de grains [Fred 1986], où il peut y avoir une incompatibilité élastique. La taille des nouvelles fissurations d'origine thermique sera donc proportionnelle à la taille des grains de la roche.

Des expériences effectuées sur différentes roches mettent en évidence les principaux paramètres influençant la sensibilité à une sollicitation thermique [Homa 1986] [Bere 1988] [Lion 2004]:

a). La cristallinité de la roche : par ce terme, sont désignées les roches entièrement composées de cristaux jointifs. Il s'agit de roches à texture grenue, qu'elles soient d'origine magmatique ou métamorphique, qui ne présentent qu'une très faible porosité de pores.

b). La taille des grains : lorsque les grains ou les cristaux sont de petite taille, les inégalités de dilatation sont faibles en valeur absolue. La granularité constitue donc un facteur important permettant de prévoir les comportements respectifs de roches d'une même famille : un granite à gros cristaux se fissure plus qu'un granite à petits cristaux ; un calcaire à gros grain est plus sensible qu'un calcaire à grain fin ; un grès à gros grain est également plus sensible qu'un grès fin. Cette conclusion est étayée par les travaux de Fredrich et Jones [Fred 1986] [Jone 1997]. Ils supposent que les contraintes internes d'origine thermique sont dissipées par déformations plastiques au niveau des joints.

c). La porosité initiale de la roche : plus la porosité est faible et plus les roches sont sensibles à la température. Quand la porosité initiale est faible (cas des granites ou des marbres par exemple), des fissures peuvent se former à des températures relativement faibles (de l'ordre de 100°C). Au contraire, les roches poreuses comme les grès sont peu sensibles à la température puisque la dilatation thermique des constituants peut s'effectuer assez librement. La porosité fissurale influence également la sensibilité des roches à la température. A granularité équivalente, plus les roches sont fissurées initialement et moins elles sont sensibles à la température. En effet, les fissures préexistantes offrent des espaces libres à la dilatation des minéraux.

d). La composition minéralogique : Si les constituants sont multiples (roches polyminérales) et/ou leur dilatation thermique anisotrope, il en résulte des dilatations thermiques différentielles qui favorisent la formation de fissures.

e). La texture : Plus la texture est homogène et plus la fissuration se développe fortement. Les roches à texture hétérogène sont moins sensibles à la température puisque qu'elles offrent plus de liberté à la dilatation des minéraux.

f). La pression exercée sur les roches lors du chauffage : Wong [Wong 1979] ont montré que la formation de fissures est atténuée quand les roches sont soumises à des contraintes extérieures lors du chauffage.

La microfissuration est, en général, caractérisée par des observations au MEB, par la mesure de célérité des ondes et par des essais de compressibilité. Par exemple, les observations et les mesures réalisées au MEB [Bere 1988] mettent en évidence que les longueurs des fissures évoluent peu dans

les granites. Par contre, les largeurs de fissures augmentent fortement (figure 1.19). Les fissures intracristallines sont toujours plus longues que les fissures intercristallines. Cependant, ces dernières sont toujours plus ouvertes que les premières. L'évolution de la porosité de fissure déterminée par essai de compressibilité est tout à fait comparable à celle déterminée par les mesures au MEB [Homa 1986].

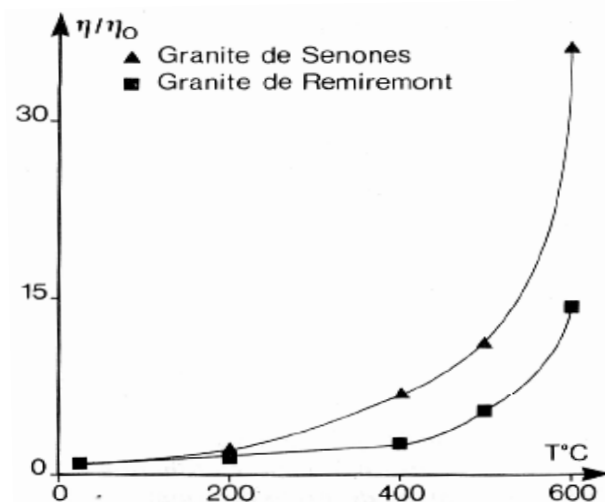


Figure 1.19 : Evolution de la largeur des fissures intercristallines en fonction de la température pour les granites de Senones et de Remiremot [Bere 1988].

Homand-Etienne [Homa 1986] a effectué au MEB une observation du quartzite de Gourin après chauffage. Elle observe des fissures fines ($0.08\mu\text{m}$) qui se propagent entre les cavités ou même indépendamment autour de cristaux non marqués par des cavités à partir de 600°C . Elle constate la formation de fissures intercristallines et ne remarque pas de fissures intracristallines. La température ne produit pas de changements de structure spectaculaires dans cette roche, contrairement aux granites et même par rapport à d'autres quartzites [Frie 1979]. Elle suppose que la forte porosité de départ absorbe en grande partie les différences de dilatation thermique. D'autre part, la faible taille du grain ($50\mu\text{m}$ à $100\mu\text{m}$) ne produit que de faibles dilatations.

[Doma 1992] et [Hanc 1985] ont mis en évidence des différences de sensibilité thermique entre le quartz cryptocristallin présent dans les silex par exemple et le quartz macrocristallin dont sont constitués les quartzites. Le quartz cryptocristallin subit des microfissures sous l'effet de la température à partir de 400°C . Tandis que le quartz macrocristallin ne présente pas d'endommagement thermique significatif à 600°C . Contrairement aux études précédentes, c'est ici la roche constituée des grains de plus grande taille qui présente l'endommagement thermique le plus important, l'endommagement survenant à 400°C avant la transition $\alpha \rightarrow \beta$ et les expansions volumiques les plus importantes. D'autres paramètres doivent rentrer en jeu. Dans la littérature, différentes explications ont été émises pour attribuer le caractère instable de ces silex, comme les

contraintes thermiques différentielles [Purd 1974] [Pric 1982], la présence d'eau liée dans la microstructure [Meye 1972] [Grif 1987] et la modification de la texture granulaire [Flen 1975] [Schi 1982] [Doma 2009]. En outre, les quartzites métamorphiques peuvent avoir déjà subi de hautes températures et peuvent par conséquent ne plus être affectés par un nouveau cycle thermique.

L'observation du marbre de Carrare (roche métamorphique) au MEB [Homa 1986] montre que les limites entre cristaux s'ouvrent (fissures de l'ordre de $0.5\mu\text{m}$) dès 100°C . Le déchaussement des cristaux va ensuite en s'accroissant ; la largeur moyenne des fissures est de $3\mu\text{m}$ à 300°C , de $5\mu\text{m}$ à 400°C et elles atteignent $10\mu\text{m}$ à 700°C . Les pores deviennent plus nombreux, leurs formes sont irrégulières ; leur ouverture moyenne à 700°C est de $2.5\mu\text{m}$. Des fissures intracrystallines apparaissent dès 100°C . Ces fissures empruntent une direction préférentielle de plan de clivage. Dans cette roche monominérale, la température provoque une importante fissuration due à la forte anisotropie de dilatation thermique de la calcite et également à la quasi absence de discontinuités initiales. Yavuz [Yavu 2009] note aussi que les roches carbonatées sont principalement des roches monominérales et les fissurations thermiques dans ces roches sont dues à des concentrations des contraintes internes résultant de la dilatation thermique anisotrope de la calcite. L'orientation aléatoire des calcites génère des contraintes internes élevées dans la roche. L'augmentation de températures entraîne une expansion le long de la direction c et une contraction dans la direction perpendiculaire à c. Il a également été démontré que le coefficient de dilatation augmente avec la température [Lion 2005] [Mala 2006] [Roya 1999].

Ferrero et Marini [Ferr 2001] ont déterminé les densités de fissuration au moyen d'une analyse microscopique dans les échantillons de calcaire et de marbre chauffés jusqu'à 600°C . Une corrélation entre une augmentation de la porosité ouverte liée à l'ouverture de nouvelles fissures et la densité de fissuration a été mise en évidence pour les deux roches. D'après Berest, les roches carbonatées réagissent en fonction de leur structure initiale : une température de 100°C provoque une fissuration importante des marbres. Par contre les micrites (une boue carbonatée très finement cristallisée) se fissurent peu [Bere 1988].

3.5. Evolution du comportement mécanique des roches avec la température

Compte tenu de l'importance des effets thermiques sur la structure des roches, leur comportement mécanique dépendra fortement de la température. L'effet immédiat des changements de température sur les matériaux se reflète dans leurs propriétés mécaniques, telles que la limite d'élasticité et la résistance maximale à une sollicitation mécanique. Les recherches à des pressions de confinement faibles sur l'évolution du comportement des matériaux rocheux en fonction de la température sont peu nombreuses. Il y a beaucoup d'études, par contre, qui se situent dans le domaine des hautes

pressions de confinement ($>20\text{MPa}$) et elles ont été réalisées en vue de la compréhension de certains processus géologiques. Nous avons volontairement limité les références à des études sous faible pression de confinement concernant plus spécifiquement notre travail de recherche : comprendre et évaluer l'influence de la nature des granulats sur le comportement du béton à haute température.

Lors des essais de compression uniaxiale, il est généralement admis que la température provoque une diminution du module d'Young, du coefficient de Poisson, de la contrainte à la rupture et du seuil de plasticité [Homa 1986] [Zhan 2009]. Ces tendances générales observées sous température (i.e. diminution du module d'Young, de la résistance à la rupture,...) sont également rencontrées pour les essais de compression uniaxiale réalisés après traitement thermique [Homa 1986] [Pera 1971]. Elles sont principalement causées par la fissuration thermique. La vitesse de sollicitation a une grande influence sur la résistance ultime et sur la forme de la courbe complète contrainte-déformation d'après Houper (1974) [Homa 1986]. Lorsqu'un matériau est soumis à plusieurs cycles thermiques, c'est le premier cycle qui génère les plus fortes pertes de résistance et de rigidité (figure 1.20) [Mahm 1998]. L'accroissement de la phase de serrage est également plus marqué après le premier cycle thermique. Après plusieurs cycles thermiques répétés, les propriétés mécaniques du matériau diminuent encore mais de manière atténuée.

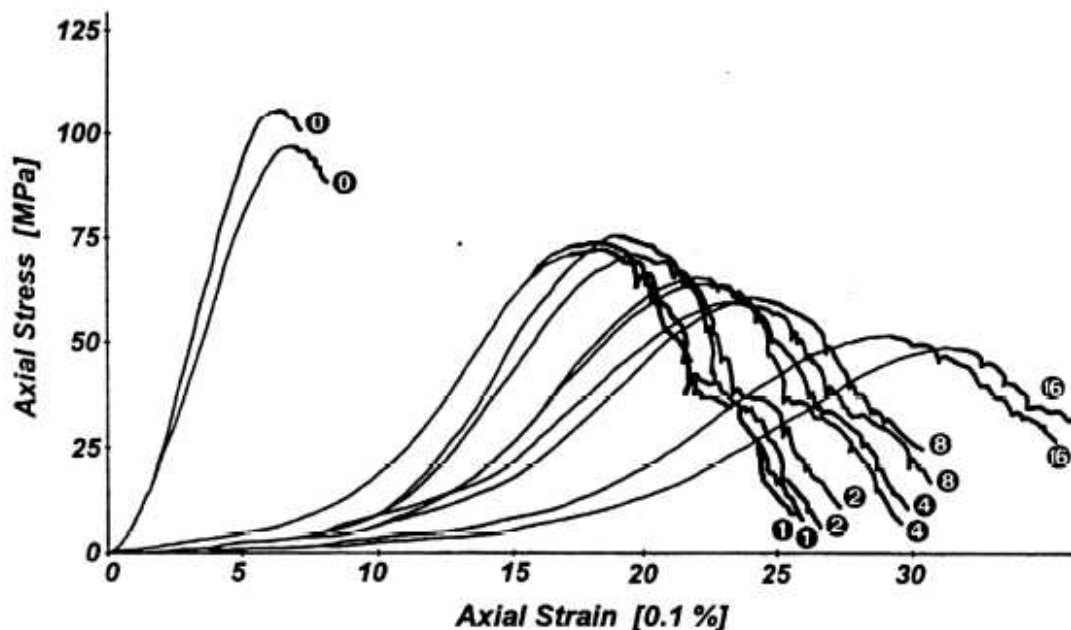


Figure 1.20 : Essais de compression uniaxiale sur un marbre pré-fissuré thermiquement à 600°C (les chiffres correspondent aux nombres de cycles thermiques effectués) [Mahm 1998].

a). Roches carbonatées :

Les études de Perami [Pera 1971] montrent qu'un calcaire cristallin et une dolomie cristalline deviennent ductiles à 350°C dans le domaine des essais de compression sans confinement. Leurs résistances à la compression passent de 75 MPa à 60 MPa pour une température de 200°C et à 50 MPa pour 350°C. La diminution des performances mécaniques des roches carbonatées sous l'effet de la température est généralement admise. Néanmoins, des tendances différentes peuvent être rencontrées. Par exemple, Homand-Etienne [Homa 1986] montre que la résistance à la rupture et le module d'Young d'un calcaire micritique (Bazoilles) peuvent augmenter sous température. Cette évolution a été attribuée au développement de zones plastiques en tête de fissures. La figure 1.21 illustre cet exemple à partir des rapports de module d'Young et des résistances à la compression sous température par rapport à leur valeur initiale. On remarque alors que le module d'Young et les résistances à la compression du calcaire de Bazoilles augmentent entre 200°C et 400°C. Ceci est confirmé par les résultats de Henry [Henr 1978].

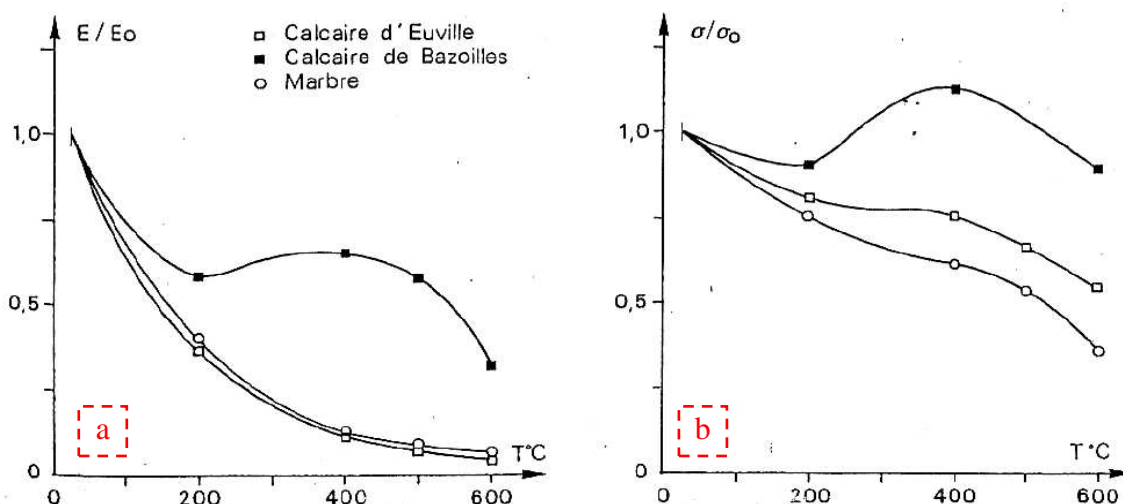


Figure 1.21 : Evolution de performance des roches carbonatées en fonction de la température. a) évolution du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression, [Homa 1986].

Zhang [Zhan 2009] a trouvé une tendance similaire sur un marbre au lieu d'un calcaire entre 200°C et 400°C. Il a noté une fluctuation de résistance à la compression d'un marbre entre la température ambiante et 400°C. Le marbre présente au delà une diminution progressive de la résistance en compression. Le calcaire présente une faible perte de résistance en compression entre 100°C et 700°C puis la résistance diminue très rapidement après 700°C. Une perte de plus de 70% de la résistance en compression est observée à 800°C (figure 1.22a). Quand au module d'élasticité d'un marbre, Zhang note aussi une fluctuation autour de la température ambiante jusqu'à 400°C et une diminution au delà. Le module d'élasticité du calcaire présente peu de variation jusqu'à 600°C puis diminue rapidement au delà avec une perte de plus de 80% à 800°C (figure 1.22b).

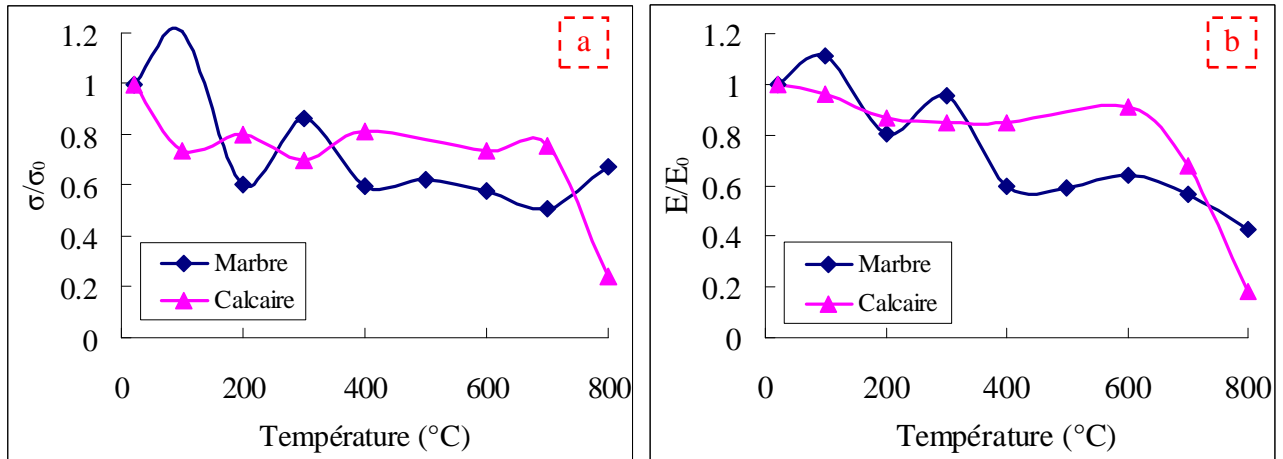


Figure 1.22 : Evolution de performance d'un marbre et d'un calcaire en fonction de la température. a) variation du rapport des résistances en compression; b) évolution du rapport des modules, [Zhan 2009].

La diminution de la performance est principalement causée par la fissuration thermique et concerne aussi bien les essais sous température que les essais menés sur des roches préfissurées thermiquement [Homa 1986] [Zhan 2009]. La figure 1.23 montre les évolutions du comportement en compression uniaxiale du calcaire d'Euville sous température et après traitement thermique. On retrouve les mêmes tendances d'évolution pour ce calcaire après traitement thermique que sous température, à savoir une diminution de la résistance à la rupture, du module d'Young et du seuil de plasticité.

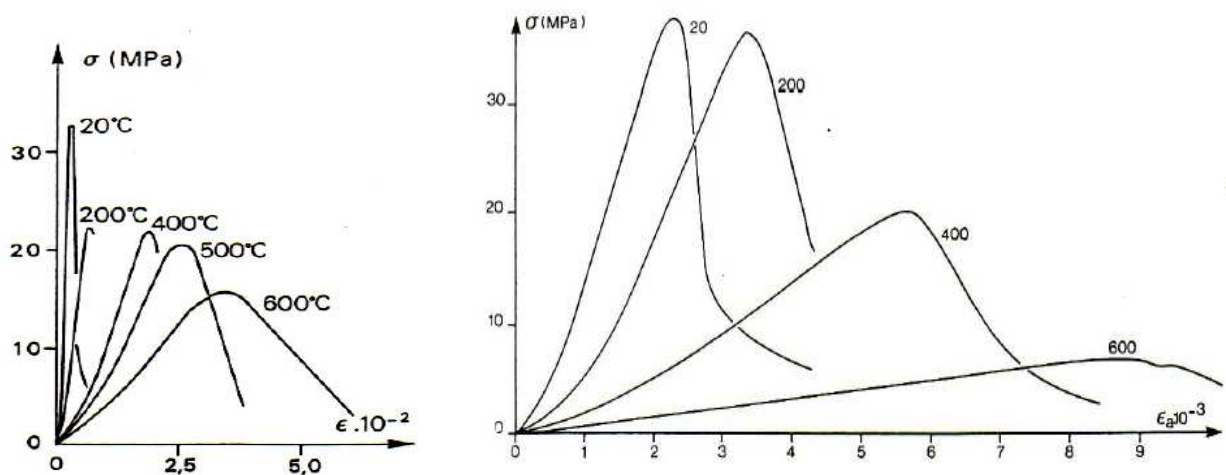


Figure 1.23 : Essais de compression uniaxiale sur le calcaire d'Euville [Homa 1986], a) sous température, à gauche ; b) préfissuré thermiquement, à droite.

Finalement, Homand-Etienne [Homa 1986] concluent que la calcite est un minéral particulièrement sensible à la température. Pour des roches composées presque exclusivement de ce minéral, la

résistance aux sollicitations thermiques est très variable et dépend de leur structure (en particulier de la porosité et de la taille des grains). Dans les roches carbonatées, l'énergie de rupture sous température est toujours supérieure à celle testée après un cycle thermique.

La roche préalablement soumise à un cycle thermique est modifiée par des microfissures, une décohésion des grains et par le départ de certains éléments. Par ailleurs, la température induit dans les roches carbonatées des zones plastiques qui bloquent la propagation des microfissures.

b). Roches entièrement cristallisées : Granite et Quartzite

Homand-Etienne a réalisé des essais mécaniques sous température sur différentes roches granitiques au sens large. La figure 1.24 montre la variation du rapport relatif de module d'Young E/E_0 en fonction de la température par rapport à la température ambiante. Ces courbes sont relatives au granite de Stripa, de Senones, de Remiremont, de La Clarté et au quartzite de Gourin [Homa 1986]. La diminution du module d'élasticité et de la résistance à la compression décroît dans l'ordre suivant : granite de La Clarté, granite de Senones, granite de Remirement, quartzite de Gourin. La chute la plus spectaculaire de module concerne le granite de La Clarté ; à 200°C, celui-ci est inférieur à la moitié du module initial. Ce granite est riche en quartz mais a surtout la plus forte granularité, ce qui semble être le facteur déterminant pour la variation d' E/E_0 dans ce type de matériau. La chute du module est plus rapide que celle de la résistance surtout aux températures moyennes allant jusqu'à 400°C.

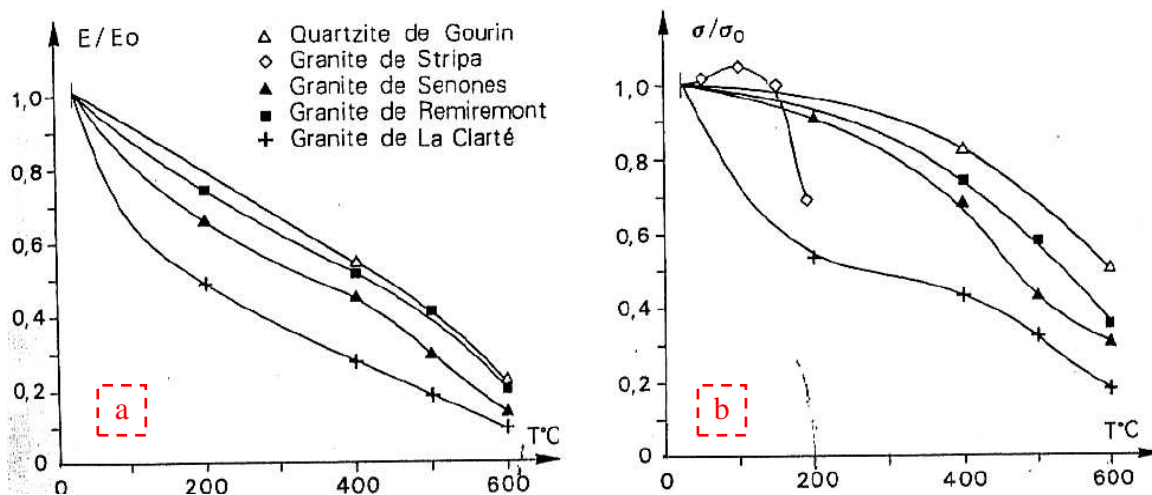


Figure 1.24 : Variation des performances mécaniques sous température des roches de la famille des granites en fonction de la température. a) variation du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression, d'après Homand-Etienne (1986).

L'auteur a conclu que la granularité semblait être le paramètre déterminant pour les roches de la famille des granites. La teneur en quartz (minéral à forte expansion thermique) n'intervient qu'en

second. Le module d'Young est fonction de la nature minéralogique, des fissures présentes et également de la température. La résistance à la compression est surtout liée aux fissures existant dans le matériau, à leur organisation et à la possibilité de propagation de macrofractures ; ceci a également une conséquence sur le mode de rupture. La résistance à la compression diminue faiblement jusqu'à 400°C ; cette chute devient très rapide entre 500 et 600°C ; c'est dans cet intervalle de température qu'il se produit le plus de fissures du fait du changement de phase du quartz [Homa 1986].

La résistance des roches de la famille des granites diminue donc en fonction de l'augmentation de température, que les essais aient lieu sous température ou bien après traitement thermique.

c). Grès

Houpert et Homand-Etienne (1988) montrent que les roches de la famille des grès ont un comportement sous température difficile à globaliser [Bere 1988]. Le module d'élasticité de ce type de roche diminue mais la résistance à la compression varie peu (figure 1.25).

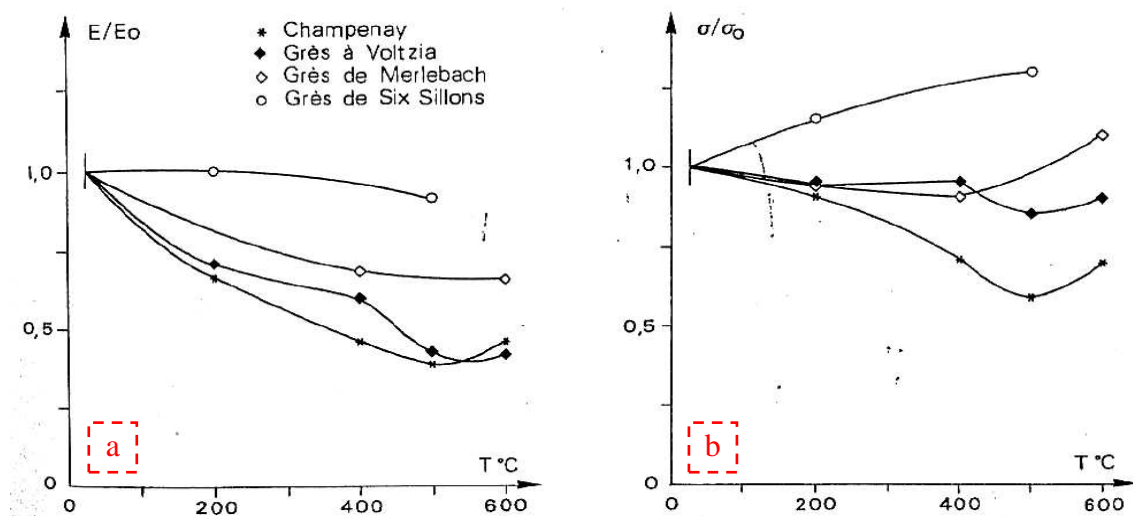


Figure 1.25 : Evolution de la performance des grès en fonction de la température. a) évolution du rapport des modules d'Young ; b) évolution du rapport des résistances à la compression, [Bere 1988].

Les résistances augmentent après le traitement thermique pour les grès, du moins jusqu'à une certaine température. Plus précisément, dans le cas par exemple du grès de Champenay, la résistance à la compression et le module de déformation augmentent jusqu'à une température de 500°C. Ces roches sont poreuses. De ce fait, elles présentent de très faibles dilatations thermiques et il ne se forme pratiquement pas de nouvelles fissures avant une température de 600°C. Une modification d'ordre minéralogique relative à une déshydroxylation des oxydes de fer contenus

dans le ciment explique l'augmentation des caractéristiques mécaniques [Homa 1986]. Finalement, Homand-Etienne note que le comportement sous température est très voisin du comportement testé après un cycle thermique [Homa 1986].

Zhang [Zhan 2009] et Rao [Rao 2007] montrent aussi une difficulté à généraliser le comportement des roches gréseuses sous température (figure 1.26). Pour une même évolution de la courbe du module d'élasticité, les deux grès différents ont une évolution de la résistance en compression différente entre 100°C et 300°C. La minéralogie et la porosité des roches naturelles ont une influence importante sur leurs propriétés mécaniques à haute température [Rao 2007].

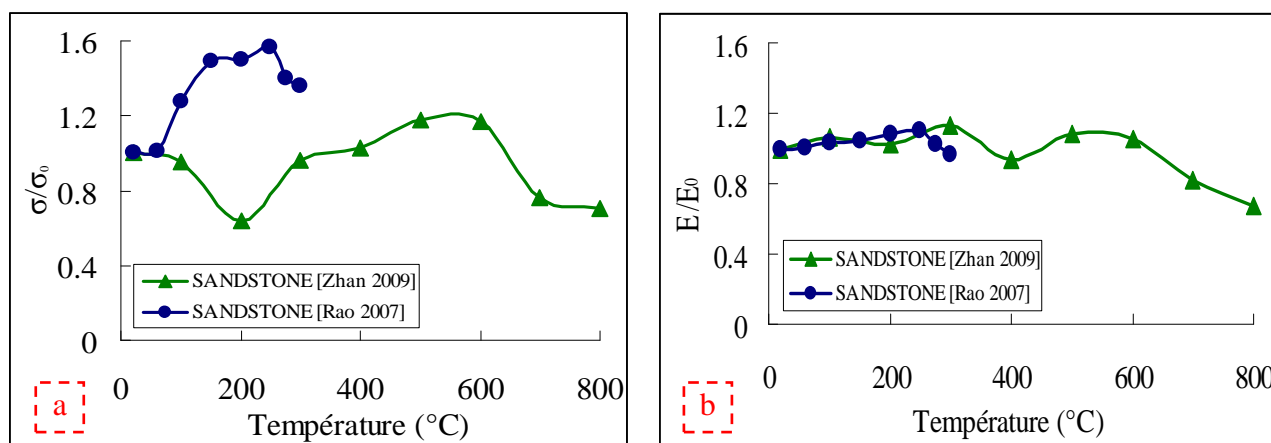


Figure 1.26 : Comparaison des propriétés mécaniques de deux grès différents en fonction de la température. a) évolution du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport des modules d'Young [Zhan 2009] [Rao 2007].

d). Silex

Peu d'études ont été menées sur le comportement mécanique des silex sous température ou après un cycle de chauffage. Des études récentes [Doma 1992] [Hanc 1985] montrent que des roches de même nature chimique siliceuse (silex, quartzite) peuvent avoir des comportements différents lors de la montée en température. [Doma 1992] montre que la ténacité de silex, donc contenant de la silice cryptocristalline, a une réduction de plus de 30% à 500°C. Nous pouvons constater cette évolution sur la figure suivante (figure 1.27) et le tableau suivant (tableau 1.6).

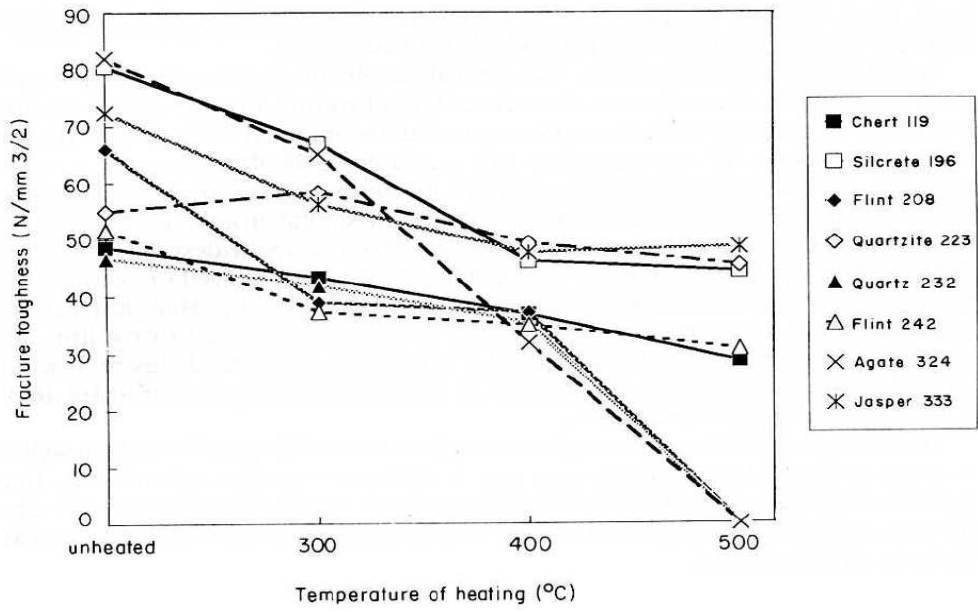


Figure 1.27 : Evolution de la ténacité de roches siliceuses après le traitement thermique [Doma 1992].

Sample number	Rock type	Fracture toughness before heat treatment (N/mm ^{3/2})		Fracture toughness after heat treatment (N/mm ^{3/2})											
		No. of specimens	Median and 95% uncertainty	300°C				400°C				500°C			
				No. of specimens	Median and 95% uncertainty	Change (%)	No. of specimens	Median and 95% uncertainty	Change (%)	No. of specimens	Median and 95% uncertainty	Change (%)			
119	Chert	8	48.54 +1.92 -3.01	12	43.13 +0.20 -3.46	-11.15	6	36.75 +2.94 -0.73	-24.29	6	28.50 +1.27 -1.62	-41.29			
196	Silcrete	11	80.45 +2.79 -2.19	7	66.90 +4.14 -4.15	-16.84	6	45.96 +1.43 -4.71	-42.87	7	44.06 +10.12 -3.94	-45.23			
208	Flint	10	65.85 +7.65 -7.68	8	38.84 +3.64 -2.54	-41.02	3	37.12 +2.45 -4.25	-43.63	5	Broken in oven				
223	Quartzite	15	54.85 +2.74 -5.67	6	58.23 +4.48 -32.27	+6.16	6	49.09 +6.87 -12.16	-10.50	6	45.16 +6.22 -6.22	-17.67			
232	Quartz	7	46.67 +10.85 -10.11	3	41.84 +1.89 -6.18	-10.35	4	35.29 +6.55 -15.33	-24.38	5	Invalid				
242	Flint	12	51.52 +1.90 -3.02	6	37.31 +3.36 -2.61	-27.58	5	34.88 +2.24 -5.22	-32.30	3	30.63 +2.74 -1.16	-40.55			
324	Agate	3	81.96 +14.78 -11.43	5	64.92 +2.03 -21.29	-20.79	8	31.72 +2.69 -2.00	-61.30	5	Heat cracks				
333	Jasper	9	72.41 +10.01 -6.88	5	56.04 +29.96 -7.53	-27.61	7	47.41 +11.50 -19.30	-34.53	3	48.33 +0.67 -17.67	-33.26			

Tableau 1.6 : Evolution de la ténacité des roches siliceuses avec le traitement thermique [Doma 1992].

A 500°C et 600°C, les silex deviennent très fragiles avec une diminution très forte de leur ténacité et ils se désintègrent en fragments anguleux si une force leur est appliquée. Par contre, la ténacité d'une roche contenant la silice macrocristalline comme le quartzite diminue moins que celle de la silice cryptocristalline comme le silex.

4. Influence des granulats sur le comportement physique et mécanique du béton sous l'effet de la température

4.1. Déformation thermique et incompatibilité pâte/granat

Le modèle de l'inclusion sphérique est celui qui est le plus couramment employé pour interpréter l'endommagement de l'interface pâte/granat. Selon [Fu 2004(a)], lorsque le coefficient de dilatation thermique de l'inclusion du matériau composite est plus grand que celui de la matrice, l'inclusion est dans un état de compression hydrostatique et la matrice subit une combinaison de traction/compression. Des fissures radiales vont se propager à partir de l'interface dans la matrice. Lorsque à l'inverse le coefficient de dilatation de l'inclusion est inférieur à celui de la matrice, l'inclusion est soumise à une traction biaxiale et la matrice reste dans un état de traction/compression. Les fissures se propagent à l'interface matrice/inclusion (fissures tangentielles). Selon la résistance de l'inclusion, les fissures pénètrent ou non dans l'inclusion avec la montée en température.

En ce qui concerne le béton, les coefficients d'expansion thermique des granulats et de la pâte de ciment dépendent de la température. Jusqu'à des températures inférieures à 500°C environ, la déformation thermique de la pâte de ciment est en général supérieure à celle des granulats [Nevi 1993]. Selon la teneur en quartz des granulats, le coefficient de dilatation thermique de certains granulats peut augmenter sensiblement au delà de cette plage de température (tableau 1.4). Ceci est dû à la transformation allotropique du quartz α en quartz β qui intervient vers 573°C. Par ailleurs, au delà de 120°C, la pâte de ciment ne se dilate plus mais se contracte en raison de la déshydratation des hydrates. Les travaux de [Cast 2004] montrent l'évolution de la dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats avec la température, mettant en évidence l'incompatibilité des déformations thermiques pâte/granat (figure 1.28a). La comparaison des déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats, menée par [Pias 1989], montre que le coefficient de dilatation thermique du béton dépend très majoritairement de celui des granulats (figure 1.28b et 1.29). Les bétons d'argile expansée présentent la plus faible dilatation thermique, tandis que les plus

fortes dilatations thermiques sont observées pour des bétons de granulats siliceux. Il existe toutefois des différences entre ces granulats liés, comme expliqué dans le paragraphe 3.3, à la porosité initiale des granulats, à leur teneur en silice et à la fissuration d'origine thermique.

Par conséquent, selon l'évolution relative du coefficient de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats, des fissures radiales, tangentielles ou intragranulaires se développeront au niveau de l'interface pâte/granulats. Au delà de 530°C environ, les fissures qui se développent sont essentiellement radiales d'après [Fu 2004b]. Les résultats de modélisations menées par [Fu 2004b] ont par ailleurs montré que les concentrations de contraintes dues aux différences de dilatation thermique sont plus élevées aux endroits où la distance entre granulats est la plus faible. Les fissures radiales se propageront préférentiellement selon la direction correspondant à la plus courte distance entre granulats. Les fissures tangentielles (coefficient de dilatation du granulat inférieur à celui de la pâte) sont peu impactées par la distance entre granulats. On ne peut cependant pas conclure qu'un béton avec un volume de granulat moins important se comportera mieux à haute température. En effet, la présence de granulats généralement plus résistants que la pâte de ciment permet de limiter la propagation des fissures.

D'autres paramètres influent sur l'évolution de l'interface pâte/granulat avec la température. Un faible rapport E/C et la présence de fumée de silice peuvent retarder la détérioration de la zone d'interface [Meno 2004].

A l'inverse, si de petites traces d'un matériau instable tel que les oxydes de fer, sont présentes dans la pâte ou si la surface des granulats est particulièrement lisse, la liaison se détériore plus rapidement [Rile 1991].

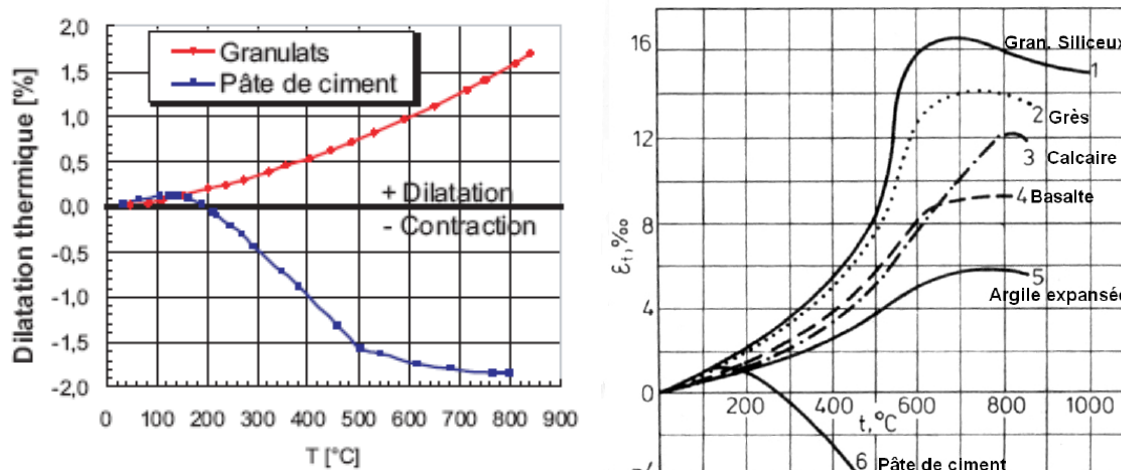


Figure 1.28 : a) Evolution de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats avec la température, à gauche [Cast 2004] ; b) Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats, à droite [Pias 1989].

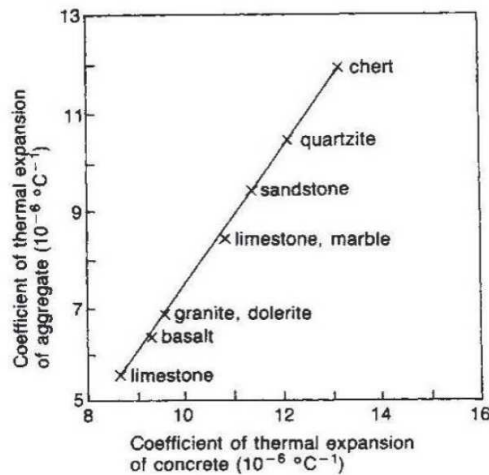


Figure 1.29 : Relation entre le coefficient de dilatation thermique du béton et celui du granulat à température ambiante (d'après [Mind 2009]).

4.2. Evolution des propriétés thermiques du béton en fonction de la température

Lorsque le béton est exposé à des hautes températures, des transferts thermiques et hydriques ont lieu en son sein induisant sa dégradation. Ces phénomènes de transferts thermiques et hydriques sont liés aux propriétés thermiques du béton. Le béton étant un matériau hétérogène, ses propriétés thermiques dépendent de celles des différentes phases, en particulier la pâte de ciment durcie et les granulats. Les transferts thermiques au sein des bétons peuvent être exprimés par la loi de Fourier décrite ci-après avec la prise en compte des propriétés thermiques des bétons.

$$(\rho \cdot C_p) \frac{\partial T}{\partial t} + \text{div}(q) = 0 \text{ avec } q = -\lambda \text{ grad}(T)$$

Avec ρ la masse volumique du béton en ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), C_p sa chaleur spécifique en ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T la température en (K), q le flux de chaleur en ($\text{J} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) et λ la conductivité thermique du béton en ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). En considérant λ constant dans tout le matériau, la loi de Fourier peut s'écrire :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \Delta T \text{ ou } \dot{T} = a \cdot \Delta T$$

Avec la diffusivité thermique du béton en ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) décrite ci-après :

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot C_p}$$

D'après la loi de Fourier, plus λ est grand, plus le flux de chaleur est grand. La chaleur spécifique C_p est définie par la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter de 1°C la température d'1 kg de matériau. On peut ainsi considérer qu'un matériau sera plus résistant au feu s'il a un faible λ et un C_p

élevé. Cependant une moindre propagation de la chaleur entraîne un gradient thermique au sein du matériau susceptible de générer des contraintes à l'origine de sa rupture.

4.2.1. Conductivité thermique du béton

La conductivité thermique est l'aptitude d'un matériau à conduire la chaleur. D'une manière générale, la conductivité thermique du béton diminue lorsque la température augmente. Le DTU et l'EUROCODE proposent des relations entre la conductivité thermique et l'augmentation de température à chaud (figure 1.30).

Le DTU de comportement du béton au feu propose l'évolution de conductivité thermique suivante :

$$\lambda_b = 1.628 - 0.14 (\Theta/100) \text{ W/mK} \quad \text{avec } 0^\circ\text{C} < \Theta < 500^\circ\text{C}$$

$$\lambda_b = 0.928 - 0.07 (\Theta/100) \text{ W/mK} \quad \text{avec } 500^\circ\text{C} < \Theta < 1000^\circ\text{C} ;$$

L'Eurocode 2 propose l'évolution de conductivité thermique suivante pour le béton :

$$\lambda_c = 2 - 0.2451 (\Theta/100) + 0.0107 (\Theta/100)^2 \text{ W/mK} \quad \text{avec } \Theta \leq 140^\circ\text{C}$$

$$\lambda_c = -0.02604 \Theta + 5.324 \text{ W/mK} \quad \text{avec } 140 < \Theta \leq 160^\circ\text{C}$$

$$\lambda_c = 1.36 - 0.136 (\Theta/100) + 0.0057 (\Theta/100)^2 \text{ W/mK} \quad \text{avec } \Theta > 160^\circ\text{C} ;$$

L'Eurocode 4 propose l'évolution de conductivité thermique du béton suivante :

$$\lambda_c = 2 - 0.24 (\Theta/120) + 0.012 (\Theta/120)^2 \text{ W/mK} \quad \text{avec } 20^\circ\text{C} \leq \Theta \leq 1200^\circ\text{C}$$

Où Θ est la température du béton.

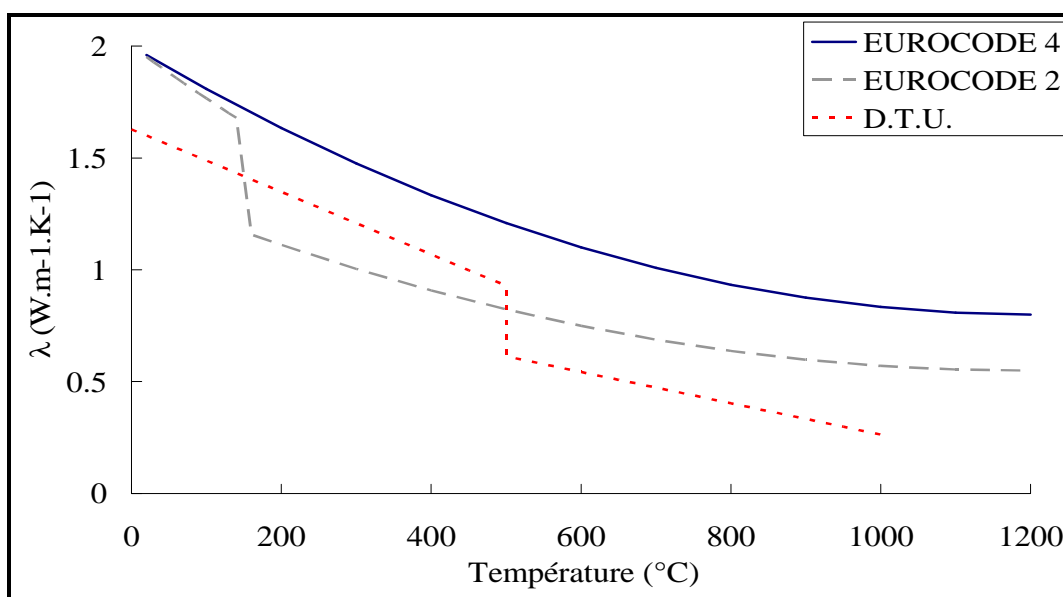


Figure 1.30 : Evolution de la conductivité thermique du béton en fonction de la température.

Les variations de conductivité avec la température sont importantes puisqu'elles peuvent présenter, pour une température de 400°C, une réduction de 34%, 54% et 32% respectivement pour le DTU, l'Eurocode 2 et l'Eurocode 4. Ceci peut être attribué à la création de vides (augmentation de la taille des pores et fissuration à plusieurs échelles) qui constituent de bons isolants thermiques et au départ progressif de l'eau (sous toutes ses formes) qui est un bon conducteur thermique. Ce comportement met en évidence la détérioration de la microstructure, c'est-à-dire que les microfissures limitent les transferts de chaleur [Mind 2009].

La conductivité thermique du béton dépend de la conductivité thermique de chacun de ses constituants selon des lois de mélange plus complexes que celle retenue pour la chaleur spécifique [Flynn 1999]. En particulier, ces lois de mélange prennent en compte la distribution spatiale des constituants en plus des proportions volumiques de chacun. Cependant, il est généralement admis que la conductivité thermique du béton dépend essentiellement de celle des granulats [Baza 1996].

Flynn (1999) montre que les roches couramment utilisées pour la confection des bétons ayant la plus grande conductivité thermique sont les roches contenant du quartz : quartzite (QS) et granite (GR-1) (figure 1.31). La roche calcaire (LI) a une conductivité thermique assez élevée à température ambiante mais elle décroît fortement avec l'élévation de température [Flynn 1999]. Mercier souligne de plus que la conductivité thermique augmente avec le degré de cristallinité des matériaux [Merc 1999].

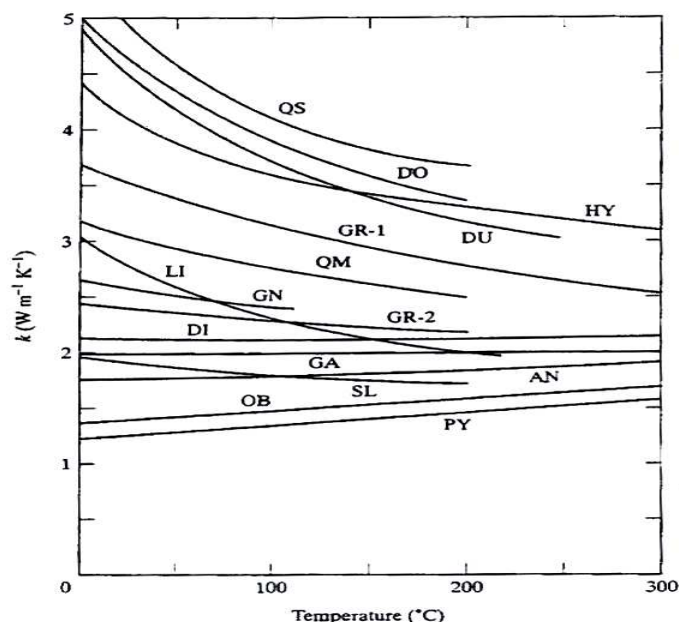
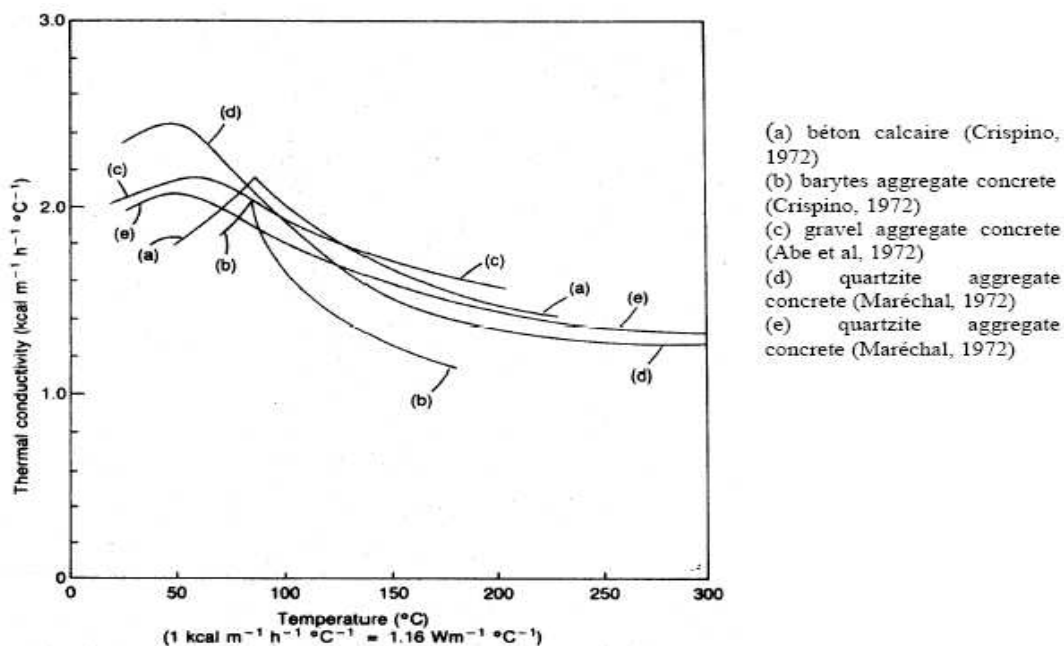


Figure 1.31 : Evolution de la conductivité thermique de quelques roches (QS-quartzite, GR-1-granite, LI-calcaire) avec la température [Flynn 1999].

La figure 1.32 présente l'évolution de la conductivité thermique de bétons confectionnés avec différentes natures de granulats, suivant des travaux repris dans [Baza 1996] et [Noum 1995]. Il apparaît que la conductivité thermique des bétons dépend de celle des granulats utilisés : en particulier les bétons confectionnés avec des granulats contenant du quartz (quartzite ou granulats siliceux) ont une conductivité thermique plus importante que les bétons confectionnés avec des granulats calcaires. Bazant [Baza 1996] a constaté que la conductivité thermique augmente avec la température puis diminue (figure 1.32a). Notamment, la conductivité thermique du béton de granulat calcaire augmente de 15% entre 50 et 90°C. Cette augmentation est due essentiellement au fait que la conductivité thermique de l'eau varie de 0,6 W/m·°C à 25°C jusqu'à 0,68 W/m·°C à 130°C. La conductivité thermique du matériau commence à diminuer quand il commence à perdre de l'eau par évaporation et lorsque le nombre de liaisons conductives diminue du fait de la décomposition des hydrates. La diminution est importante pour les bétons de granulats siliceux. Pour les bétons de granulats calcaires, la diminution ralentit après 200°C. Pour les bétons de granulats légers, la conductivité thermique ne diminue que faiblement. Les résultats présentés par [Noum 1995] ne vont pas au delà de 600°C. On peut penser qu'au delà de 600°C, la décomposition des granulats calcaires par décarbonatation accélère la perte de conductivité thermique des bétons de granulats calcaires. D'après [Lamo 2006], l'importance de la perte de conductivité est liée au coefficient d'expansion des minéraux composant la roche. Plus celui-ci est élevé, plus les contraintes générées dans le granulat seront importantes et entraîneront une microfissuration. Jusqu'à 600°C, les granulats contenant du quartz présentent les plus fortes baisses de conductivité thermique.



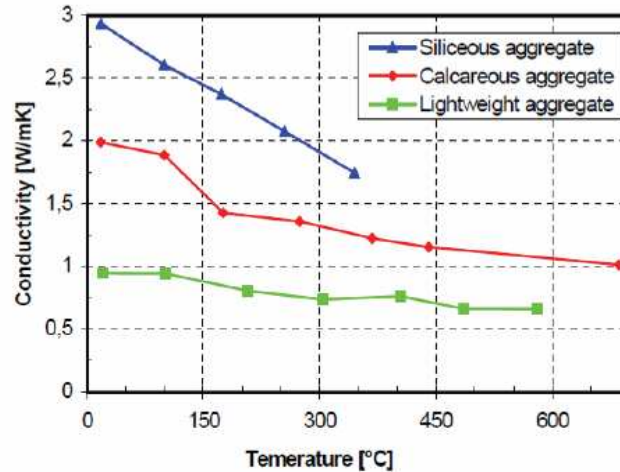


Figure 1.32 : Evolution de la conductivité thermique de différents bétons avec la température en fonction de la nature des granulats. a) résultats repris dans [Baza 1996] en haut ; b) résultats repris dans [Noum 1995] en bas.

4.2.2. Chaleur spécifique du béton

La chaleur spécifique d'un matériau est la quantité d'énergie nécessaire pour élever d'un degré une masse unitaire de matière. Autrement dit, c'est l'énergie qu'absorbe ou restitue le matériau pour :

- soit élever sa température, soit la baisser,
- soit changer de phase dans une réaction endothermique (consommation d'énergie),
- soit changer de phase dans une réaction exothermique (restitution d'énergie).

Comme la conductivité thermique, la chaleur spécifique des bétons dépend de la chaleur spécifique de chacun de ses constituants. Elle dépend essentiellement de la chaleur spécifique des granulats puisque ceux-ci en constituent la plus grande proportion volumique [Mind 2009].

La chaleur spécifique de la pâte de ciment durcie varie de 0.7 à 1.7 kJ.kg⁻¹.K⁻¹ à température ambiante [Baza 1996]. Durant l'échauffement, sa chaleur spécifique va être fortement modifiée par les différentes transformations physico-chimiques et plus particulièrement par le séchage du matériau (départ de l'eau libre), la déshydratation des CSH et la décomposition de la Portlandite. A partir des enthalpies de ses différents constituants, Harmathy [Harm 1970] a proposé une évolution théorique de la chaleur spécifique d'une pâte de ciment qu'il a par la suite comparée à des mesures expérimentales (figure 1.33).

Par ailleurs, la chaleur spécifique des granulats varie généralement de 0.5 à 0.9 kJ.kg⁻¹.K⁻¹ à température ambiante [Baza 1996]. L'évolution de la chaleur spécifique avec la température peut

être modifiée par les différentes transformations du granulat, en particulier le passage de la phase α à β du quartz vers 573 °C (figure 1.34).

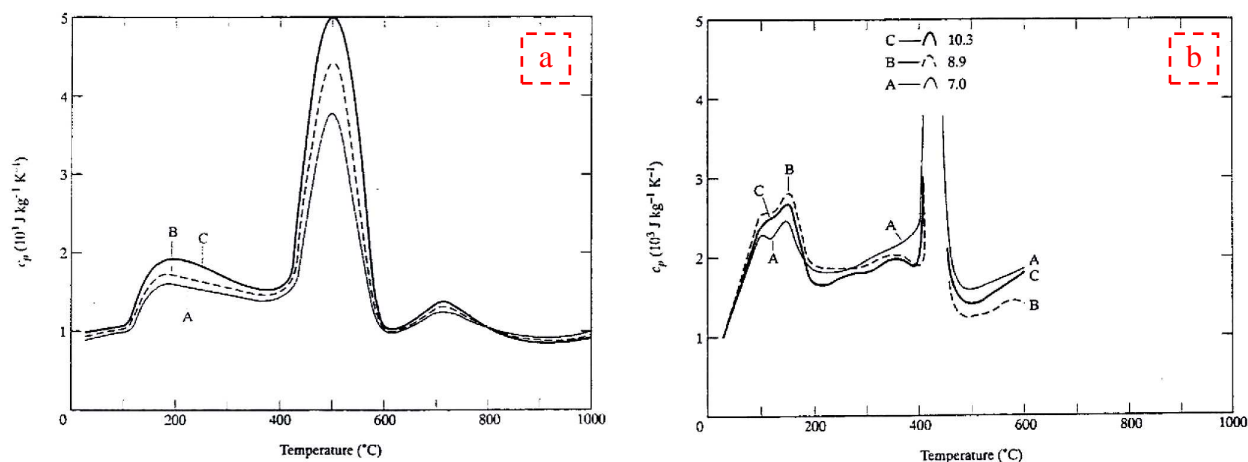


Figure 1.33 : Evolution de la chaleur spécifique de trois pâtes de ciment (E/C = A-0.25, B-0.33 et C-0.50) avec la température, a) valeurs théoriques ; b) valeurs mesurées, [Harm 1970].

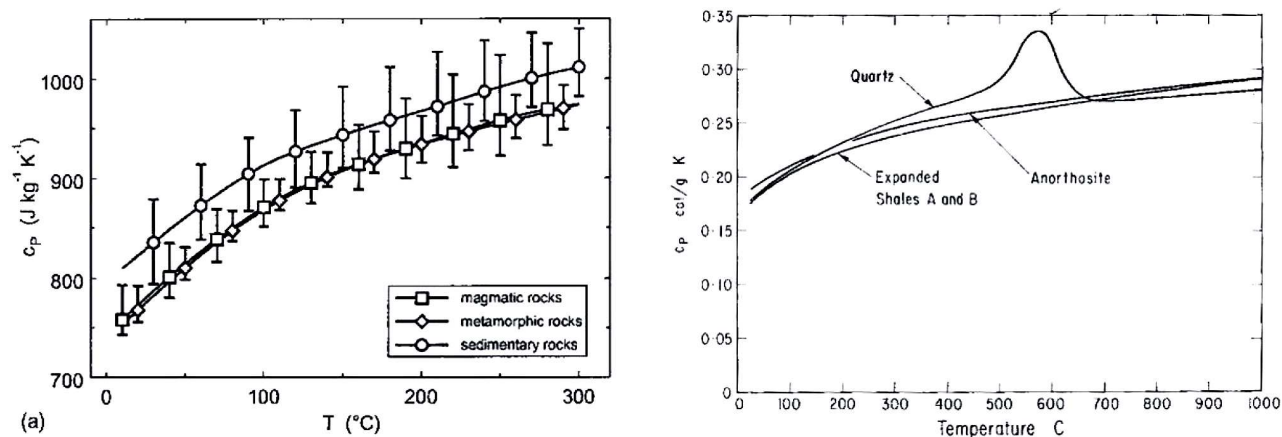


Figure 1.34 : Evolution de la chaleur spécifique de quelques roches avec la température selon Vosteen and schellschmidt 2003 [Vost 2003] à gauche et Harmathy 1970 à droite [Harm 1970].

D'un point de vue réglementaire, l'Eurocode 4 propose une évolution polynomiale du second degré en fonction de la température pour un béton sec, avec un pic de chaleur spécifique entre 100 et 200°C caractérisant le changement de phase de l'eau contenue dans le béton [Noum 1995].

$$\text{EUROCODE 4 : } C = 900 + 80 (\Theta/120) - 4 (\Theta/120)^2 \text{ (J/kgK) pour } 20^\circ\text{C} \leq \Theta \leq 1200^\circ\text{C.}$$

Le DTU considère une valeur constante de la chaleur spécifique telle que $C=921 \text{ J/kg}^\circ\text{C}$.

La figure 1.35 montre l'évolution de la chaleur spécifique proposée par l'EUROCODE 4 et le DTU.

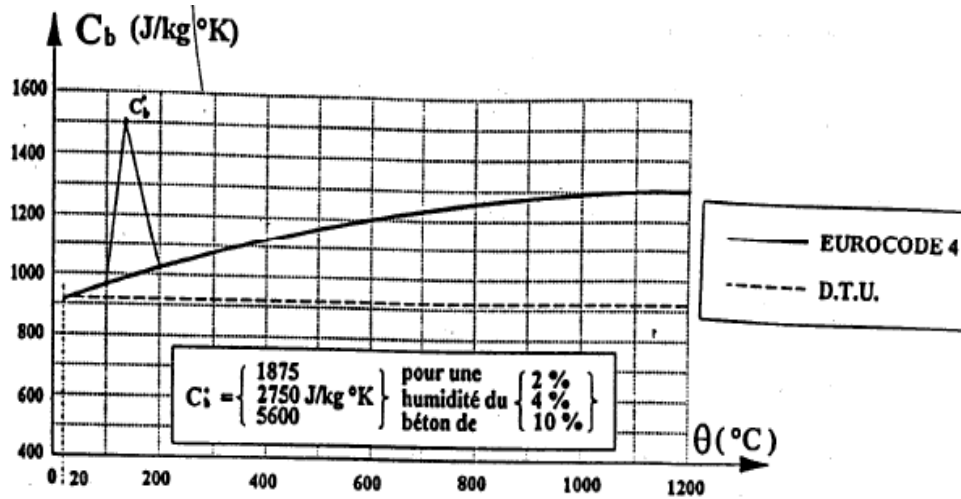


Figure 1.35 : Evolution de la chaleur spécifique en fonction de la température selon les normes [Noum 1995].

L'Eurocode 2 [Euro 2004] a prévu de retenir l'effet du séchage du béton et propose donc un pic de chaleur spécifique entre 100°C et 200°C dépendant de la teneur en eau du béton (figure 1.36). Cela peut s'avérer critiquable à l'examen des courbes d'évolution de la chaleur spécifique de la pâte de ciment et du pic significatif relevé vers 500°C, résultant de la décomposition de la Portlandite.

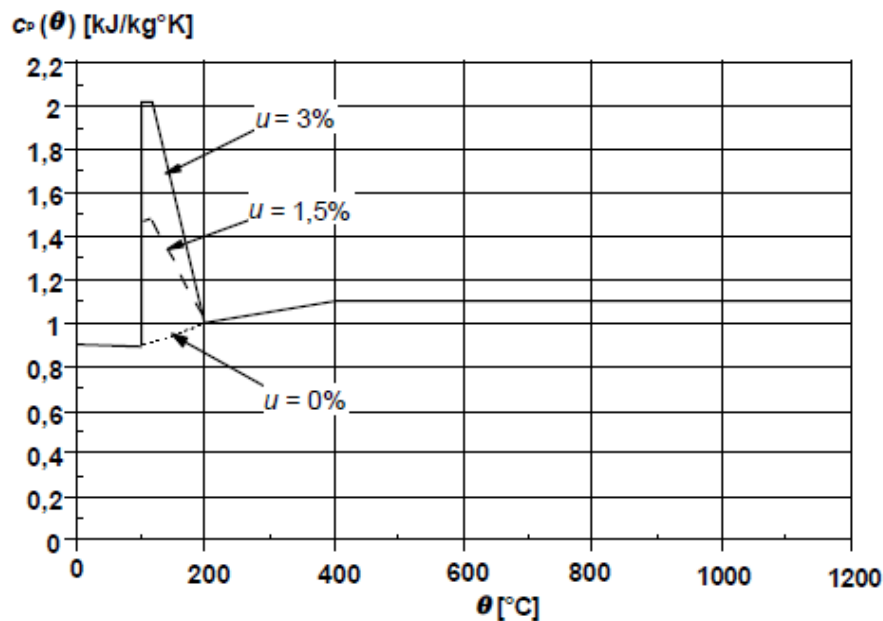


Figure 1.36 : Evolution de la chaleur spécifique des bétons avec la température selon l'Eurocode 2 [Euro 2004]. Le pic à 100 °C dépend de la teneur en eau du béton : 0, 1.5 et 3% (teneur exprimée en masse).

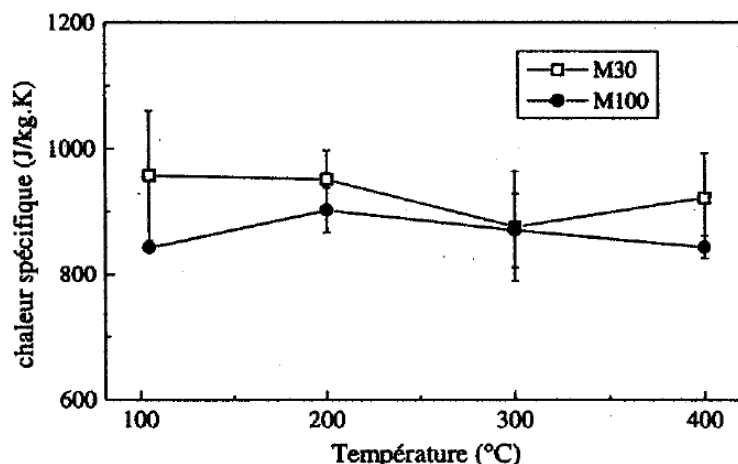


Figure 1.37 : Evolution de la chaleur spécifique résiduelle après traitement thermique [Kali 1998].

La Figure 1.37 montre les résultats obtenus par Kalifa [Kali 1998] sur la mesure de la chaleur spécifique en fonction de la température pour un béton ordinaire et pour un BHP à l'aide d'un CT-mètre. Kalifa [Kali 1998] explique que la perte en eau du matériau contribue à la décroissance légère de la chaleur spécifique.

La figure 1.38 montre les variations de la chaleur spécifique en fonction de la température pour différents types de bétons secs mesurés par différents auteurs. Ces mesures ont montré que la chaleur spécifique des bétons augmente avec la température. Les résultats donnés par Ödeen (1968) sont inférieurs à ceux donnés par les autres auteurs. Collet (1977) trouve que la chaleur spécifique n'augmente plus après 600°C. L'augmentation de la chaleur spécifique est liée aux transformations physico-chimiques qui ont lieu dans le béton aux hautes températures et qui sont en général endothermiques [Baza 1996].

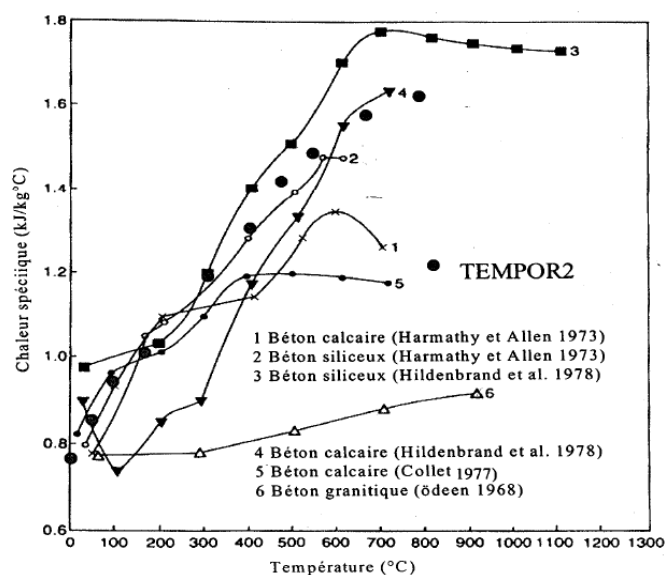


Figure 1.38 : Variation de la chaleur spécifique de différents bétons en fonction de la nature du granulat [Baza 1996].

4.3. Influence de la nature des granulats sur l'évolution des propriétés physiques du béton soumis à une température élevée

4.3.1. Evolution de la porosité

Le béton est un matériau poreux bi-phasique, composé d'une phase solide et d'une phase poreuse. La porosité totale peut être mesurée par saturation d'eau et la porosité capillaire se mesure généralement par porosimétrie au mercure. Les travaux menés sur l'évolution de ce paramètre ([Kali 1998] [Noum 1995]) montrent que la porosité augmente en fonction de la température. Cette augmentation est due en partie à l'augmentation du volume total et de la dimension des pores ainsi qu'à la microfissuration engendrée par la dilatation différentielle entre la pâte et les granulats.

Le projet national BHP 2000 [Irex 2005] constate que la porosité à l'eau évolue très peu avec la température. Elle augmente de 2.3% pour le M30C (un béton ordinaire de granulat calcaire) et 0.9% pour le M100C (un béton haute performance de granulat calcaire) entre 105°C et 400°C. Cette faible variation est attribuée à la perte de l'eau localisée entre les feuillets des hydrates. Le retrait de séchage de ces feuillets réduit le volume de l'espace libéré par la perte d'eau. Jusqu'à 200 à 300°C, la porosité se stabilise ou décroît légèrement. Ce phénomène est attribué par certains auteurs à la recristallisation de la chaux amorphe [Pias 1984] [Tsim 1997]. L'augmentation de la porosité à l'eau est plus marquée à partir de 250°C à cause de la microfissuration [Ye 2007].

Par contre, la porosité déterminée par la technique d'intrusion au mercure croît progressivement lorsque la température du traitement thermique augmente entre 105°C et 400°C (figure 1.39). Par ailleurs, les porosités déterminées par la technique d'intrusion au mercure sont systématiquement supérieures à celles obtenues par la technique à l'eau. De plus, l'écart est plus marqué pour les BHP que pour les bétons ordinaires [Baro 2000]. Cependant, qu'elle que soit la température du prétraitement, les porosités totales résiduelles mesurées par intrusion de mercure se classent de la manière suivante : M30>M75SC>M75C>M100C (M30 : béton calcaire avec $f_c=37$ MPa ; M75SC : béton silico-calcaire avec $f_c=92$ MPa ; M75C : béton calcaire avec $f_c=107$ MPa ; M100C : béton calcaire avec $f_c=123$ MPa).

Le béton confectionné avec des granulats silico-calcaire devient plus poreux comparativement au béton confectionné avec des granulats calcaires pour un même rapport E/C et une même proportion de granulat dans le béton [Mind 2009] (figure 1.40) au dessous de 400°C. Nous avons résumé sur la figure 1.40 plusieurs travaux issus de la littérature portant sur des mesures de porosité après différents traitements thermiques. Nous remarquons l'influence du rapport E/C sur l'évolution de la

porosité pour une même nature de granulat [Pliy 2010]. Pour un même classement de granulat (siliceux ou calcaire), nous avons des évolutions de porosité très différentes [Poon 2003] [Lau 2006]. Nous notons aussi l'importance de l'état hydrique initial du béton sur la porosité mesurée [Lau 2006].

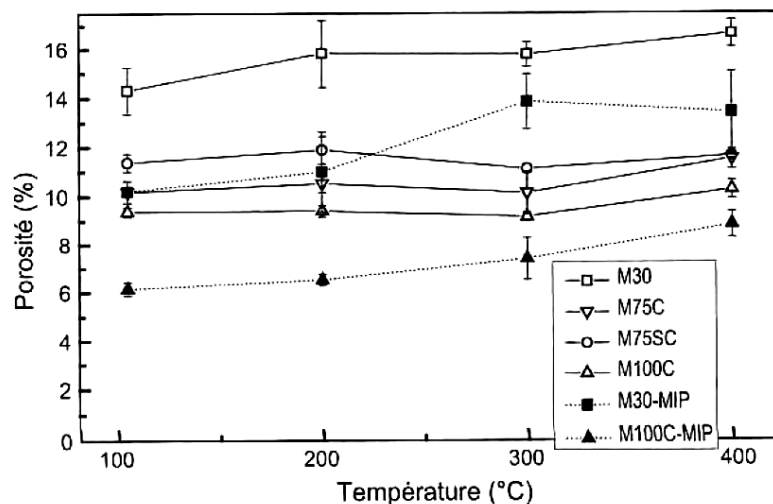


Figure 1.39 : Evolution de la porosité à l'eau et au mercure (MIP) [Irex 2005] (C : béton de granulat calcaire, SC : béton de granulat silico-calcaire).

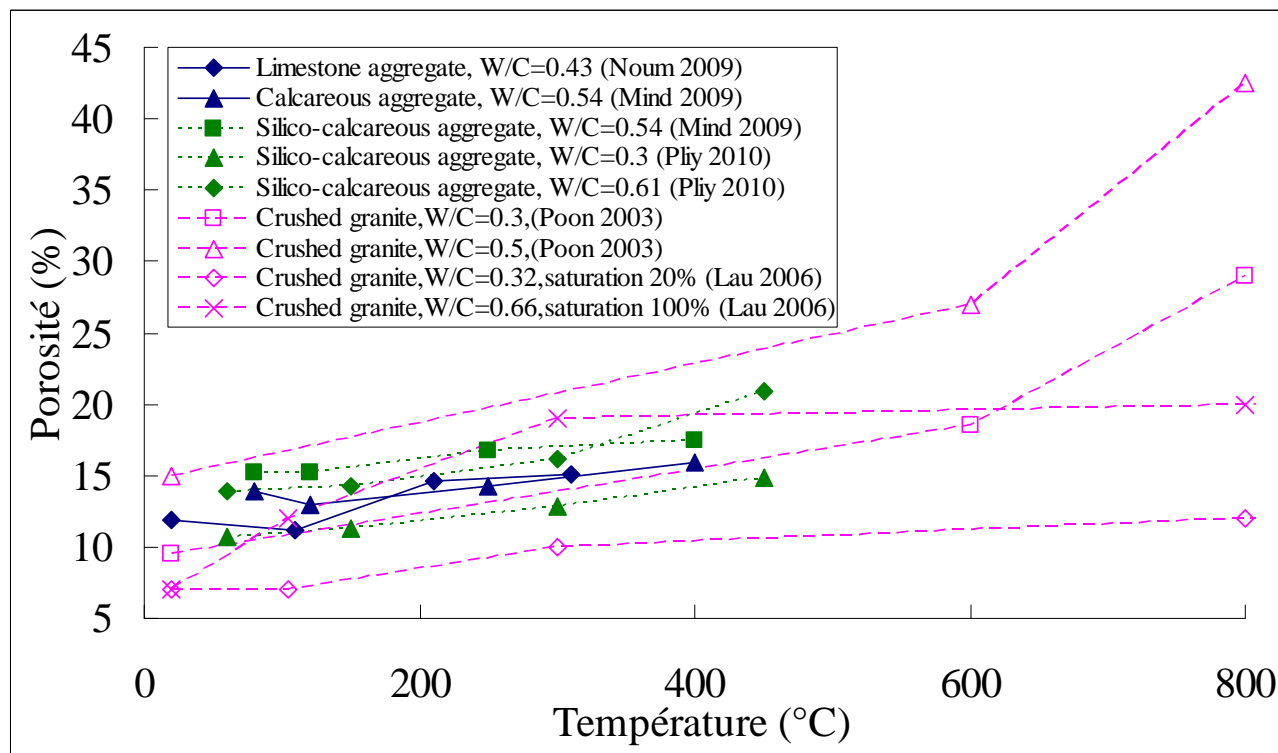


Figure 1.40 : Evolution de la porosité à l'eau du béton après traitement thermique.

4.3.2. Evolution de la perte de masse

Durant le chauffage, le béton perd du poids à cause du départ de l'eau libre contenue dans les capillaires et de l'eau liée contenue dans les hydrates. Khoury [Khou 1988] a montré l'évolution de la perte de masse du béton durant l'échauffement (figure 1.41).

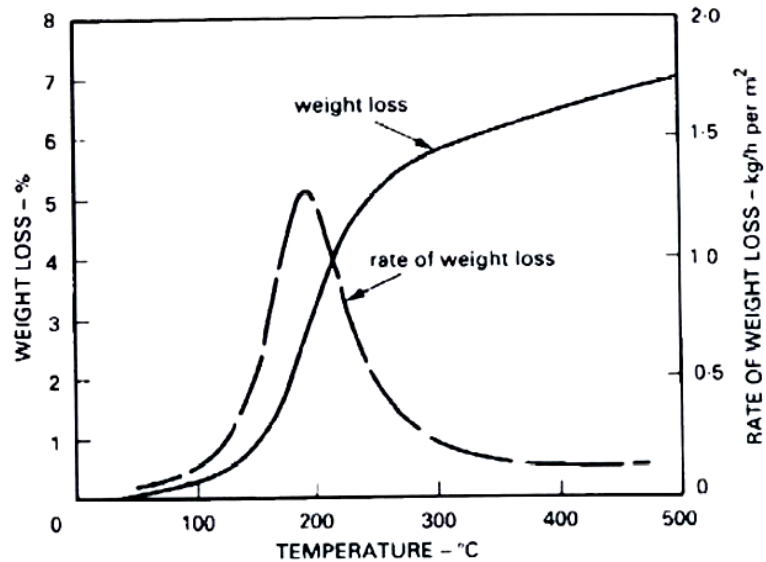


Figure 1. 41 : Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction de la température du béton.

Sur les courbes de perte de masse des bétons (figure 1.42), il se dégage trois domaines en relation avec la nature de l'eau qui quitte le béton.

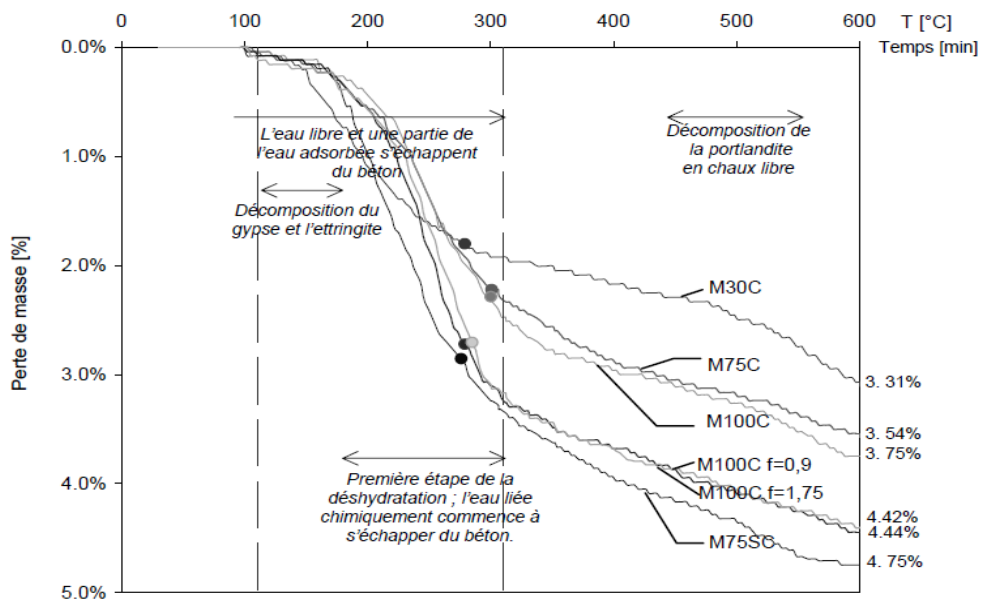


Figure 1.42 : Perte de masse des bétons chauffés à la vitesse de 1°C/min [Hage 2004].

Hager [Hage 2004] note que la perte de masse enregistrée pendant un cycle d'échauffement, pour tous les bétons, commence à des températures supérieures à 100°C. Jusqu'à 150°C, la perte de masse des BHP est lente. Elle augmente entre 150°C et 200°C. Ce n'est qu'à partir de 200°C que la cinétique de perte de masse augmente brusquement.

L'eau qui s'évapore dans le matériau migre à la fois vers l'intérieur et l'extérieur de l'éprouvette. La vapeur d'eau qui migre en direction de la région froide se condense et progressivement remplit les pores d'eau liquide. Ce bouchon formé par l'eau liquide empêche le passage de l'air et de la vapeur d'eau et progressivement entraîne une augmentation des pressions dans les pores. La formation du bouchon se déroule de manière plus rapide dans les bétons à hautes performances à cause de leur faible porosité et perméabilité [Harm 1964].

La figure 1.43 présente une synthèse des pertes de masse de bétons sous l'effet de la température. Les formulations des bétons et le contexte expérimental sont différents d'une étude à l'autre. Il est ainsi difficile de distinguer clairement l'influence de la nature des granulats. Pour une même classe de granulat (siliceux, silico-calcaire ou calcaire) on observe des valeurs très différentes. Ceci est lié à la diversité minéralogique des granulats au sein d'une même catégorie et à l'influence prépondérante du rapport E/C. Pour un même granulat, la perte de masse du béton est significativement plus élevée lorsque le rapport E/C varie de 0.3 à 0.6 [Pliy 2010]. Pour une formulation identique de béton et en changeant uniquement la nature des granulats (silico-calcaire et calcaire), les travaux de Mindéguia montrent des différences de perte de masse entre les deux bétons à partir de 300°C [Mind 2009]. Entre 600°C et 800°C, il est observé une plus importante perte de masse des bétons de granulats calcaires en lien avec le départ du CO₂ [Kodu 2003] [Xiao 2006] [Ario 2007]. Pour la famille des bétons confectionnés avec des granulats siliceux, on observe une forte dispersion des résultats obtenus par les différents auteurs [Kodu 2003] [Xiao 2006] [Ario 2007].

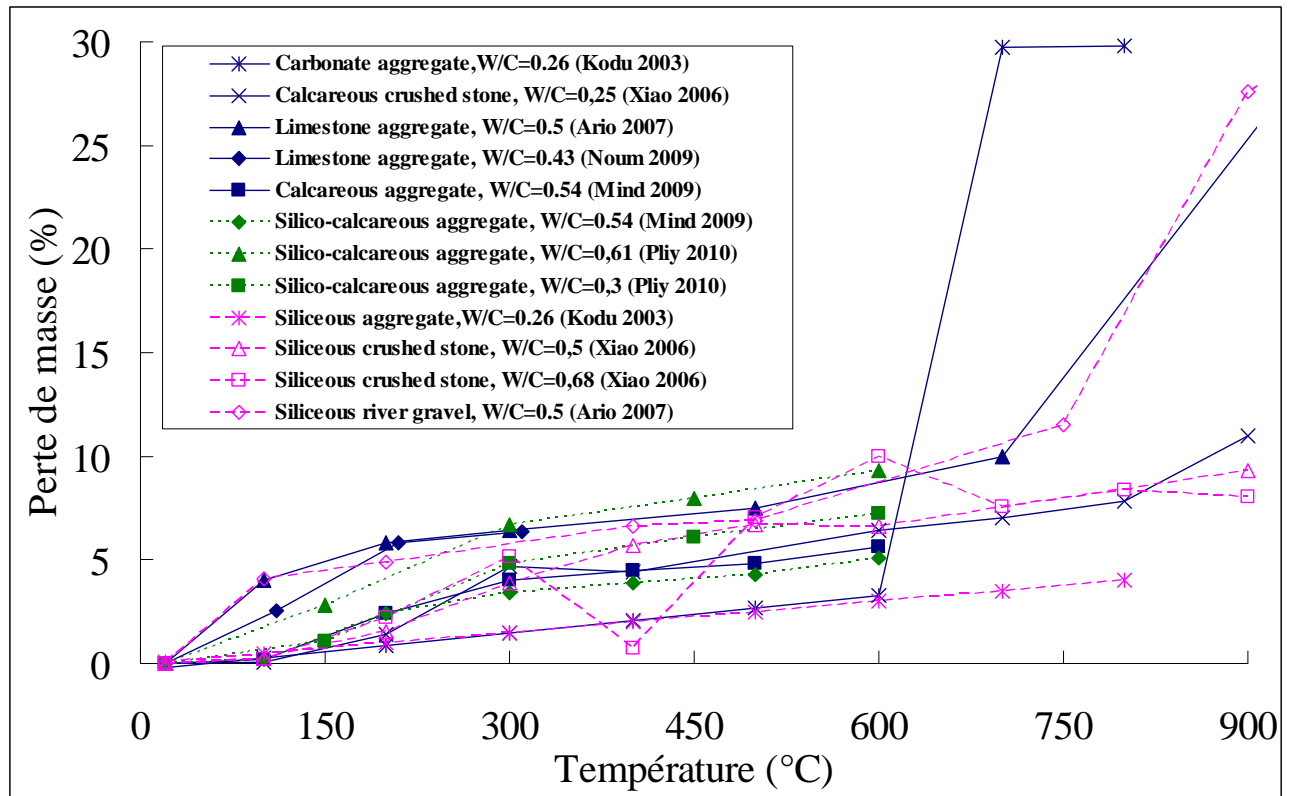


Figure 1.43 : Evolution de la perte de masse du béton sous l'effet de la température pour différents types de granulats.

4.4. Influence de la nature des granulats sur le comportement mécanique du béton soumis à une température élevée

A température ambiante, le béton est considéré comme un matériau fragile. Son comportement est dissymétrique en traction et compression dans le sens où sa résistance en traction est généralement négligeable devant sa résistance en compression. L'essai de compression uniaxiale permet d'observer un caractère adoucissant du matériau une fois passé le pic avec un comportement anisotrope (forte expansion dans la direction perpendiculaire à la charge). Soumis à une haute température, le béton subit un endommagement irréversible. Sous l'effet des différentes transformations physico-chimiques qui prennent place au sein du matériau lors de l'élévation de la température, les performances mécaniques du béton diminuent. Selon leur nature, les granulats présentent des modifications chimiques, physiques et minéralogiques différentes sous l'effet de la température. L'altération de la résistance de l'interface pâte/granulat est aussi liée au comportement thermique du granulat. Il est légitime de considérer que les performances mécaniques des bétons soumis à une température élevée soient influencées par la nature des granulats. Ce chapitre s'intéresse à l'impact de

la nature des granulats sur les résistances en compression et traction et sur le module d'élasticité des bétons chauffés.

4.4.1. Evolution de la résistance en compression

La résistance en compression est une des propriétés les plus importantes pour caractériser un béton ; celle-ci baisse globalement avec l'élévation de température.

Les essais mécaniques peuvent être menés à chaud ou bien après refroidissement du béton. Les essais réalisés à chaud permettent généralement d'évaluer le comportement en cours d'incendie et ceux réalisés après refroidissement indiquent les valeurs « post-incendie », utiles pour évaluer la capacité portante résiduelle d'un ouvrage et les possibilités de réparation. Les valeurs de résistance en compression résiduelle sont en général plus faibles que celles mesurées à chaud (figure 1.44). Le refroidissement induit une sollicitation thermique supplémentaire et l'hydratation du CaO avec l'humidité de l'air ambiant s'accompagne d'une sensible augmentation de volume (accompagnée de fissuration).

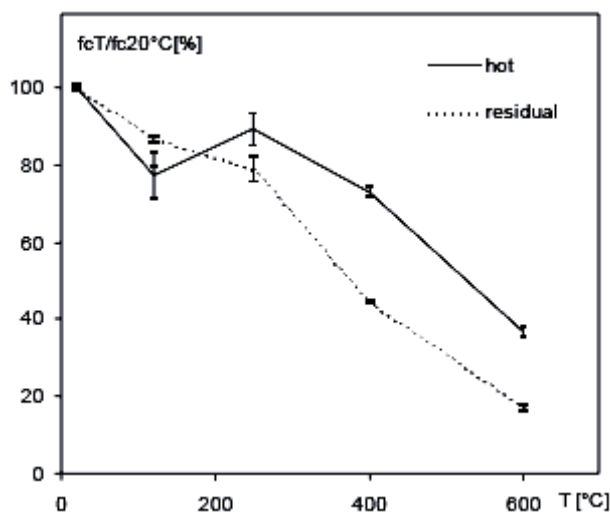


Figure 1.44 : Evolution de la résistance en compression relative d'un béton en fonction du type d'essai réalisé : hot - à chaud, residual - après refroidissement [Hage 2004].

Selon les études de Khoury [Khou 1986], la vitesse d'échauffement joue un rôle important sur la résistance en compression résiduelle du béton. Khoury a constaté que les bétons chauffés à la vitesse de 0.2°C/min ont une résistance inférieure aux bétons chauffés à 1°C/min. L'application d'une vitesse lente permet une transformation chimique plus complète dans le béton et donc une réduction plus significative des résistances.

Que ce soit à chaud ou après refroidissement, l'évolution de la résistance en compression peut être découpée en trois phases. La première phase, de la température ambiante à 100-200°C (selon les

auteurs) est marquée par une diminution de 20 à 30% de la résistance [Hage 2004]. La deuxième phase, 100-250°C ou 200-350°C (selon les auteurs), est caractérisée par une amélioration ou un maintien de résistance. Au delà, la résistance baisse de façon monotone. Les limites de ces phases varient notamment selon la compacité/résistance du béton. Pour les BHP, le maintien de résistance se prolonge à des températures plus élevées.

L'évolution de la résistance en compression en fonction de la température peut s'expliquer par les phénomènes suivants. Pendant la 1^{ère} phase, la dilatation de l'eau entraîne un écartement des feuillettes de CSH. Cet écartement génère une réduction des forces de cohésion de type Van der Waals [Khou 1992]. Cette réduction d'énergie de surface favorise la formation de groupements silanols (Si-OH) qui présentent des forces de liaisons faibles. L'affaiblissement des liaisons entre les hydrates diminue la résistance au cisaillement entre les grains entraînant une diminution de la résistance en compression. Lors de la deuxième phase, le départ de l'eau peut entraîner une re-augmentation des forces de liaison entre les hydrates, avec la disparition des groupements silanols. L'accroissement des énergies de surface est à l'origine de l'augmentation de la résistance en compression [Dias 1990]. Pendant la troisième phase, la déshydroxylation de la portlandite et surtout la dilatation thermique différentielle pâte/granulat sont à l'origine de fissurations, tout d'abord à l'interface pâte/granulats puis se propageant dans la pâte, entraînant une diminution quasi linéaire de la résistance en compression avec la température.

L'influence de la nature des granulats sur la résistance en compression résiduelle ou à chaud a fait l'objet de plusieurs études. La plupart des auteurs mettent en évidence une influence des granulats après 300°C, conformément au processus de fissuration précédemment décrit.

La partie 1-2 de l'EN 1992 définit de meilleures résistances aux températures élevées pour les bétons de granulats siliceux que pour les bétons de granulats calcaires. Les travaux d'Abrams menés en 1971 rapportés par [Schn 1985] vont dans ce sens. La résistance du béton ordinaire de granulats siliceux est inférieure à celle du béton de granulats calcaires entre 400°C et 800°C.

D'autres études plus récentes pondèrent cette tendance. Savva [Savv 2005] montre qu'il y a peu de différences sur les résistances en compression à température élevée entre les bétons de granulats calcaires et siliceux (figure 1.45).

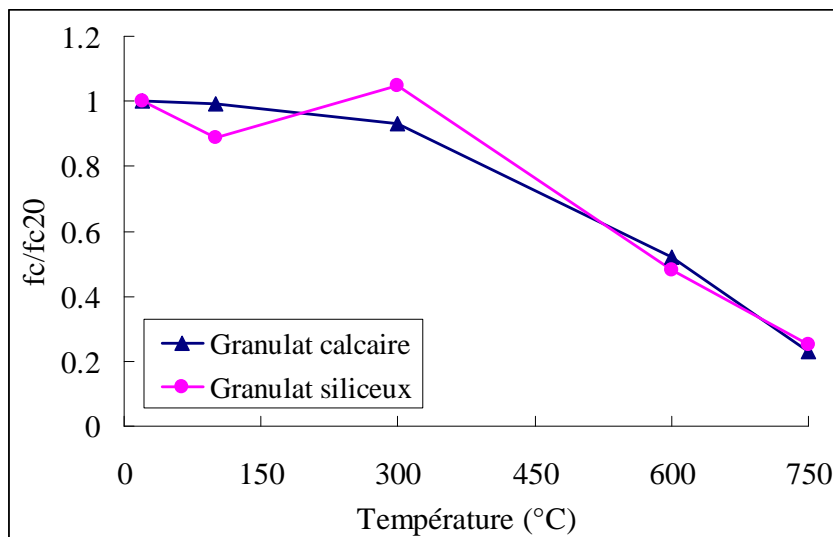


Figure 1.45 : Résistance relative résiduelle en compression de bétons en fonction du type de granulat [Savv 2005].

Dans un état de l'art sur les études menées en Chine, Xiao (2004) montre que l'influence de la nature des granulats est sensible à partir de 400°C (figure 1.46).

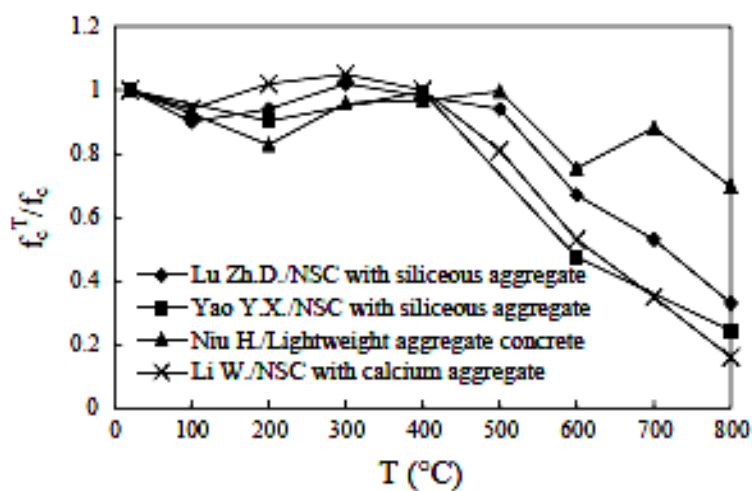


Figure 1.46 : Résistance en compression de bétons avec différents types de granulats sous température [Xiao 2004].

Toutefois, les bétons cités dans cette étude ne présentaient pas les mêmes résistances initiales et n'ont pas été testés dans les mêmes conditions. On ne peut donc dégager de tendance claire.

Il apparaît dans les travaux de F. Robert que des bétons de granulats siliceux perdent moins de résistance aux températures élevées qu'un béton de granulats calcaires, notamment après 600°C (figure 1.47). Les résultats de cette étude mettent aussi en évidence la forte chute de résistance du béton de granulats silico-calcaires de Seine dès 400°C [Robe 2009].

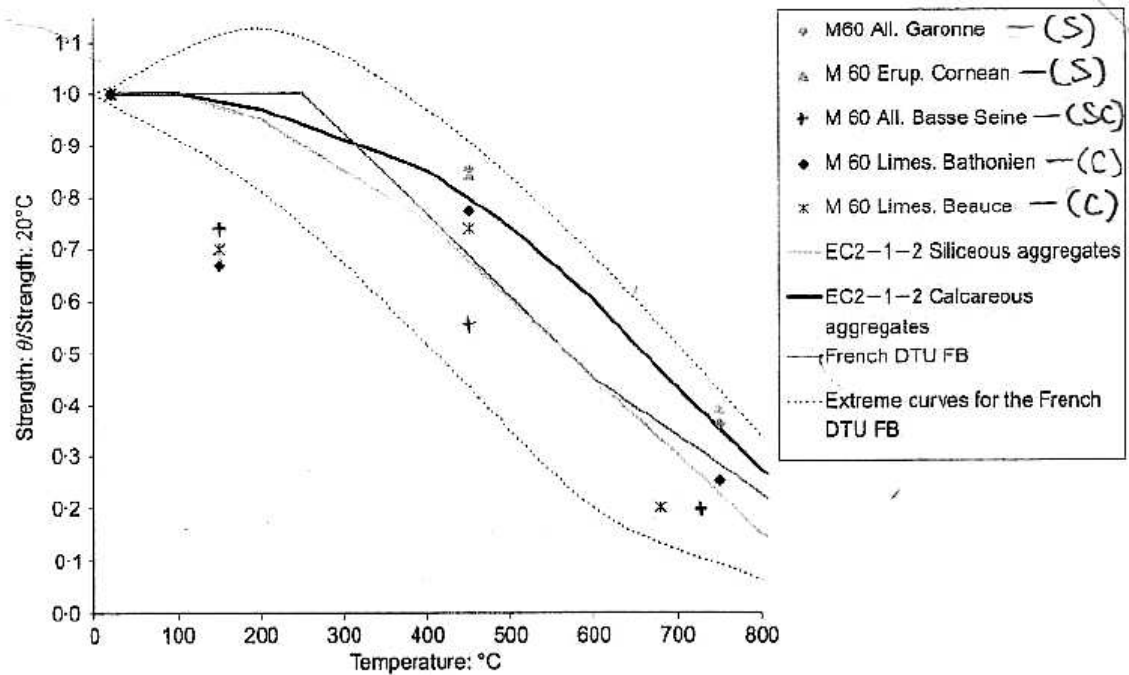


Figure 1.47 : Résistance en compression relative de différents bétons en fonction de la température [Robe 2009].

D'autres travaux [Mare 1970] [Irex 2005] [Mind 2009] ont aussi montré la faible résistance aux températures élevées des bétons composés de granulats silico-calcaire de Seine. Les essais de Maréchal montrent que ce béton accuse à 200°C une réduction de la résistance en compression du même ordre de grandeur que celles d'autres bétons de granulats siliceux (quartzite et « roulés siliceux de Loire » pour une température de 400 °C (figure 1.48).

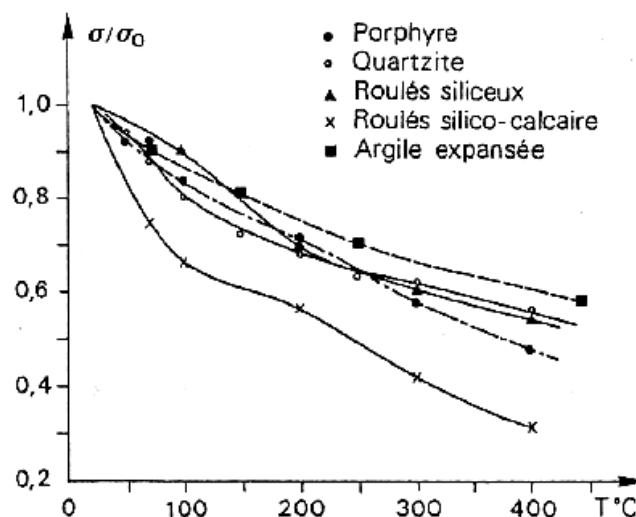


Figure 1.48 : Variation de la résistance relative à la compression des bétons en fonction de la température et du type de granulats [Mare 1970].

Dans le cadre du projet national BHP, une comparaison du comportement à haute température de bétons M75C de granulats calcaires (M75C : béton calcaire avec $f_c=107$ MPa) et M75SC de granulats silico-calcaires de Seine (M75SC : béton silico-calcaire avec $f_c=92$ MPa) a été effectuée. Les résistances en compression de ces derniers ont chuté fortement entre 400°C et 600°C (figure 1.49).

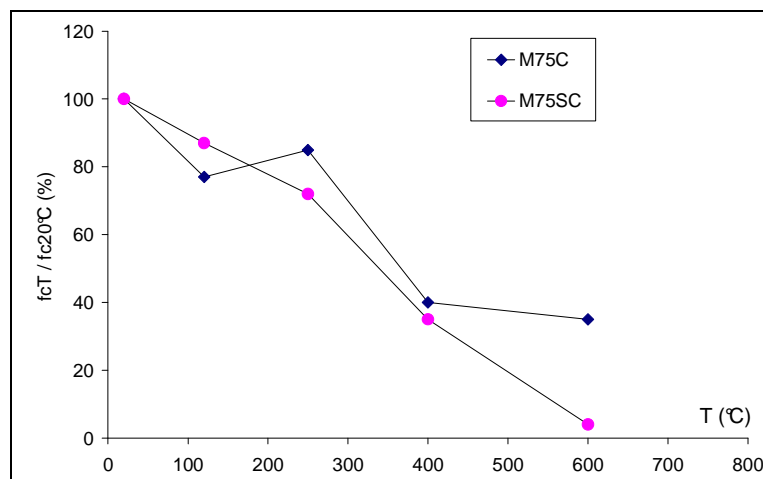


Figure 1.49 : Evolution de la résistance en compression de béton (à chaud) en fonction de la température [Irex 2005].

Les résultats issus de la bibliographie n'aboutissent pas à un consensus. La catégorie « granulats siliceux » regroupe un grand nombre de pétrographies et de structures cristallines différentes comme on a pu le voir dans la première partie de cette bibliographie. Cela explique la difficulté à discerner une tendance claire entre les bétons de granulats siliceux et de granulats calcaires. Plusieurs auteurs ont utilisé des granulats silico-calcaires de Seine et ont montré l'influence défavorable de ceux-ci sur la résistance résiduelle et à chaud du béton.

4.4.2. Evolution de la résistance en traction du béton

Il existe peu de résultats concernant l'évolution de la résistance en traction en fonction de la température. Ceci peut s'expliquer par l'importance moindre de la résistance en traction du béton dans le comportement macroscopique des structures et par les difficultés expérimentales occasionnées par l'essai de traction directe à chaud (problèmes d'alignement de l'éprouvette, de flexion parasite, d'influence des appareils d'appuis, de rigidité de la presse, de gradients thermiques, etc.). Cependant, à l'échelle du matériau, la connaissance de la résistance en traction du béton est nécessaire pour pouvoir déterminer son endommagement et l'ouverture des fissures. Pour des raisons pratiques de simplicité expérimentale, la plupart des chercheurs proposent des résultats d'évolution de la résistance en traction des bétons à partir d'essais de fendage ou de flexion.

Hager [Hage 2004] a effectué des essais de traction directe durant le cycle thermique à la fin de la période de stabilisation du palier de température sur un BHP (100 MPa). Elle a observé que la résistance en traction obtenue à chaud augmente avec l'élévation de la température jusqu'à 400°C (figure 1.50 a). Khoury (1988) obtient le même résultat avec des essais de flexion à haute température. A l'inverse, Gambarova (2003) a trouvé que la résistance en traction du béton mesurée à chaud décroît avec l'élévation de la température (figure 1.50 b) [Mind 2009].

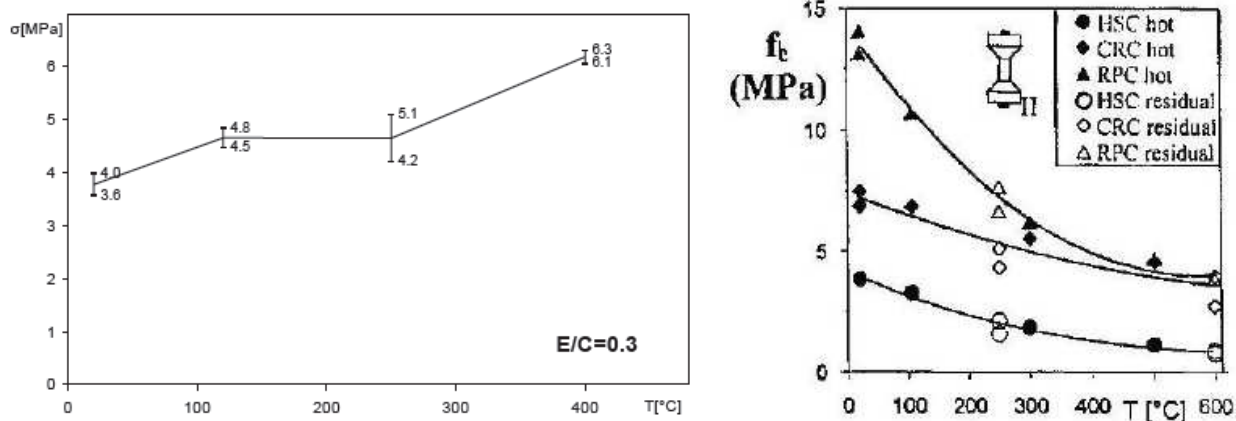


Figure 1.50 : Evolution de la résistance en traction directe mesurée à chaud, a) Hager 2004, à gauche, b) Gambarova 2003, à droite.

Les études menées sur la résistance résiduelle en traction s'accordent sur la réduction de résistance avec l'augmentation de la température. Cette diminution est quasi linéaire, et est plus importante que les baisses de résistance en compression [Hara 1972] [Noum 1995] [Li 2004] [Kane 2007] [Chan 2006]. Thelandersson (1971) a noté qu'un béton plus compact présente une plus faible diminution de résistance en traction [Schn 1985]. Ceci est presque indépendant de la vitesse de chauffage. La résistance résiduelle en traction d'un béton ordinaire est un peu plus faible que celle mesurée à chaud (figure 1.51).

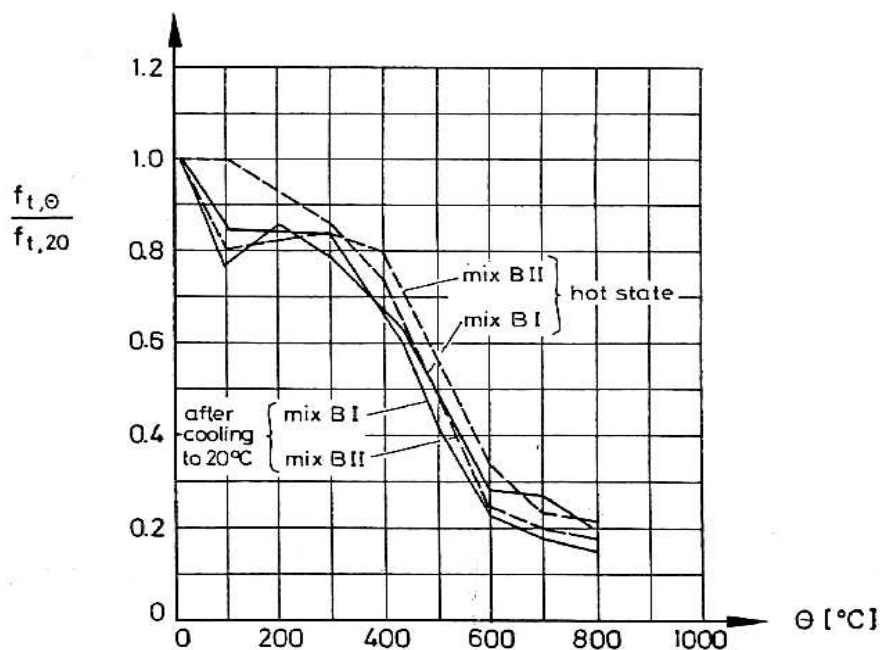


Figure 1.51 : Evolution de la résistance en traction par fendage d'un béton ordinaire mesurée après refroidissement et à chaud en fonction de la température [Schn 1985].

L'Eurocode 2 propose une relation entre la résistance à la traction du béton et la température de chauffage qui ne tient pas compte de la nature des granulats [Euro 2004],

$$f_{ck,t}(\Theta) = k_{c,t}(\Theta) f_{ck,t} \quad \text{avec} \quad k_{c,t}(\Theta) = 1.0 \quad \text{pour} \quad 20^\circ\text{C} \leq \Theta \leq 100^\circ\text{C}$$

$$k_{c,t}(\Theta) = 1.0 - 1.0 (\Theta - 100) / 500 \quad \text{pour} \quad 100^\circ\text{C} < \Theta \leq 600^\circ\text{C}$$

Les travaux de Barragan ont montré des différences de résistance en traction résiduelle pour une même formulation de béton et les mêmes conditions d'expérimentation lorsque la nature du granulat variait. Un béton de granulat granitique concassé après chauffage-refroidissement à 500°C a présenté une résistance en traction plus faible (17%) qu'un béton de granulat de rivière [Barr 2001]. Harada [Hara 1972] et Schneider [Schn 1988] ont trouvé que le béton de granulats siliceux (grès) présente un meilleur comportement résiduel à la traction que le béton de granulats calcaire jusqu'à 500 °C (figure 1.52) [Schn 1985].

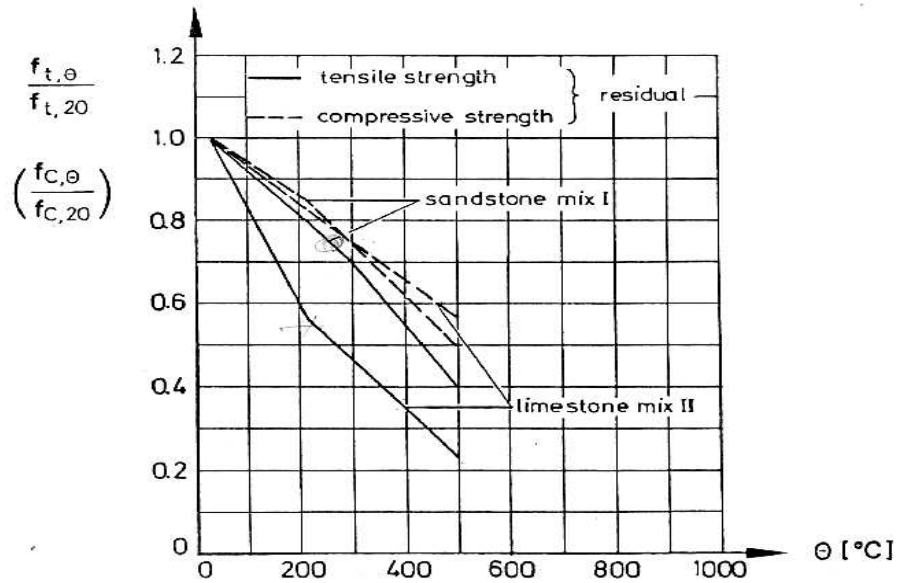


Figure 1.52 : Evolution de la résistance en traction par fendage de différents bétons en fonction de la température [Schn 1985].

La figure 1.52 indique que la perte de résistance résiduelle en traction du béton de granulat calcaire est pratiquement le double de celle du béton de granulat siliceux (grès) à 500°C.

Pour trois bétons de même formulation mais constitués de granulats calcaire, siliceux et de basalte, les travaux de Bamonte (2007) ont mis en évidence la meilleure traction résiduelle du béton avec les granulats de basalte. Par ailleurs, l'auteur a observé que le béton de granulat siliceux présente une perte de résistance en traction plus importante que les deux autres bétons après chauffage à 600°C (figure 1.53).

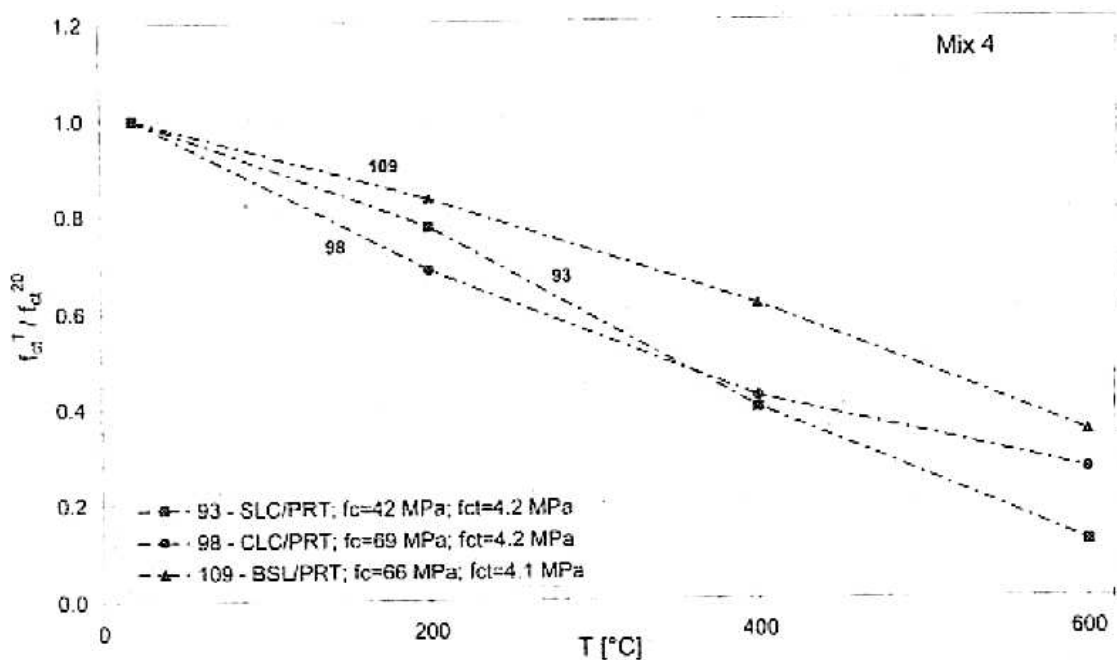


Figure 1.53 : Evolution de la résistance résiduelle en traction par fendage de trois bétons de même formulation réalisés avec trois natures de granulat différentes : basalte, calcaire et siliceux [Bamo

2007], (SLC : granulat siliceux, CLC : granulat calcaire, BSL : granulat basalte, PRT : ciment portland durci rapidement).

Les résultats sur la résistance en traction des bétons sont très peu nombreux. Ils mettent néanmoins en évidence un impact de la nature des granulats qui varie selon la température. Peu d'essais sont menés à des températures supérieures à 600 °C et l'influence de la décarbonatation des calcaires n'apparaît donc pas. La qualité de l'interface pâte/granulat est déterminante dans le mécanisme de rupture en traction. Il paraît aussi important d'analyser l'influence de la nature du granulat en fonction du rapport E/C de la pâte de ciment.

4.4.3. Evolution du module d'élasticité du béton

Le module d'élasticité traduit la rigidité du béton. Celle-ci est sévèrement modifiée par l'élévation de température. La perte de l'eau évaporable au dessous de 100°C du béton a tendance à faire augmenter la résistance en compression et diminuer le module d'élasticité. La chaleur affecte similairement le module d'élasticité et la résistance du béton au dessus de 100°C [Mare 1972] [Nevi 1993]. De nombreuses études expérimentales ont montré une diminution graduelle du module d'élasticité en compression avec la température [Noum 1995] [Kane 2007]. [Noum 1995] a remarqué que la courbe d'évolution du module d'élasticité du BHP reste très proche et semble similaire à celle du béton ordinaire. Hager [Hage 2004] a noté que le rapport E/C n'avait aucune influence significative sur l'évolution du module d'élasticité jusqu'à 600°C avec une vitesse de montée en température de 1°C/min. Quant à l'influence de la nature du granulat sur l'évolution de module d'élasticité du béton ordinaire en fonction de la température, Schneider a montré que le béton de granulats légers (argile expansée) présente la plus faible diminution du module d'élasticité. Les trois bétons de granulats siliceux (quartzite, grès et basalte) ont présenté des évolutions différentes, le béton de grès se comportant mieux que les bétons de basalte ou de quartzite. On notera que les résultats présentés sur la figure 1.54 concernent des bétons de formulations différentes.

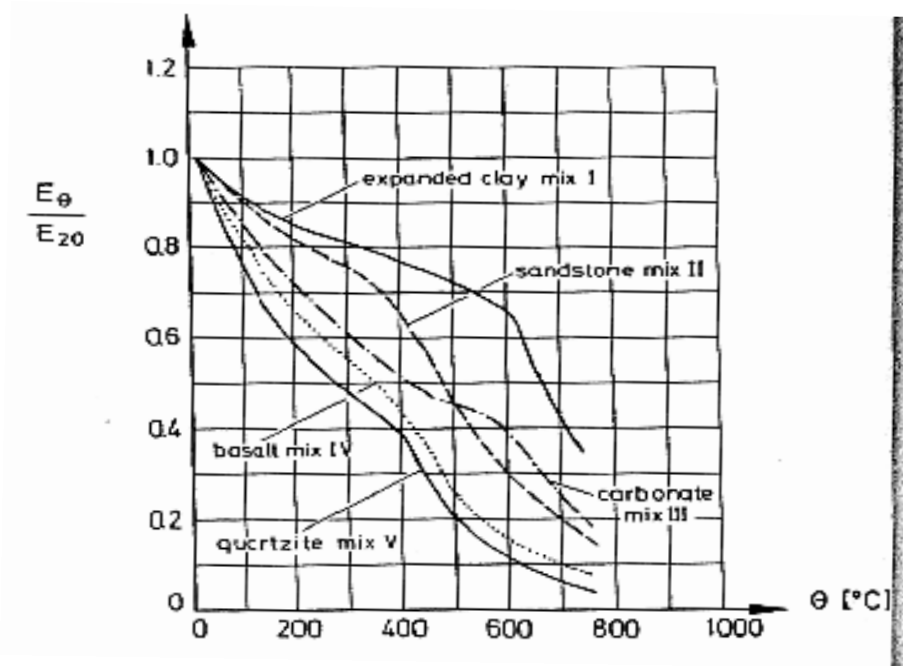


Figure 1.54 : Evolution du module d'élasticité de bétons de natures différentes de granulats en fonction de la température [Schn 1985].

Savva [Savv 2005] a montré qu'à 300°C le module d'élasticité résiduel d'un béton ordinaire de granulats siliceux présente une plus faible perte de module qu'un béton de granulat calcaire de même formulation. A 750°C, il n'y a plus de différence entre les deux bétons.

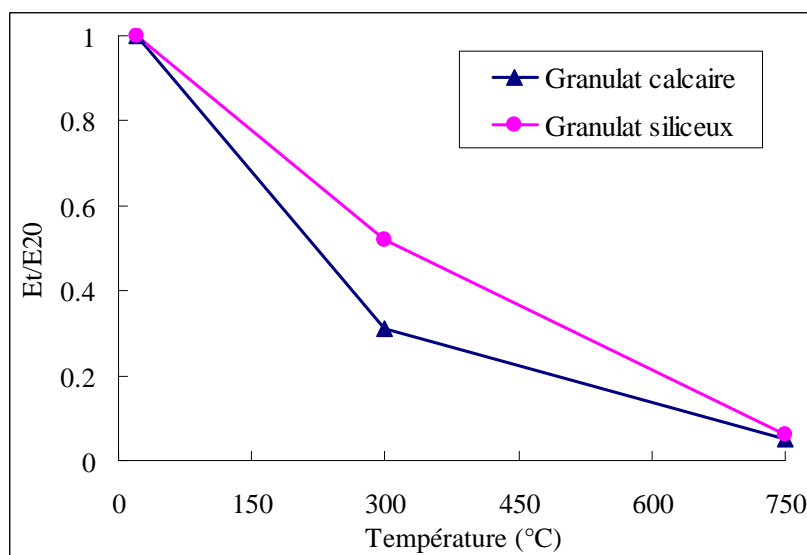


Figure 1.55 : Evolution relative du module d'élasticité résiduel de bétons de granulats siliceux et calcaires en fonction de la température [Savv 2005].

D'autres travaux comparent l'évolution du module d'élasticité de bétons confectionnés à partir de granulats silico-calcaires (M75SC) et de granulats calcaires (M75C) (figure 1.56 a). On observe une perte totale de rigidité dès 600°C des bétons de granulats silico-calcaire [Pimi 2002]. Mindeguia a

observé le même phénomène avec les mêmes granulats [Mind 2009] (figure 1.56 b). Maréchal explique aussi cette importante diminution du module d'élasticité du béton de granulats silico-calcaires par la décohésion des granulats de la pâte [Mare 1972].

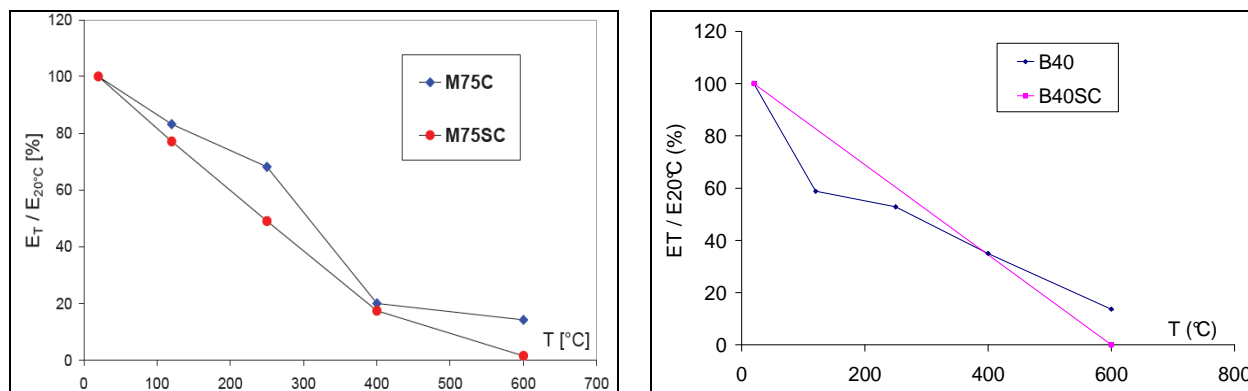


Figure 1.56 : Evolution avec la température du module d'élasticité relatif d'un béton en fonction de la nature du granulat (silico-calcaire et calcaire) à chaud, a) M75SC et M75C à gauche [Pimi 2002] ; b) B40SC et B40 à droite [Mind 2009].

La grande variété des granulats siliceux, quartzite, grès, silex, basalte rend difficile l'analyse de l'influence des granulats lorsque la pétrographie n'est pas précisée.

Conclusion de l'étude bibliographique

L'étude bibliographique s'est organisée en deux parties principales faisant appel à deux domaines de recherche habituellement distincts. Tout d'abord, l'évolution des différentes caractéristiques et propriétés des roches sous l'effet de la température est décrite et analysée. Puis, les résultats des travaux menés sur l'influence des granulats sur le comportement des bétons soumis à une température élevée sont synthétisés. Les aspects physiques (perte de masse et porosité), thermiques (conductivité thermique, chaleur massique, dilatation thermique) et mécaniques (résistances, module) ont été pris en considération.

Sous l'effet de la température, la minéralogie des granulats peut se modifier. Parmi les minéraux courants, on citera la transformation allotropique du quartz α en quartz β , le départ des silanols des quartz microcristallins, la décarbonatation de la calcite, la deshydroxylation des argiles et la déshydratation d'hydroxydes (e.g. goethite). Ainsi, les roches selon les minéraux qui les composent vont subir différentes modifications de leur structure (porosité, etc..).

Par ailleurs, les roches se dilatent sous l'effet de la température. Leur coefficient de dilatation thermique dépend de leur minéralogie, de leur texture et de leur porosité. Le changement de phase

du quartz à 573°C s'accompagne d'une expansion volumique importante. Outre la présence de quartz, la dilatation des roches dépend de la taille des cristaux et de la porosité initiale qui peut absorber la dilatation. Si les roches sont polyminérales il peut y avoir des dilatations différentielles qui favorisent la fissuration.

Compte tenu de l'importance des effets thermiques sur la structure des roches leur comportement mécanique en est impacté. La diminution de performance mécanique est principalement liée à la fissuration thermique. Les modules d'élasticité, quelle que soit la roche, diminuent plus vite que la résistance à la compression. La résistance aux sollicitations thermiques d'une roche carbonatée apparaît très variable et dépend notamment de sa porosité et de la taille de ses grains. Les roches gréseuses sont relativement insensibles à la température jusqu'à 500°C. Pour les roches entièrement cristallisées (granite, quartzite), la sensibilité à la température augmente avec la taille des grains et en second lieu en fonction de la teneur en quartz. Les silex peuvent présenter une instabilité thermique (éclatement) et une diminution de leur ténacité.

La deuxième partie du chapitre a décrit le comportement à haute température du béton en s'attachant à mettre en évidence le rôle de la nature des granulats dans la dégradation du béton. Les granulats sont impliqués dans les déformations différentielles à l'interface pâte de ciment/granat et génèrent ainsi des contraintes différentielles pouvant amener à la fissuration de cette zone. L'influence des granulats sur le comportement du béton à haute température dépend de leurs coefficients de dilatation thermique, de leurs propriétés thermiques et de leur sensibilité aux sollicitations thermiques. Les études réalisées ne classent généralement les granulats qu'en deux catégories : siliceux et calcaires. Il s'est avéré difficile de dégager un consensus sur l'influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement du béton à haute température. Les textes réglementaires basés sur des études expérimentales indiquent un meilleur comportement des bétons de granulats calcaires vis à vis des bétons de granulats siliceux. D'autres études montrent l'inverse. La première partie du chapitre apporte de premiers éléments d'explication, puisque les études sur les roches montrent une grande diversité de comportement au sein d'une même « famille » calcaire ou siliceuse.

L'étude bibliographique a montré l'importance du rôle des granulats sur le comportement à haute température du béton. Afin d'améliorer la compréhension de cette influence, il paraît maintenant nécessaire de relier l'évolution des caractéristiques minéralogiques, microstructurelles et thermiques des granulats en fonction de la température à l'évolution du comportement mécanique et physique du béton. L'interaction pâte/granat est aussi fortement liée à la qualité de la pâte qu'il sera donc nécessaire de considérer. L'objectif de cette étude est de comprendre les mécanismes mis en jeu à l'interface de la pâte de ciment et des granulats et les risques d'instabilité du béton pouvant en découler. La réduction de ces risques pourra améliorer la capacité à concevoir des ouvrages plus sûrs.

Références :

- [Aitc 2003] P.C. Aitcin, The durability characteristics of high performance concrete: a review, *Cement and Concrete Composites*, 25 (2003) 409–420.
- [Ario 2007] O. Arioiz, Effects of elevated temperatures on properties of concrete, *Fire safety journal*, 42 (2007) 516-522.
- [Bamo 2007] P. Bamonte, S. Cangiano, R. Felicetti, P.G. Gambarova, R. Billi, F. Busnelli, M. Quaglia, Thermomechanical characterization of concrete mixes suitable for the rehabilitation of fire-damaged tunnel linings, *Studies and researches*, 27 (2007) 233-277.
- [Baro 1994] V. Baroghel-Bouny, Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons-Méthode, analyse, interprétations, publié par Laboratoire Central des Ponts et Chaussées et Ministère de l'Équipement, des Transports et du Tourisme, 1994.
- [Baro 2000] V. Baroghel-Bouny, A. Ammouche, H. Hornain, J. Gawsewitch, Vieillissement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle. II – Caractérisation microstructurale sur éprouvettes de béton de résistance 25 à 120Mpa, *Bulletin de liaison des LPC*, 228 (2000) 71-86.
- [Barr 2001] B.E. Barragan, G.M. Giaccio, R.L. Zerbino, Fracture and failure of thermally damaged concrete under tensile loading, *Materials and Structures*, Volume 34, 5 (2001) 312-319.
- [Baza 1996] Z.P. Bazant and M.F. Kaplan, *Concrete at high temperature: Material properties and mathematical models*, Longman Group Limited, London, 196 pages, 1996.
- [Bere 1988] P. Berest, Ph. Weber, *la thermomécanique des roches : Manuels et méthodes*, BRGM Editions, Orléans, 1988.
- [Berr 1959] L.G. Berry, B. Mason, *Mineralogy Concepts Descriptions Determinations*, W.H. Freeman Company, San Francisco, 630 pages, 1959.
- [Bill 2003] Y. Billard, Contribution à l'étude des transferts de fluides au sein d'une paroi en béton, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2003.
- [Bran 1995] A.M. Brandt, *Cement-Based Composites, Materials, Mechanical Properties and Performance*, E&FN Spon, London, 1995.

- [**Chan 2006**] Y.F. Chang, Y.H. Chen, M.S. Shen, G.C. Yao, Residual stress-strain for concrete after exposure to high temperatures, *Cement and concrete research*, 36 (2006) 1999-2005.
- [**Cast 2004**] M. Castellotea, C. Alonsoa, C. Andradea, X. Turrillasa, and J. Campoc. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34 (2004) 1633–1644.
- [**Coop 1977**] H.W. Cooper, G. Simmons, The effect of cracks on the thermal expansion of rocks, *Earth and Planetary Science Letters*, 36 (1977) 404-412.
- [**Deer 1992**] W.A. Deer, R.A. Howie, J. Zussman, An introduction to the rock-forming minerals (2nd edition). Longman Scientific & Technical. 696 pages, 1992.
- [**Desa 2007**] C. DeSa, Etude hydro-mécanique et thermo-mécanique du béton : influence des gradients et des incompatibilités de déformation, Thèse de doctorat, ENS de Cachan, 2007.
- [**Diam 1986**] S. Diamond, The microstructure of cement paste in concrete, in proceeding of the 8th international congress on the chemistry of cement, Rio de Janeiro, Brasil, 1 (1986) 122-147.
- [**Diam 2004**] S. Diamond, The microstructure of cement paste and concrete—a visual primer, *Cement and concrete composites*, 26 (2004) 919-933.
- [**Dias 1990**] W.P.S. Dias, G.A. Khoury, P.J.E. Sullivan, Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C, *ACI Material Journal*, 87 (1990) 160-166.
- [**Died 1989**] U. Diederichs, U.M. Jumppanen, V. Penttala, Behaviour of high strength concrete at high temperatures. Espoo, 1989, Helsinki University of Technology, Department of structural engineering, report 92, 1989.
- [**Doma 1992**] M. Domanski, J.A. Webb, Effect of heat treatment on siliceous rocks used in prehistoric lithic technology, *Journal of Archaeological Science* 19 (1992) 601-614.
- [**Doma 1994**] M. Domanski, J.A. Webb, J. Boland, Mechanical properties of stone artefacts materials and the effect of heat treatment, *Archaeometry*, 36 (1994) 177-208.
- [**Doma 2009**] M. Domanski, J. Webb, R. Glaisher, J. Gurba, J. Libera, A. Zakościelna, Heat treatment of Polish flints, *Journal of Archaeological Science*, 36 (2009) 1400-1408.

- [Dreu 2002] G. Dreux, Jean Festa, Nouveau guide du béton et de ses constituants, huitième édition, Edition Eyrolles, 2002.
- [Euro 2004] European Committee for Standardization, EN 1992-1-2, in: Eurocode 2 Design of Concrete Structures, Brussels, CEN, 2004.
- [Feld 1968] R.F. Feldman, P.J. Sereda, The model for hydrated portland cement as deduced from sorption-length change and mechanical properties, *Materials and Construction*, 1 (1968) 509–520.
- [Fenn 1913] C.N. Fenner, The stability relations of the silica minerals, *Amer Jour Sci*, 4th, 36 (1913) 331.
- [Ferr 2001] A.M. Ferrero, P. Marini, Experimental studies on the mechanical behaviour of two thermal cracked marbles, *Rock Mech Rock Eng*, 34 (2001) 57–66.
- [Flen 1975] J.J. Flenniken, E.J. Garrison, Thermally altered novaculite and stone tool manufacturing techniques, *Journal of Field Archaeology*, 2 (1975) 125-131.
- [Flynn 1999] D.R. Flynn, Response of high performance concrete to fire conditions: review of thermal properties and measurement techniques, NIST, 1999.
- [Fred 1986] J.T. Fredrich, T.F. Wong, Micromechanics of thermally induced cracking in three crustal rocks, *J. Geophys. Res.* 91 (1986) 12,743-12,764.
- [Frie 1979] M. Friedman, B. Johnson, Thermal cracks in unconfined Sioux quartzite, *Proc. 19th Symp. on Rock Mech.*, Austin, Texas, A.S.C.E. New York, (1979) 35-50.
- [Fu 2004(a)] Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.A. Tang, C.S. Poon, Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures—Part I: Thermal cracking around single inclusion, *Cement and Concrete Composites*, 26 (2004) 99-111.
- [Fu 2004(b)] Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.A. Tang, C.S. Poon, Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures—Part II: Thermal cracking around multiple inclusions, *Cement and Concrete Composites*, 26 (2004) 113-126.
- [Géra 1992] Y. Géraud, F. Mazerolle, S. Raynaud, Comparison between connected and overall porosity of thermally stressed granited, *Journal of structural geology*, 14 (1992) 981-990.
- [Grif 1971] R.E. Griffin, S.G. Demou, Thermal expansion measurements of simulated lunar rocks, *Thermal Expansion Conf. A.I.P., Conf. Proc. n°3*, 1971.

- [Grif 1987] D.R. Griffiths, C.A. Bergman, C.J. Clayton, K. Ohnuma, G.V. Robins, N.J. Seeley, Experimental investigation of the heat treatment of flint, Cambridge University Press, (1987) 43–52.
- [Hage 2004] I. Hager, Comportement à haute température des bétons à haute performance : évolution des principales propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et Ecole Polytechnique de Cracovie, 2004.
- [Hanc 1985] M. Hanckel, Hot rocks : heat treatment at Burrill Lake and Currarong, New south wales, Archaeology in oceania, 20 (1985) 98-102.
- [Hara 1972] T. Harada, J. Takeda, S. Yamane, F. Furumura, Strength, Elasticity and Thermal Properties of Concrete Subjected to Elevated Temperatures, in International Seminar on Concrete for Nuclear Reactor, ACI Special Publication, Detroit, 1 (1972) 377–406 .
- [Harm 1964] T.Z. Harmathy, Effect of moisture on the fire endurance of building elements, ASTM special technical publication, 385 (1964) 74-95.
- [Harm 1970] T.Z. Harmathy, Thermal properties of concrete at elevated temperature, Journal of Materials, 5 (1970) 47-74.
- [Heno 2005] P. Henocq, Modélisation des interactions ioniques à la surface des Silicate de Calcium Hydratés, Thèse de doctorat, Université Laval et Université de Cergy-Pontoise, 2005.
- [Henr 1978] J.P. Henry, Mécanique linéaire de la rupture appliquée à l'étude de la fissuration et de la fracture des roches calcaires, Thèse doctorat de l'Université des sciences et technologies de Lille, 1978.
- [Homa 1986] F. Homand-Etienne, Comportement mécanique des roches en fonction de la température, Sciences de la terre, Série «Mémoires», 261 pages, n°46, 1986.
- [Huan 1985] C.Y. Huang, R.F. Feldman, Hydration reactions in Portland cement–silica fume blends, Cem. Concr. Res. 15 (1985) 585.
- [Irex 2005] Irex, Synthèse des travaux du projet national BHP 2000 sur les bétons à haute température, Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, 2005.
- [Joue 1980] C.A. Jouenne, Traité de céramiques et matériaux minéraux, Septima, 657p, Paris, 1980.

- [**Jone 1997**] C.Jones, G. Keaney, P.G. Meredith, S.A.F. Murrell, Acoustic emission and fluid permeability measurements on thermally cracked rocks, *Phys. Chem. Earth*, 22 (1997) 13-17.
- [**Kali 1998**] P. Kalifa, M. Tsimbrovska, Comportement des BHP à hautes températures, État de la question et résultats expérimentaux, *Cahier de CSTB n° 3078*, 1998.
- [**Kane 2007**] M. Kanéma, Influence des paramètres de formation sur le comportement à haute température des bétons, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2007.
- [**Kapl 1996**] M. Kaplan and Z. Bazant, Concrete at high temperature, *Materials properties and mathematical models*, Longman House, Burnt Mill, 1996.
- [**Khou 1986**] G.A. Khoury, B.N. Grainger, P.J.E. Sullivan, Strain of concrete during first cooling from 600°C under load, *Magazine of concrete research*, 38 (1986) 3-12.
- [**Khou 1988**] G.A. Khoury, G.P.E. Sullivan, Research at imperial college on the effet of elevated temperature on concrete, *Fire safety journal*, 13 (1988) 69-72.
- [**Khou 1992**] G.A. Khoury, Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment, *Magazine of Concrete Research* 44, 161 (1992) 291-309.
- [**Khou 2005**] G.A. Khoury, Effect of heat on concrete material, Imperial college report, 1995.
- [**Khou 2007**] G.A. Khoury, Y. Anderberg, K. Both, J. Fellingner, N.P. Hoj, C. Majorana, Fire design of concrete structures-materials, structures and modelling, State-of-art report, *Fib Bulletin* 38, 2007.
- [**Klur 1996**] K. Ivan, Etude par RMN de la structure des silicates de calcium hydratés, Thèse de doctorat, Université de Paris 6, 1996.
- [**Kodu 2003**] V.K.R. Kodur, M.A. Sultan, Effect of temperature on thermal properties of high-strength concrete, *Journal of materials in civil engineering*, 15 (2003) 101-107.
- [**Lamo 2006**] J. Lamond, J. Pielert, Significance of tests and properties of concrete and concrete-making material, *ASTM International*, West Conshohocken, 2006.
- [**Lau 2006**] A. Lau, M. Anson, Effect of high temperatures on high performance steel fibre reinforced concrete, *Cement and Concrete Research*, 36 (2006) 1698-1707.
- [**Li 2004**] M. LI, C.X. Qian, W. Sun, Mechanical properties of high-strength concrete after fire, *Cement and Concrete Research*, 34 (2004) 1001-1005.

- [Lion 2004] M. Lion, Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier, Thèse de doctorat de l'Université des sciences et technologies de Lille, 2004.
- [Lion 2005] M. Lion, F. Skoczylas, B. Ledesert, Effects of heating on the hydraulic and poroelastic properties of bourgogne limestone, *Int J Rock Mech Min Sci*, 42 (2005) 508–520.
- [Mack 1957] R.C. Mackenzie, The differential thermal investigation of clays, Mineralogical Society, London, 456 pages, 1957.
- [Mahm 1998] Y. Mahmutoglu, Mechanical behaviour of cyclically heated fine grained rock, *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 31 (1998) 169-179.
- [Mala 2006] K. Malaga-Starzec, U. Akesson, J.E. Lindqvist, B. Schouenborg, Microscopic and macroscopic characterization of the porosity of marble as a function of temperature and impregnation, *Constr Build Mater*, 20 (2006) 939–947.
- [Mare 1970] J.C. Marechal, Contribution à l'étude des propriétés thermiques et mécaniques du béton en fonction de la température, *Annales I.T.B.T.P.*, 274 (1970) 121-146.
- [Mare 1972] J.C. Marechal, Variations in the modulus of elasticity and poisson's ration with temperature, *ACI Special publication SP34*, Vol. 1, Detroit, 1972.
- [Maso 1982] J.C. Maso, La liaison pâte-granulats, in « Le béton hydraulique », Paris, Presse de l'ENPC, 1982.
- [Meno 2004] A. Menou, Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température : Approche multi-échelles de l'endommagement thermique, Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2004.
- [Merc 1999] J.P. Mercier, G. Zambelli, W. Kurz, Introduction à la science des matériaux, third ed., Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1999.
- [Meth 1986] P.K. Metha, Concrete, structures, properties, and materials, Englewood cliff, New Jersey: Prentice-Hall, 1986.
- [Meye 1972] C. Meyer-Ottens, The question of spalling of concrete structural elements under fire loading, PhD Thesis, Technical University of Braunschweig, Germany, 1972.
- [Mind 2009] J-C. Mindeguia, Contribution expérimentale a la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons, Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2009.

- [**Monn 2005**] Y. Monnin, Méthodologie pour décrire le gonflement multi-échelle de calcaires siliceux soumis à la réaction alcali-silice dans le matériau béton, Thèse de doctorat de l'Université d'Artois, 2005.
- [**Nevi 1993**] A.M. Neville, Properties of concrete, 3rd ed. UK: Longman House, 1993.
- [**Noum 1995**] A. Noumowé, Effet de hautes températures (20-600°C) sur le béton : cas particulier du béton à hautes performances, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1995.
- [**Pera 1971**] R. Pérami, Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques, Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, 1971.
- [**Perr 2001**] D. Perraton and P.C. Aïtcin, Perméabilité du béton de peau, le choix du granulat peut-il s'avérer un élément plus déterminant que le rapport e/c ? Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 232 (2001) 59-72.
- [**Pias 1984**] J. Piasta, Z. Sawicz, L. Rudzinski, Changes in the structure of hardened paste due to high temperature, Materials and Structures, 100 (1984) 291-296.
- [**Pias 1989**] J. Piasta, Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste, Materials and structures research and testing, RILEM, 17 (1984) 415-420.
- [**Pimi 2002**] P. Pimienta, I. Hager, Mechanical behaviour of HPC at high temperature, 6th International Symposium on High Strength / High Performance Concrete, Leipzig, Germany, 2002.
- [**Pliy 2010**] P. Pliya, Contribution des fibres de polypropylène et métalliques à l'amélioration du comportement du béton soumis à une température élevée, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2010.
- [**Poon 2003**] C.S. Poon, Salman Azhar, Mike Anson, Yuk-Lung Wong, Performance of metakaolin concrete at elevated temperatures, Cement and Concrete Composites, 25 (2003) 83-89.
- [**Pric 1982**] T.D. Price, S. Chappell, D.J. Ives, Thermal Alteration in Mesolithic Assemblages, Proceedings of the Prehistoric Society London, 48 (1982) 467-485.
- [**Purd 1974**] B.A. Purdy, Investigations concerning the thermal alteration of silica materials: an archaeological approach, Tebiwa, 17 (1974) 37-66.
- [**Rao 2007**] Q. Rao, Zhi Wang, Haifeng Xie, Qiang Xie, Experimental study of mechanical properties of sandstone at high temperature, Journal of Central South University of Technology, 14 (2007) 478-483.

- [Rays 2009] E. Rayssac, J.C. Auriol, D. deneele, F. Larrard, V. Ledee, G. Platret, Valorisation de laitiers d'aciérie LD pour les infrastructures routières, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 275 (2009) 27-38.
- [Rego 1982] M. Regourd, L'eau in « Le béton hydraulique », Paris, Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, (1982) 59–68.
- [Rich 1974] D. Richter, G. Simmons, Thermal expansion behaviour of igneous rocks, *Internat. J. Rock. Mech. Min. Sci.*, 11 (1974) 403-411.
- [Rile 1991] A.M. Riley, Assessing fire-damaged concrete, *Concrete international : Design and construction*, 13 (1991) 60-63.
- [Robe 2009] F. Robert, H. Colina, The influence of aggregates on the mechanical characteristics of concrete exposed to fire, *Magazine of Concrete Research* 61 (2009) 311-321.
- [Roye 1999] G.F. Royer-Carfagni, On the thermal degradation of marble, *Int J Rock Mech Min Sci*, 36 (1999) 119–126.
- [Savv 2005] A. Savva, P. Manita, K.K. Sideris, Influence of elevated temperatures on the mechanical properties of blended cement concretes prepared with limestone and siliceous aggregates, *Cement and Concrete Composites* 27 (2005) 239–248.
- [Schi 1982] D.L. Schindler, J.W. Hatch , C.A. Hay , R.C. Bradt , Aboriginal Thermal Alteration of a Central Pennsylvania Jasper, *American Antiquity Washington D.C.*, 47(1982) 526-544.
- [Schn 1985] U. Schneider, *Properties of Materials at High Temperatures – Concrete*, RILEM TC 44-PHT, 1985.
- [Schn 1988] U. Schneider, *Concrete at High Temperatures—A General Review*, *Fire Safety Journal*, 14 (1988) 55–68.
- [Sier 1974] R. Sierra, *Contribution à l'étude de l'hydratation des silicates calciques hydrauliques*, Rapport de recherche n° 39, L.C.P.C. Paris, 1974.
- [Some 1992] W.H. Somerton, *Thermal properties and temperature-related behavior of rock/fluid systems*, Elsevier, 1992.
- [Sorr 1974] C.A. Sorrell, H.U. Anderson, R.J. Ackermann, Thermal expansion and the high-low transformation in quartz : II. Dilatometric studies, *Journal of applied crystallography*, 7 (1974) 468-473.

- [**Tsim 1997**] M. Tsimbrovska, P. Kalifa, D. Quenard, J.F. Daïan, High performance concrete at elevated temperature: permeability and microstructure, Trans. of the 14th Int. Conf. on Structural Mechanics in Reactor Technology, Lyon, France, Aug. 1997.
- [**Tsim 1998**] M. Tsimbrovska, Dégradation des bétons à hautes performances soumis à des températures élevées, évolution de la perméabilité en liaison avec la microstructure, Thèse de doctorat, Université Grenoble 1, 1998.
- [**Vers 2005**] J. Verstraete, Approche multi-technique et multi-échelle d'étude des propriétés structurales des matériaux hétérogènes : application à un granulat siliceux naturel, Thèse de doctorat, Université de Mulhouse, 2005.
- [**Vive 1997**] K. Vivekanandam, I. Patnaikuni, Transition zone in high performance concrete during hydration, Cement and concrete composites, 27 (1997) 817-823.
- [**Vost 2003**] H.D. Vosteen, R. Schellschmidt, Influence of temperature on thermal conductivity, thermal capacity and thermal diffusivity for different types of rock, Physics and Chemistry of the Earth 28 (2003) 499-509.
- [**Wong 1979**] T.F. Wong, W.F. Brace, Thermal expansion of rocks : some measurements at high pressure, Tectonophysics, 57 (1979) 95-117.
- [**Xiao 2004**] J.Z. Xiao, G. König, Study on concrete at high temperature in China-an overview, Fire safety journal, 39 (2004) 89-103.
- [**Xiao 2006**] J. Xiao, On residual strength of high-performance concrete with and without polypropylene fibres at elevated temperatures, Fire safety journal, 41 (2006) 115-121.
- [**Yavu 2009**] H. Yavuz, S. Demirdag, S. Caran, Thermal effect on the physical properties of carbonate rocks, International journal of rock mechanics and mining sciences, 47 (2010) 94-103.
- [**Ye 2007**] G. Ye, X. Liu, G. De Schutter, L. Taerwe, P. Vandeveldel, Phase distribution and microstructural changes of self-compacting cement paste at elevated temperature, Cement and concrete research, 37 (2007) 978-987.
- [**Zara 1994**] G.P. Zaraisky, V.N. Balashov, Thermal decompaction of rocks dans Fluids in the crust, Chapman et Hall, 1994.
- [**Zhan 2009**] L.Y. Zhang, X.B. Mao, A.H. Lu, Experimental study on the mechanical properties of rocks at high temperature, Science in China series E: Technological sciences, 52 (2009) 641-646.

CHAPITRE 2 : METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

Dans ce chapitre, nous présentons les caractéristiques des matériaux utilisés, les formulations de bétons, les compositions pétrographiques des granulats, la démarche méthodologique et les dispositifs expérimentaux mis en place pour caractériser les propriétés des bétons et des granulats soumis à des cycles de chauffage/refroidissement. L'étude expérimentale se structure en deux parties. Elle comporte d'une part l'identification des pétrographies et les phases magnétiques, les évolutions de composition minéralogique et chimiques et les modifications microstructurales des granulats après différents cycles à 150, 300, 450, 600 et 750°C. D'autre part le comportement des bétons réalisés avec ces granulats a été testé après les cycles thermiques 300, 600 et 750°C. Pour chaque nature de granulat, deux formulations de béton sont étudiées : béton ordinaire ($E/C=0.6$) et béton haute performance ($E/C=0.3$). Des essais en compression et traction sont menés afin d'analyser les différences de propriétés mécaniques résiduelles des bétons selon la nature des granulats. Les propriétés thermiques des bétons et leur évolution en fonction de la température de chauffage sont étudiées également. La fissuration, l'évolution de la porosité et de la perte de masse des bétons complètent cette caractérisation du comportement des bétons soumis à des températures élevées. Tout cela a permis de mieux comprendre l'influence de différentes compositions minéralogiques de granulat sur le comportement du béton à température élevée.

1. Caractéristiques des matériaux utilisés

Nous avons fabriqué 6 différentes catégories de bétons à partir d'un ciment, d'eau, d'un superplastifiant et de trois types de granulats se différenciant par leur nature minéralogique : un granulat calcaire, un granulat silico-calcaire et un granulat siliceux. Pour chaque nature de granulat, deux formulations sont réalisées, l'une avec un rapport E/C de 0.6 et l'autre avec un rapport E/C de 0.3. Les caractéristiques des différents constituants sont décrites ci-après :

1.1. Le ciment

Il provient de la cimenterie Calcia à Villiers au Bouin appartenant au groupe Italcementi. Ce ciment est référencé CEM I 52.5 N CE CP2 NF. Sa classe vraie 61.3 MPa, sa masse volumique absolue est de 3130 kg/m³ et sa surface de Blaine est de 3590 cm²/g. Il est composé de 66.9% de C₃S, de 10.7% de C₂S, 8.4% de C₃A et de 7.6% de C₄AF. Sa composition chimique est présentée dans le tableau 2.1.

Composition élémentaire	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅
%	20.23	4.29	2.35	0.25	0.02	63.67	3.88	2.80	0.69	0.14	0.31

Tableau 2.1 : Composition chimique du ciment (données Calcia)

1.2. L'eau

L'eau utilisée est celle du réseau de distribution en eau potable de la communauté d'agglomération de Cergy-Pontoise. Sa masse volumique utilisée dans les formulations est de 1000 kg/m³.

1.3. Le superplastifiant

L'adjuvant utilisé dans la confection de nos bétons pour assurer une fluidité satisfaisante de mise en œuvre est le superplastifiant © CIMFLUID 2002 (™® AXIM Italcementi group) appartenant à la famille des superplastifiants/hauts réducteurs d'eau. Il est incorporé dans l'eau de gâchage. Cet adjuvant de nouvelle génération à base de polycarboxylate modifié est un liquide opaque beige. Les caractéristiques de ce superplastifiant sont données dans le tableau 2.2. Son dosage varie de 0.2 à 2 kg pour 100 kg de ciment selon l'effet désiré.

Masse volumique	PH	Extrait sec
1.110 kg/dm ³ (20°C)	7.0±1.0	35.0%±1.7%

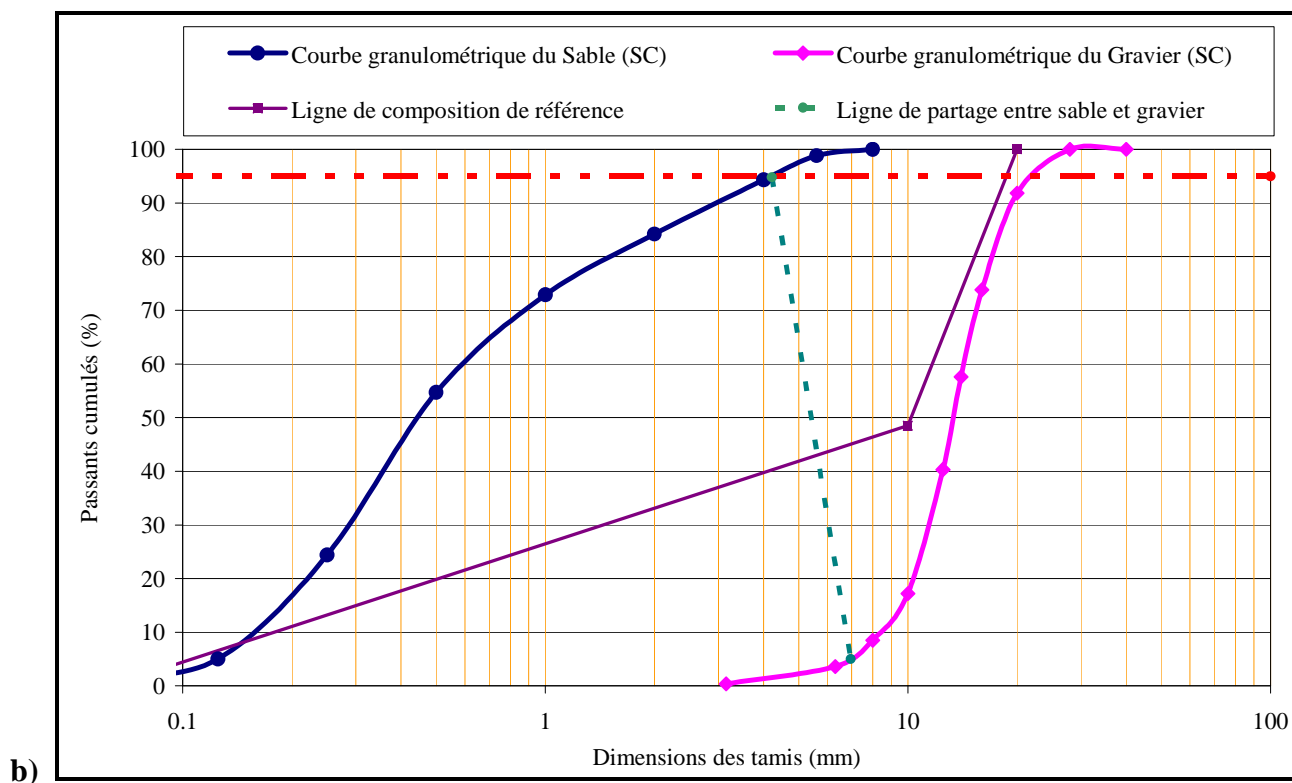
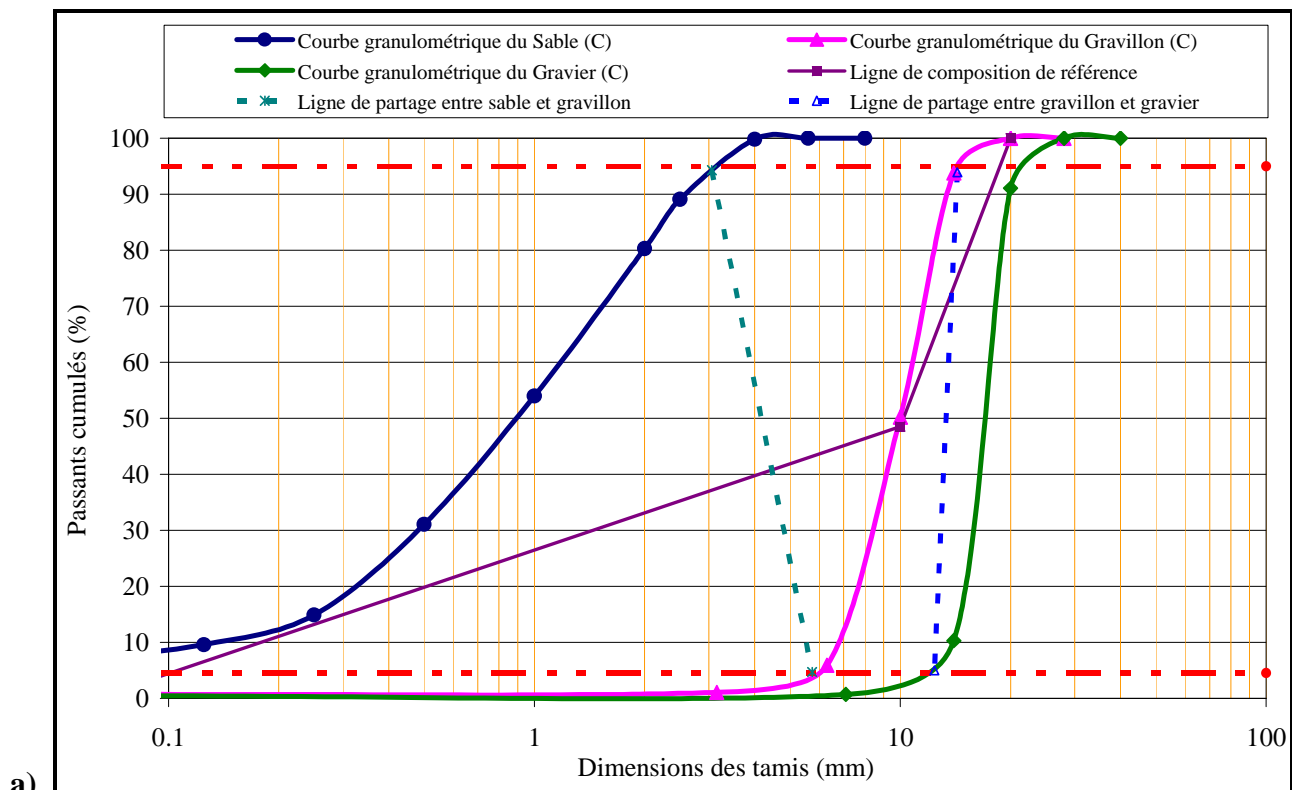
Tableau 2.2 : Caractéristiques techniques du superplastifiant haut réducteur d'eau © CIMFLUID 2002.

1.4. Les granulats

Le choix des granulats utilisés pour la confection des trois catégories de béton est guidé par l'objectif de cette étude visant à estimer l'influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement des bétons à température élevée. Nous avons donc choisi trois types de granulats de natures minéralogiques différentes qui correspondent aux trois classes généralement admises dans le domaine du génie civil. Ce sont respectivement des granulats concassés provenant du calcaire massif (Hérault 34, France), des granulats alluvionnaires semi-concassés silico-calcaires (Yvelines 78, France) et des granulats alluvionnaires siliceux roulés (Gironde 33, France). Leur classe granulaire est de 0/4, 6.3/14 et 14/20 mm pour les granulats calcaires, 0/4 et 6.3/20 mm pour les granulats silico-calcaires et 0/2, 2/14 et 14/20 mm pour les granulats siliceux.

1.4.1. Caractéristiques granulométriques

Les propriétés physiques et mécaniques du béton dépendent de plusieurs facteurs. L'obtention d'un béton résistant, étanche et durable est le souhait du fabricant. Afin d'atteindre cet objectif, les courbes d'analyse granulométrique sont utilisées pour nous permettre d'acquérir la meilleure compacité dans un mélange de granulats. Les courbes granulométriques des différents granulats ont été déterminées sur des échantillons représentatifs de gravier, de gravillon et de sable selon la norme XP P 18-545. Les résultats des analyses granulométriques des trois catégories de granulats sont portés sur la figure 2.1.



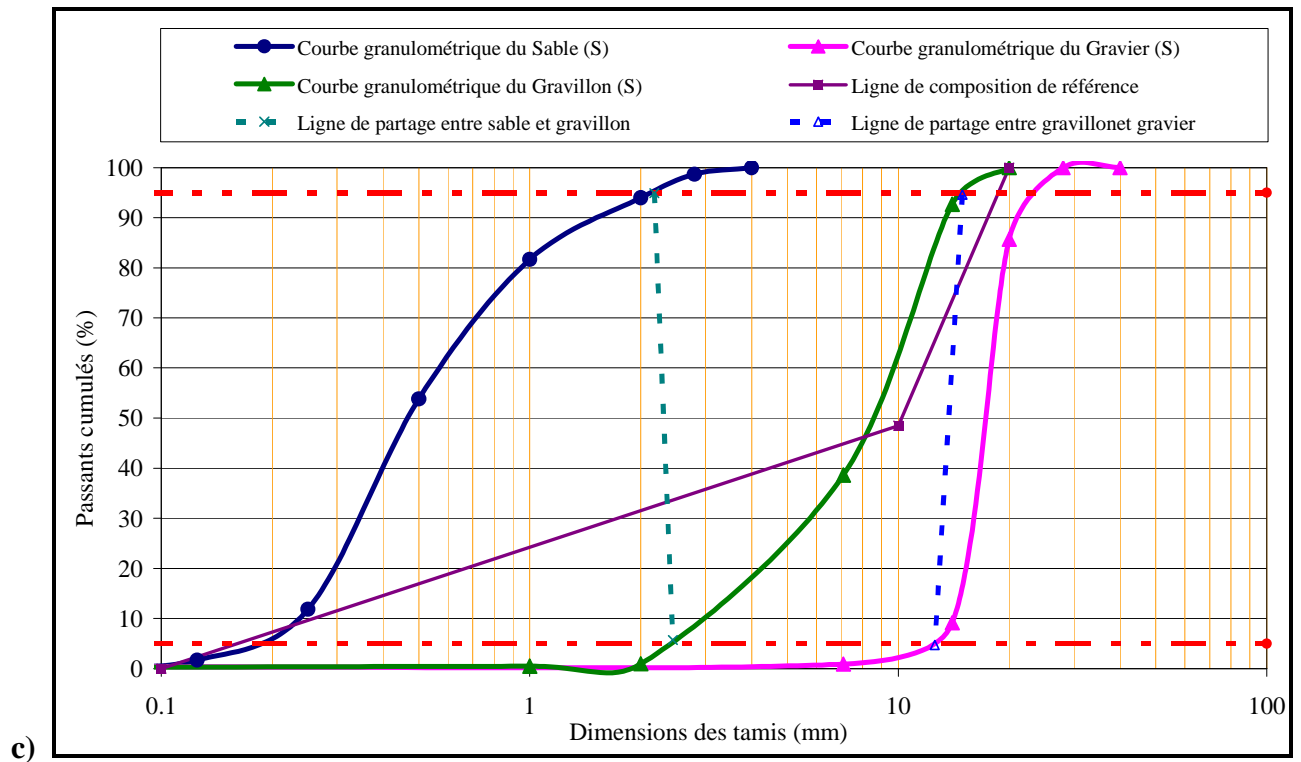


Figure 2.1 : Analyse granulométrique des granulats étudiés en utilisant la méthode Dreux-Grorisse [Dreu 2002] : a) granulat calcaire ; b) granulat silico-calcaire ; c) granulat siliceux. En abscisse les ouvertures des tamis en mm, en ordonnée les pourcentages de refus.

Les intersections des courbes granulométriques de référence et des droites reliant les ordonnées à 95% et 5% des courbes granulométriques successives donnent la répartition volumique des différents constituants du granulat. Nous déterminons ainsi la composition granulaire calcaire optimisée à base de 40% de sable, 35% de gravillons et 25% de graviers. La composition granulaire silico-calcaire est optimale avec 42% de sable, et 58% de graviers. La composition granulaire siliceuse est optimale avec 34% de sable, 43% de gravillons et 23% de graviers. Ces valeurs sont utilisées pour les différentes formulations de nos bétons.

1.4.2. Masses Volumiques réelles et coefficient d'absorption d'eau

La masse volumique d'un granulat est une caractéristique physique fondamentale influençant notablement les caractéristiques mécaniques des granulats et par conséquent les performances du béton. Le coefficient d'absorption d'eau d'un granulat est également un facteur important. Il influence la quantité d'eau de gâchage nécessaire à la fabrication du béton. Les masses volumiques réelles et les coefficients d'absorption d'eau à 24 heures des trois types de granulats utilisés dans

cette étude sont mesurés (tableau 2.3) au laboratoire de mécanique et matériaux du génie civil (L2MGC) selon la norme NF EN 1097-6.

Type de granulat	Granulat calcaire			Granulat silico-calcaire		Granulat siliceux		
Classe granulaire (mm)	0/4	6.3/14	14/20	0/4	6.3/20	0/2	2/14	14/20
Masse volumique réelle (kg/m ³)	2686	2670	2670	2458	2482	2563	2592	2592
coefficient d'absorption d'eau	1.02	0.64	0.64	0.98	1.96	0.67	0.72	0.72

Tableau 2.3 : Classe granulaire, masse volumique réelle et coefficient d'absorption d'eau des trois types de granulats étudiés.

1.4.3. Caractéristiques chimiques

Les caractéristiques chimiques principales des granulats (voir le tableau 2.4) ont été fournies par fournisseur. Ces analyses chimiques sont réalisées par fluorescence X et des mesures de perte au feu sont aussi effectuées. Seules les compositions chimiques du granulat silico-calcaire pour les classes granulaires 0/4 et 6.3/20 mm, du granulat calcaire pour la classe granulaire 6.3/10 mm et du granulat siliceux pour les classes granulaires de 0/2, 8/14 mm sont à notre disposition. Ces analyses donnent un ordre d'idée de la composition chimique des granulats utilisés dans cette étude.

Type de granulat	Granulat Calcaire	Granulat silico-calcaire		Granulat siliceux	
Classe granulaire	6.3/10 mm	0/4 mm	6.3/20 mm	0/2 mm	8/14 mm
SiO ₂	3.67%	66.91%	77.03%	95.97%	98.36%
Al ₂ O ₃	1.20%	1.90%	0.31%	2.06%	0.63%
Fe ₂ O ₃	0.39%	0.54%	0.41%	0.20%	0.29%
TiO ₂	0.07%	0.04%	0.02%	0.06%	0.03%
MnO	0.00%	0.02%	0.00%	0.00%	0.00%
CaO	50.90%	15.30%	11.04%	0.04%	0.02%
MgO	1.13%	0.10%	0.10%	0.01%	0.01%
P ₂ O ₅	0.02%	0.10%	0.03	0.02%	0.01%

SrO	0.01%	0.00%	0.00	0.00%	0.00%
K ₂ O	0.35%	1.06%	0.06%	0.98%	0.06%
Na ₂ O	0.03%	0.24%	0.03%	0.05%	0.00%
Perte au feu	41.70%	12.99%	9.73%	0.29%	0.24%

Tableau 2.4 : Liste récapitulative des caractéristiques chimiques des granulats utilisés dans notre étude (mesures réalisées au Laboratoire Evaluation des Matériaux de CTG Italcementi Group).

2. Préparation et conditionnement des échantillons de béton

Nous avons effectué différents essais de caractérisation des propriétés des bétons et des granulats. Afin d'avoir des résultats comparables, nous devons déterminer les conditions de préparation et de conservation des échantillons de bétons et de granulats, en homogénéisant les conditions initiales d'essai.

2.1. Formulation et composition des bétons

L'objectif de cette étude est d'analyser l'influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement de bétons soumis à des températures élevées en utilisant trois natures minéralogiques différentes de granulat : un granulat calcaire, un granulat silico-calcaire et un granulat siliceux. Nous avons réalisé six formulations de béton en utilisant les trois granulats et en considérant deux rapports eau/ciment (E/C) différents (0.3 et 0.6).

Pour chaque type de granulat, nous avons confectionné deux bétons de formulations différentes: un béton à matrice ordinaire (BO) et un béton à matrice hautes performances (BHP). Les dosages de ciment de ces bétons sont de 362 kg/m³ pour le BO et 500 kg/m³ pour le BHP. Les compositions des bétons sont obtenues suivant la méthode de formulation de Dreux-Grorisse [Dreu 2002]. La fraction volumique des granulats dans le béton est identique quelle que soit la nature des granulats. La quantité d'adjuvant est déterminée par des essais préliminaires, de manière à obtenir une ouvrabilité comparable pour tous les bétons. Les affaissements au cône d'Abrams des bétons étudiés les positionnent en classe S4 (entre 16 et 20 cm). Nous présentons dans le tableau 2.5 les compositions retenues des six bétons étudiés.

	BO-C	BO-SC	BO-S	BHP-C	BHP-SC	BHP-S
Nature minéralogique	<i>Calcaire</i>	<i>Silico-calcaire</i>	<i>Siliceux</i>	<i>Calcaire</i>	<i>Silico-calcaire</i>	<i>Siliceux</i>
Ciment CEM I 52.5 [kg/m³]	362	362	362	500	500	500
Gravier [kg/m³]	447	956	396	459	987	411
Gravillon [kg/m³]	625		740	646		764
Sable [kg/m³]	714	692	585	738	715	604
Eau [kg/m³]	217	217	217	150	150	150
Superplastifiant [kg/m³] [% par masse de ciment]				2.15 0.43%	1.65 0.33%	1.5 0.30%
Rapport E/C	0.6	0.6	0.6	0.3	0.3	0.3
Masse volumique [kg/m³]	2365	2227	2300	2495	2354	2431
Résistance en compression à 28 jours avant le chauffage (f_c)	38.1	35.9	38.8	76.3	81.2	72.8
Résistance en traction à 28 jours avant le chauffage (f_t)	3.2	3.7	4	4.6	5.2	5.9
Module d'élasticité à 28 jours avant le chauffage (E)	31.5	35.6	36.6	43.4	45.2	44.2

Tableau 2.5 : Composition des bétons de l'étude (données pour pour 1 m³).

Afin de déterminer l'évolution des propriétés thermiques des granulats au cours du chauffage, nous avons aussi fabriqué des éprouvettes de mortier de dimensions Ø 16x32 cm en prenant les mêmes proportions volumiques des constituants (ciment, sable et eau) que les formulations des bétons. En analysant les propriétés thermiques des bétons et des mortiers fabriqués, nous pouvons déduire les propriétés thermiques des granulats au cours du chauffage. La relation suivante s'agit du modèle en série de conduction thermique en milieu sec et permet d'estimer la conductivité thermique du granulat à partir celle du béton et du mortier comparable.

$$\lambda_{granulat} = \frac{\lambda_{beton} \cdot V_{beton} - \lambda_{mortier} \cdot V_{mortier}}{V_{granulat}} \quad \text{éq. 2-1}$$

Le mortier ordinaire posant des problèmes de ségrégation et de mise en oeuvre (trop fluide), nous utilisons les formulations de mortier à hautes performances. Le tableau 2.6 présente les compositions des matrices de mortier pour les trois minéralogies différentes de sable.

	MHP-C	MHP-SC	MHP-S
Nature minéralogique	<i>Calcaire</i>	<i>Silico-calcaire</i>	<i>Siliceux</i>
Ciment CEM I 52.5 [kg/m³]	856	833	916
Sable [kg/m³]	1264	1191	1107
Eau [kg/m³]	257	250	275
Superplastifiant [kg/m³]	2.15	1.65	1.5
[% par masse de ciment]	0.25%	0.2%	0.16%
Rapport E/C	0.3	0.3	0.3
Masse volumique [kg/m³]	2378	2274	2298

Tableau 2.6 : Composition des mortiers à matrice hautes performances étudiés (valeurs exprimées pour 1 m³).

2.2. Procédure de fabrication des bétons

De nombreux coulages étant prévus pendant cette étude, il a été très important de s'assurer de la reproductibilité des gâchages pour mettre en place des échantillons à différentes périodes de la journée ou de l'année. Les valeurs d'affaissement au cône d'Abrams ont permis de s'assurer de la similarité des gâchages de béton. Le protocole des étapes de fabrication de béton est le suivant:

- Calcul des teneurs en eau des matériaux (sable, gravillon et gravier) en utilisant l'étuve à une température de 105°C. Cette étape permet de corriger la quantité d'eau à introduire dans le malaxeur.
- Prémouillage du malaxeur et de la brouette pour limiter une absorption d'eau par les parois de ceux-ci.
- Introduction des constituants en commençant par le gravier, le gravillon, le sable puis le ciment dans le malaxeur de type Couvrot à pale rotative et d'une contenance maximale de 90 litres.
- Mélange des granulats et liant sans ajout de l'eau pendant une minute.

- Addition de 1/3-2/3 de l'eau totale de gâchage dans le malaxeur en mélangeant une minute.
- Ajout du reste d'eau et mélange pendant trois minutes. S'il y a un adjuvant à ajouter, nous le mélangeons d'abord dans l'eau et le temps de malaxage est prolongé d'une minute.
- Mesure de l'affaissement au cône d'Abrams, puis vidange du béton du malaxeur à la brouette. L'écart d'affaissement du béton est limité à 2 cm de la valeur cible afin d'assurer une similarité à chaque gâchage.
- Coulage des bétons frais dans les moules en deux couches. Chaque couche est vibrée pendant 20 secondes. Les éprouvettes sont finalement protégées de la dessiccation par un couvercle en plastique, pesées et stockées sur des palettes en bois et conservées à température ambiante.

Les éprouvettes cylindriques sont confectionnées en utilisant des moules de dimensions Ø 16x32 cm et Ø 11x22 cm.

2. 3. Conditionnement

Les conditions de conservation des éprouvettes sont réalisées selon la recommandation de la RILEM TC-129. Toutes les éprouvettes sont conservées à une température de $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant les sept premiers jours après le coulage dans leurs moules sans échange hydrique avec l'extérieur. Ensuite, elles sont conservées dans des sacs plastiques qui permettent de maintenir une humidité de 100%. Les éprouvettes sont âgées de 90 jours au moment des essais.

3. Echantillonnage des granulats

3.1. Classification pétrographique des granulats

En utilisant une méthode de quartage [Dupa 2000], un échantillon représentatif d'environ 5 kg de chaque granulat est obtenu à partir d'un stock initial de 500 kg. Les différents granulats sont triés par observation macroscopique à l'aide d'une loupe et du test à l'acide chlorhydrique. Les différents types de roches formant le granulat sont séparés et identifiés à l'issue de cette étape. Les proportions respectives des différents groupes sont estimées (tableau 2.7) et la composition pétrographique des granulats est déterminée.

Le granulat calcaire est constitué de carbonates pratiquement purs, constituant une population homogène. Les granulats silico-calcaires présentent une grande variété pétrographique. Ils sont composés majoritairement de silex (70%), de carbonates (24%) et enfin de granulats d'origines très diverses (grès, quartzite, microconglomérat, etc...). Les granulats siliceux contiennent 91% de quartzite et 7% environ de grès (tableau 2.7).

<i>Calcaire</i>		<i>Silico-calcaire</i>		<i>Siliceux</i>	
Roche carbonatée	99,5%	Silex	70%	Quartzite	91%
➤ Carbonate Gris foncé	58%	➤ Silex noir	10%	➤ Quartzite blanc	28%
➤ Carbonate Marron foncé	27%	➤ Silex gris	17%	➤ Quartzite marron	28%
➤ Carbonate Marron clair	6,5%	➤ Silex marron	36%	➤ Quartzite gris clair	23%
➤ Carbonate Gris clair	4%	➤ Silex beige	7%	➤ Quartzite gris foncé	10%
➤ Carbonate Rouge	1%	Roche carbonatée	24%	➤ Divers	2%
➤ Carbonate Multi-phase	1,5%	➤ Carbonate blanc	12%	Grès	7%
➤ Calcite et roche	1,5%	➤ Carbonate marron	7%	➤ Grès gris	4%
➤ Calcite pure	accessoire	➤ Carbonate gris	5%	➤ Grès claire	1%
Silex	accessoire	Grès	5%	➤ Grès marron	2%
Grès	accessoire	Quartzite	0,5 %	Silex	1%
Oolithe ferrugineuse	accessoire	Micro-conglomérat	accessoire	Micro-conglomérat	accessoire
		Granite	accessoire	Schiste	accessoire
		Rhyolite	accessoire	Roche carbonatée	accessoire
		Basalte	accessoire	Roche magmatique	accessoire
				Siltite	accessoire

Tableau 2.7 : Composition pétrographique des graviers des granulats calcaires, silico-calcaires, siliceux.

Les graviers des granulats calcaires sont de formes anguleuses et irrégulières. Leur surface est lisse et leur couleur homogène.

Parmi les graviers silico-calcaires, les silex se présentent sous plusieurs formes : anguleuse, arrondie ou irrégulière. Leur surface est lisse. Certains silex sont enveloppés d'une gangue calcaire. Les carbonates du gravier silico-calcaire se présentent sous différentes formes : aplatie, allongée et irrégulière. Leur surface est rugueuse. Certains carbonates présentent une porosité visible macroscopiquement (à l'oeil nu). Les graviers constitués de grès à ciment siliceux sont de forme irrégulière, de couleur blanche ou rougeâtre. Les graviers de quartzite, de forme arrondie, sont composés de nombreux cristaux de quartz blanc translucides soudés.

Les quartzites, parmi les graviers siliceux, sont généralement de forme arrondie et montrent une surface lisse. Les graviers de grès à ciment siliceux sont, quant à eux, de forme arrondie ou aplatie et ont une surface rugueuse.

Les essais de caractérisation sont effectués en distinguant les différentes catégories pétrographiques au sein d'un même granulat. Les caractéristiques de l'ensemble du matériau sont obtenus en faisant une moyenne pondérée des pourcentages des différents types pétrographiques.

3.2. Etat hydrique

Deux types d'état hydriques initial sont considérés : saturé et préséché afin d'estimer l'importance du rôle de l'eau sur la stabilité des granulats à températures élevées. Les granulats saturés sont obtenus par immersion dans l'eau pendant 24H (la masse devenant constante). Les granulats préséchés sont obtenus par conservation dans une étuve à 105°C jusqu'à masse constante (pendant au moins 15 jours) et conservés dans un dessiccateur jusqu'au cycle de chauffage-refroidissement.

4. Méthodologie et programme expérimental

4.1. Cycles de chauffage-refroidissement

Les éprouvettes de béton subissent des cycles de chauffage-refroidissement composés d'une phase de montée en température, d'une phase de stabilisation à température constante et d'une troisième phase de descente de température jusqu'à température ambiante. Les rampes de chauffage et refroidissement utilisent la même vitesse de 1°C/min. Cette vitesse est souvent utilisée dans la littérature pour les dimensions de nos éprouvettes. L'étude du comportement des granulats à température élevée est également effectuée en utilisant les mêmes critères de chauffage. Nous appliquons donc trois cycles de chauffage-refroidissement depuis la température ambiante jusqu'à 300, 600 et 750°C pour les bétons et cinq cycles jusqu'à 150, 300, 450, 600 et 750°C pour les granulats, avec dans chaque cas un palier de chauffage à la température maximum pendant une heure. Les consignes de température choisies correspondent à la fin de l'élimination de l'eau libre (150°C), à la fin de la déshydratation des C-S-H (300°C), au début de la décomposition de la Portlandite (450°C), à la limite de stabilité des granulats de quartz (600°C) et au phénomène de décarbonatation (750°C). La figure 2.2 présente les évolutions de température en fonction du temps pour les 5 cycles de chauffage étudiés. Les températures de consigne sont indiquées, ainsi que

l'évolution réelle de la température surfacique des granulats au cours d'un cycle de chauffage à 450°C et des bétons au cours d'un cycle de chauffage à 600°C. Nous observons que la température réelle est très proche de la température de consigne au cours d'un cycle de chauffage sauf pour la phase de refroidissement où elle est plus lente, ce qui limite les risques de choc thermique.

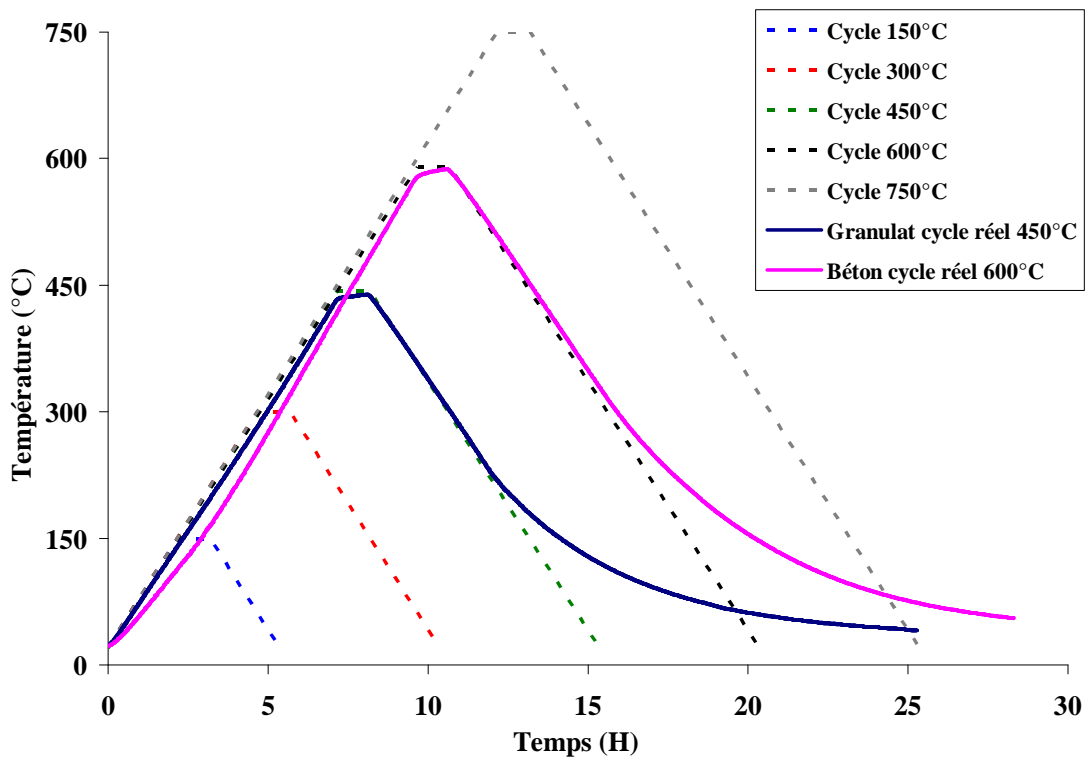


Figure 2.2 : Cycles de chauffage-refroidissement imposés aux différents types de granulats. Les cycles pour les bétons sont identiques mais menés uniquement à 300, 600 et 750°C.

Les cycles de chauffage-refroidissement sont réalisés dans un four électrique programmable de dimensions 1,3x1,01x1,04 m (figure 2.3 a) dont la température peut monter jusqu'à 1000°C. Ce four est piloté par un régulateur-programmateur EURO THERM connecté à un thermocouple placé à la surface d'une éprouvette. Un ventilateur associé au chauffage permet de réguler et d'homogénéiser la température par la circulation d'air entre les résistances chauffantes. Pour l'acquisition des données de température, une centrale d'acquisition automatique HP323 est utilisée (figure 2.3 b). Elle dispose de 22 voies permettant d'enregistrer en continu les températures à l'intérieur du four et au sein des éprouvettes. Cette centrale d'acquisition est pilotée par un ordinateur. Les thermocouples de type K placés sur différentes éprouvettes de béton nous permettent d'assurer l'homogénéité de température dans le four (figure 2.4).

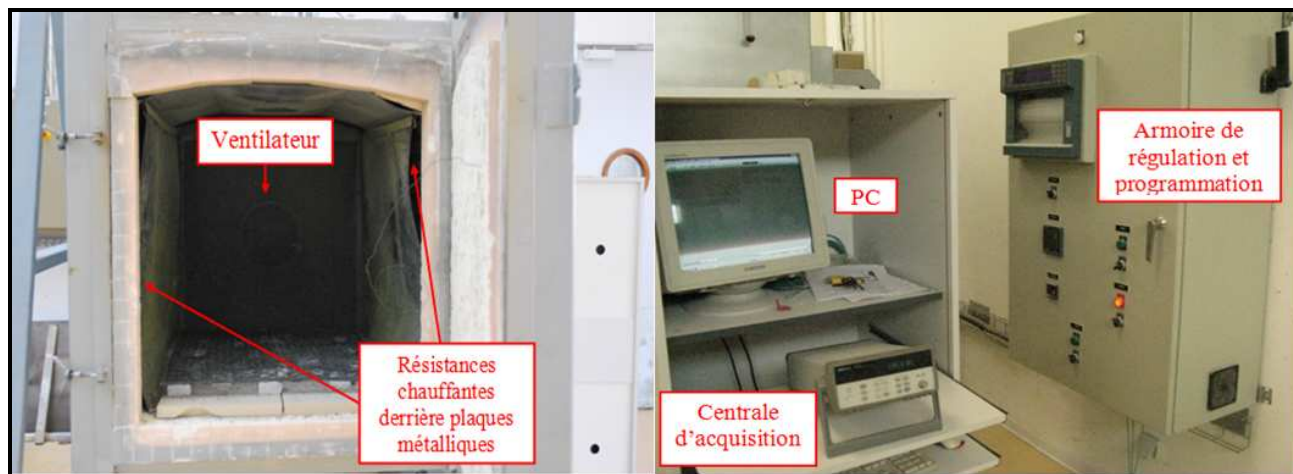


Figure 2.3 : a) Four de chauffage-refroidissement, à gauche ; b) Dispositif d'acquisition, à droite.

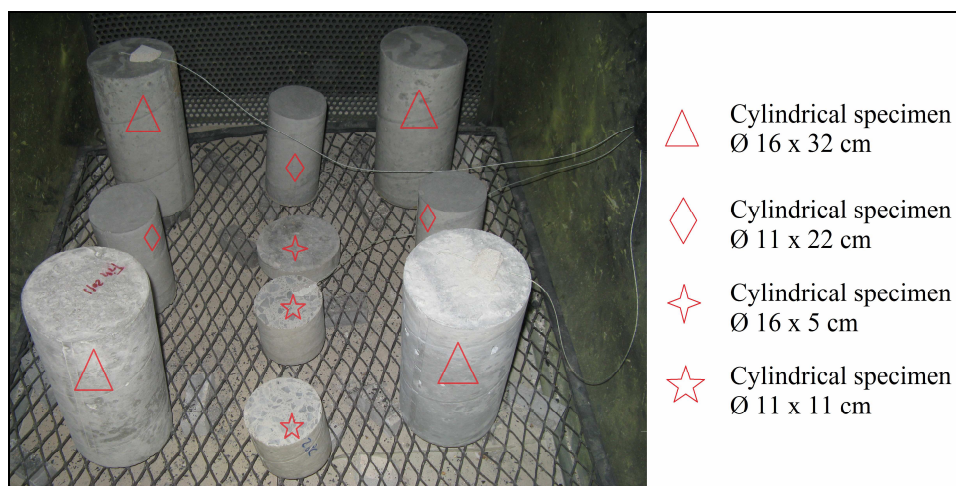


Figure 2.4 : Disposition des éprouvettes de béton dans le four.

4.2. Caractérisation du comportement du béton soumis à une température élevée

L'objectif de la campagne expérimentale est de caractériser le comportement du béton en fonction de la température de chauffage. Les propriétés étudiées sont : les propriétés mécaniques résiduelles (résistance en compression, module d'élasticité et résistance en traction), les propriétés thermiques résiduelles et à chaud (conductivité thermique, diffusivité thermique, chaleur spécifique), la perte de masse, la porosité à l'eau, l'évolution de l'interface granulat/matrice du béton ainsi que l'évolution de la fissuration. Le tableau 2.8 résume les différents essais réalisés ainsi que le nombre d'éprouvettes utilisées pour une mesure. Les éprouvettes $\text{\O} 16 \times 32$ cm sont destinées aux essais mécaniques, physiques, thermiques à chaud et à l'observation de la fissuration sur le béton pour chaque cycle de chauffage-refroidissement. Les éprouvettes $\text{\O} 11 \times 22$ cm sont réservées aux mesures de la traction résiduelle par fendage et des propriétés thermiques après refroidissement. De plus,

nous avons confectionné certaines éprouvettes de dimension \varnothing 16x32 cm au centre desquelles nous avons placé des thermocouples de type K afin de mesurer l'évolution de la température pour caractériser les gradients thermiques du béton pendant le traitement thermique.

Essais	Géométrie	Matériel expérimental	Quantité d'éprouvettes
Résistance à la compression	\varnothing 16x32 cm	Four électrique Presse hydraulique Extensomètre	4
Module d'élasticité	\varnothing 16x32 cm		Mesure en même temps avec les éprouvettes d'essais de compression
Résistance à la traction par fendage	\varnothing 11x22 cm		3
Différence de température (surface/coeur de l'éprouvette)	\varnothing 16x32 cm	Four électrique Centre d'acquisition	3
(Conductivité thermique, diffusivité thermique, chaleur spécifique) à chaud	\varnothing 16x4 cm	Four électrique Dispositif TPS	2
(Conductivité thermique, diffusivité thermique, chaleur spécifique) après refroidissement	\varnothing 11x11 cm		2
Perte de masse	\varnothing 16x32 cm	Four électrique Balance	Mesure en même temps avec les éprouvettes d'essais de compression
Porosimétrie à l'eau	Un quart d'éprouvette \varnothing 16x32 cm	Four électrique Dessiccateur sous vide Balance	3
Observation de l'évolution d'interface granulat/matrice de béton	\varnothing 16x5 cm	Four électrique Microscope	1
Evolution de la fissuration	\varnothing 16x5 cm	Four électrique	1

Tableau 2.8 : Présentation des essais réalisés pour chaque type de béton.

4.3. Caractérisation des granulats soumis à une température élevée

Nous avons également étudié l'évolution des propriétés des granulats en fonction de la température : description pétrographique des granulats (lame mince observée au microscope optique polarisant), observation des effets de la sollicitation thermique, suivi des propriétés physico-chimiques (perte de masse, porosité à l'eau, analyse thermogravimétrique (ATG) et absorption-désorption d'azote isotherme), identification des phases magnétiques, analyse de l'évolution de la composition minéralogique et des microstructures. A l'issue de chaque cycle de chauffage-refroidissement, nous prélevons une certaine quantité de granulats pour effectuer la caractérisation de leurs propriétés.

5. Procédures expérimentales

5.1. Etude de la microstructure des granulats en fonction de la sollicitation thermique

5.1.1. Microscopie optique

La caractérisation pétrographique des granulats est réalisée à l'aide d'un microscope pétrographique polarisant (figure 2.5) couramment utilisé en Géologie. Cet appareil utilise les propriétés optiques pour identifier les minéraux constitutifs des roches, et permet également la description de la texture du matériau.

Le principe de fonctionnement [Roub 1963] [Hebe 1998] repose sur l'utilisation d'un faisceau de lumière polarisée (par le polariseur). L'échantillon de roche à observer est préparé sous forme d'une fine tranche de 30 microns d'épaisseur collée sur une lame de verre. La lumière présente une double nature, à la fois particulaire (photons), mais également ondulatoire. Ces ondulations électro-magnétiques se font dans toutes les directions de l'espace (Lumière dite « naturelle »). Après être passée dans un polariseur, la lumière (Lumière Polarisée Non Analysée ou LPNA) n'est plus formée que par des ondes vibrant dans un seul plan. Il est possible de faire passer la lumière dans un deuxième filtre, l'analyseur, à nouveau seules les ondes vibrant dans un seul plan peuvent le traverser (Lumière Polarisée Analysée ou LPA). Or, les plans du polariseur et de l'analyseur sont perpendiculaires. En l'absence d'échantillon, la lumière traversant le polariseur ne conserve qu'un plan de vibration. Une fois polarisée ainsi, la lumière ne peut traverser l'analyseur. Sans lame mince, aucune lumière n'arrive à l'œil de l'observateur. On place une lame mince (section de minéral) entre polariseur et analyseur. La lumière polarisée traverse l'échantillon dans lequel elle est déviée. A partir de cette technologie (figure 2.5), nous pouvons identifier les compositions minéralogiques de granulats en utilisant le microscope optique polarisant Olympus BX 50 au laboratoire Géosciences et Environnement Cergy (GEC).

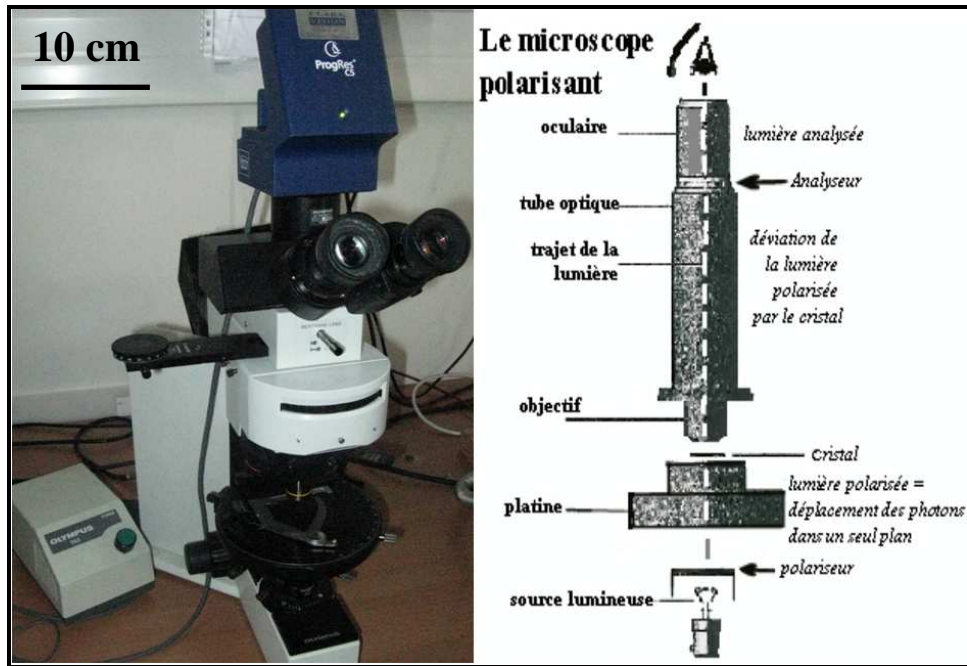


Figure 2.5 : Le microscope polarisant.

5.1.2. Mesure de la porosité à l'eau sous vide des granulats

La mesure de la porosité permet d'évaluer la dégradation de la microstructure du matériau provoquée par la température. Elle quantifie le volume de pores ouverts sans détermination de la distribution granulométrique des pores.

La porosité à l'eau des granulats a été mesurée selon les recommandations de la norme EN 1936. Quinze graviers de chaque type pétrographique du granulat sont prélevés après le cycle de chauffage-refroidissement. Une porosité moyenne est alors calculée pour chaque type de lithologie. La porosité globale d'un granulat d'une carrière donnée est obtenue en effectuant une moyenne pondérée par les proportions des différents types pétrographiques au sein de ces granulats.

Les échantillons des granulats chauffés sont conservés d'abord dans des sacs étanches, puis dans une étuve à une température de $70 \pm 5^\circ\text{C}$ jusqu'à masse constante avant mesure. L'échantillon est considéré sec lorsque l'écart entre deux mesures successives de masse espacées de 24 heures est de l'ordre de 0.01 g. Lorsque les échantillons sont entièrement secs, ils sont immergés dans l'eau. Pour avoir une bonne saturation de l'échantillon, les échantillons sont placés dans une cloche en verre hermétique dans laquelle on impose une pression de 90 mbars à l'aide d'une pompe à vide (figure 2.6). L'échantillon est maintenu une nuit (environ 15 heures) dans cet état. L'eau est ensuite progressivement introduite jusqu'à ce que l'échantillon soit immergé sur environ 20 mm de sa

hauteur. Cette opération a pour but d'emprisonner le minimum d'air dans les pores du granulat lors de l'immersion de l'échantillon. La pression dans la cloche est maintenue pendant 24 heures durant lesquelles l'eau est censée remplir tout le réseau poreux du matériau. Suite à cette période, l'échantillon est considéré saturé en eau et pesé dans l'eau avec une balance hydrostatique. Une fois cette mesure effectuée, les échantillons en état saturé sont aussi pesés après avoir été essuyés avec un chiffon mouillé pour enlever le film d'eau superficiel.



Figure 2.6 : Dispositif de mesure de porosité, a) la cloche en verre hermétique, à gauche ; b) la balance électronique, à droite.

La porosité est calculée par l'équation suivante pour chaque échantillon :

$$\phi_{granulat} = \frac{m_{sat-granulat} - m_{sec-granulat}}{m_{sat-granulat} - m_{sat-granulat}^{imm}} \quad \text{éq. 2-2}$$

Où $m_{sat-granulat}$ et $m_{sat-granulat}^{imm}$ sont la masse d'un échantillon saturé mesurée dans l'air et dans l'eau respectivement. $m_{sec-granulat}$ est la masse sèche obtenue après séchage à l'étuve à $70 \pm 5^\circ\text{C}$.

5.1.3. Observation au microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'observation de la matière utilisant un faisceau d'électrons après avoir mis sous vide l'échantillon. Les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon et sont diffusés de manière élastique et inélastique, la forme influencée prenant celle d'une poire. Certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique. Ce sont les électrons «rétrodiffusés». Ils traversent une épaisseur importante de matière de l'ordre de 450 nm avant de

ressortir. Au cours de la rencontre avec la matière, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron «secondaire». L'énergie des électrons secondaires étant faible (quelques électron-volts), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière.

Une étude comparative de la microstructure des granulats de silex et quartzite avant et après chauffage a été réalisée à l'aide de cette microscopie électronique à balayage (figure 2.7a). L'appareil utilisé est un modèle LEICA S430i avec une tension d'accélération de faisceau de 15 KEV à 20 KEV et un courant de sonde de 150 PA à 250 PA afin de bien détecter l'image d'observation. Les échantillons de granulat après traitement thermique sont séchés à 40°C et métallisés à l'or. Les observations ont été effectuées sur des cassures fraîches des granulats et des lames minces (figure 2.7b) métallisées en électrons «secondaires» présentant la topographie de l'échantillon et en électrons «rétrodiffusés» présentant une micrographie de l'échantillon par contraste chimique.



Figure 2.7 : (a) Microscopie électronique à balayage (MEB) LEICA S430i du L2MGC, à gauche, (b) Silex et lames minces métallisés à observer sous MEB, à droite.

5.1.4. Mesure de la porosité par adsorption de gaz

La technique d'adsorption et désorption d'azote à basse température est utilisée pour accéder aux volumes poreux ouverts de petites dimensions, les surfaces spécifiques et la distribution des mesopores. Ceux-ci fournissent des informations intéressantes à l'échelle nanométrique montrant les évolutions des volumes poreux après le traitement thermique. Ces essais ont été menés sur les silex pour comprendre l'origine de leur instabilité thermique.

La caractérisation des granulats de silex est faite par adsorption d'azote à 77 K sur un appareil de mesure automatique d'adsorption BELSORP-mini du laboratoire GEC (figure 2.8) en utilisant la méthode volumétrique. Les granulats sont séchés ou conservés dans une étuve à 60°C pendant une semaine pour enlever l'eau adsorbée à la surface des particules avant les mesures. Ces granulats sont soumis à un cycle de chauffage-refroidissement de 600°C avant la mesure de leur volume poreux. Ils sont ensuite dégazés à 423 K sous vide dans un petit tube en verre pendant au moins 30 minutes.

La surface de Brunauer-Emmett-Teller (BET) [Brun 1938] est calculée à partir des données d'adsorption d'azote dans la zone de pression relative de 0.05 à 0.25. La section de la molécule d'azote a été assumé à 16.2 Å². Le volume total des pores a été estimée à partir de la quantité d'azote adsorbé à une pression relative de 0,98. La détermination de la distribution de la taille mésoporeux a été effectuée à partir de la branche d'adsorption des isothermes en utilisant le méthode de Barret Joyner Halenda (BJH) [Barr 1951] .

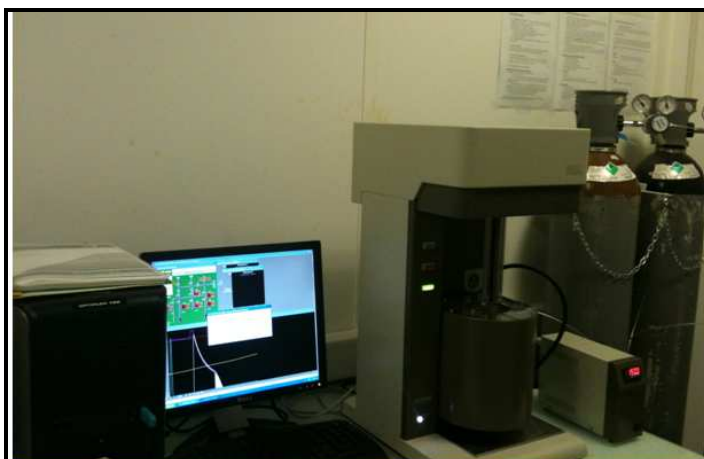


Figure 2.8 : Appareil d'adsorption BELSORP-mini du laboratoire GEC de l'Université de Cergy-Pontoise.

5.2. Modification de la composition chimique et de la minéralogie des granulats en fonction des sollicitations thermiques.

5.2.1. Mesure de la perte de masse des granulats

La mesure de perte de masse est un indicateur important des dégradations subies par le matériau en fonction du traitement thermique. Elle permet de déterminer l'évolution du poids des matériaux par la différence entre la masse avant et après chaque cycle de chauffage-refroidissement. Cette perte de

masse provient en grande partie du départ d'eau du granulat à cause de l'élévation de la température.

La masse après chauffage est mesurée immédiatement après le refroidissement de manière à éviter toute réhydratation lors de la conservation à l'air ambiant. Cette perte de masse mesurée à la fin du cycle de chauffage-refroidissement permet de quantifier la matière perdue pendant le cycle thermique.

Les pertes de masse des granulats sont mesurées à l'aide d'une balance d'une capacité de 620g avec une précision de 0.001g. Elles sont déterminées par une moyenne correspondant aux pertes mesurées sur huit grains de même pétrographie. La perte de masse exprimée en pourcentage massique est obtenue de la façon suivante :

$$m_i = \frac{m_{ai} - m_{Ti}}{m_{ai}} \times 100\% \quad \text{éq. 2-3}$$

Avec m_i désignant la perte de masse en %, m_{ai} la masse de l'échantillon à la température ambiante avant le chauffage et m_{Ti} la masse de l'échantillon refroidi après le cycle de chauffage-refroidissement T_i .

5.2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG) des granulats

L'analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse qui permet de déterminer des changements de phase via la variation de masse en mode transitoire lors du chauffage d'un matériau. Les analyses thermogravimétriques dans cette étude sont effectuées sous argon à l'aide d'un appareil de TA Instrument TGA Q50 du laboratoire de physicochimie des polymères et des interfaces de l'Université de Cergy-Pontoise (LPPI). Les échantillons de granulat sont broyés en poudre fine (grains de diamètre environ 100 μ m) à l'aide d'un vibro-broyeur à disque automatique type RS200 de chez Retsch. Ils sont ensuite conservés dans des sachets plastiques hermétiques jusqu'à l'analyse. Une masse de 60 mg environ est placée dans la nacelle du dispositif et pesée avec précision pendant les essais. La vitesse de chauffage pour chaque échantillon est de 10°C/min depuis la température ambiante jusqu'à 800°C.

5.2.3. Mesures par la diffraction de rayons X (DRX)

Cette technique fournit des informations sur la structure cristalline des matériaux et permet ainsi de la caractériser. Comme les granulats testés peuvent subir des modifications au cours des cycles de chauffage [Khou 2005] [Mind 2009], nous avons utilisé cette technique de diffraction de rayons X [Rous 2000] (radiation Cu Ka) pour identifier les différentes phases cristallines dans les granulats avant et après les traitements thermiques.

Les corps cristallins peuvent être considérés comme des assemblages de plans atomiques plus ou moins denses. Ces plans atomiques sont des plans réticulaires et les distances caractéristiques qui les séparent sont appelées distances interréticulaires. Lorsqu'un matériau cristallin est irradié par un faisceau parallèle de rayons X monochromatiques, les plans atomiques qui le composent agissent comme un réseau à trois dimensions. Le faisceau de rayons X est alors diffracté suivant des angles spécifiques liés aux distances interréticulaires suivant la loi de Bragg (l'équation 2-4). Elle peut être présentée aussi dans la figure 2.9.

$$\sin \theta = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot d_{hkl}} \quad \text{éq. 2-4}$$

Où λ est la longueur d'onde du faisceau de rayons X, d est la distance inter-réticulaire, θ est l'angle d'incidence des rayons X et n est l'ordre de diffraction.

Grâce à un détecteur, on peut collecter les rayons X diffractés lors du balayage angulaire de la surface irradiée de l'échantillon. L'enregistrement du signal fournit le diagramme de diffraction (ou diffractogramme) de l'échantillon étudié. En mesurant les angles correspondant aux pics de diffraction, on peut déterminer, grâce à la loi de Bragg, les distances inter-réticulaires des familles de plans cristallins composant les phases présentes dans l'échantillon. De cette façon, on peut remonter jusqu'à la structure cristallographique des matériaux.

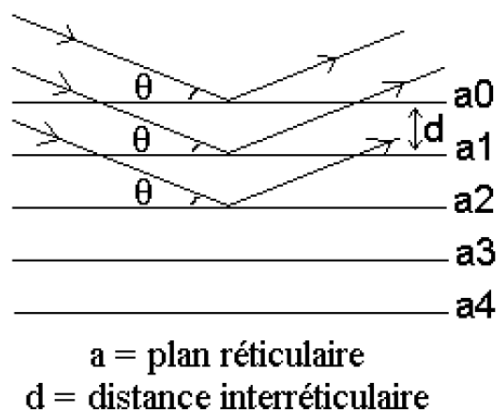


Figure 2.9 : Principe de la loi de Bragg.

Dans cette étude, les échantillons préparés dans les mêmes conditions que pour l'ATG sont analysés avec un appareil DRX Philips (qui est constitué de plusieurs organes dont le générateur électrique PW 1130/00, le tube anode Cuivre PW22 13/20, le transformateur PW 4621, le goniomètre PW 1050/30, un système de pilotage XDifra) et une anticathode de cuivre (conditions de travail : 20 mA et 40kV ; longueur d'onde : 1.54 Å). Les poudres d'échantillons sont étalées sur un porte-échantillon métallique qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique) pendant l'acquisition du diagramme de diffraction. Un faisceau de rayons X monochromatiques bombarde les poudres d'échantillons. Le rayonnement émis est filtré ensuite par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Les diagrammes présentés dans notre étude ont été collectés sur un intervalle angulaire compris entre 6 et 66°, et entre 64 et 70° avec un temps d'acquisition de 1.5 s par point. Le pas d'acquisition choisi est de 0,025° pour la collection 2θ entre 6 et 66° et de 0,0025° pour la collection 2θ entre 64 et 70°.

5.2.4. Identification des phases magnétiques des silex

Schindler [Schi 1982] explique que le phénomène d'écaillage du jaspe de Bald Eagle (Pennsylvania, U.S.A.) est dû aux faibles quantités de goethite dispersées dans le jaspe. La goethite se transforme en hématite pendant le chauffage ($2\alpha\text{FeOOH} \rightarrow \alpha\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$) dans les canaux le long desquels les fractures se propagent. La température minimale de début de la déshydratation de la goethite est de 250°C [Joue 1980] [Dunl 1997] avec une perte en eau de 11% [Joue 1980]. La goethite se transforme complètement en hématite à 400°C [Dunl 1997]. Le départ d'eau provoque des pertes de masse non négligeables. Cette transformation de la goethite peut être une raison de l'éclatement du

silex. Le jaspe et le silex étant constitués de quartz microcristallin, nous avons voulu vérifier par une série de méthodes magnétiques si la goethite était présente dans nos silex.

Il y a en fait plusieurs méthodes d'identification des minéraux magnétiques possibles comme la désaimantation 3-axes, les courbes thermomagnétiques et les cycles d'hystérésis. Nous avons effectué les essais au laboratoire GEC de l'Université de Cergy-Pontoise selon la méthode de la désaimantation 3-axes (Figure 2.10). Cette méthode, mise au point par Lowrie (1990), a l'avantage de baser la reconnaissance des minéraux magnétiques à la fois sur leur température de déblocage et sur leur coercivité. On soumet l'échantillon à 3 champs différents dans 3 directions orthogonales. Le premier champ doit être suffisant pour saturer tous les minéraux magnétiques. Dans cette étude, il a été pris égal à 1.2 T, champ maximal généré par notre matériel. L'ensemble des minéraux ferromagnétiques acquiert alors une aimantation rémanente isotherme dans cette direction. Le second champ est ensuite appliqué perpendiculairement au premier et doit être suffisant pour saturer la magnétite mais pas les minéraux de forte coercivité comme la goethite, l'hématite ou la pyrrhotite (0.5 T). Le troisième champ (0.1T), dans la dernière direction, va remobiliser le moment magnétique des matériaux de faible coercivité. L'ensemble est enfin désaimanté thermiquement. L'aimantation est mesurée sur chacun des axes à chaque étape de chauffe afin de déterminer le spectre de température de déblocage sur chacune des composantes. Les étapes de chauffe dans cette partie sont : température ambiante, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 750°C. Les courbes de désaimantation thermique (stepwise thermal demagnetization IRM curve en anglais) sont ensuite tracées.

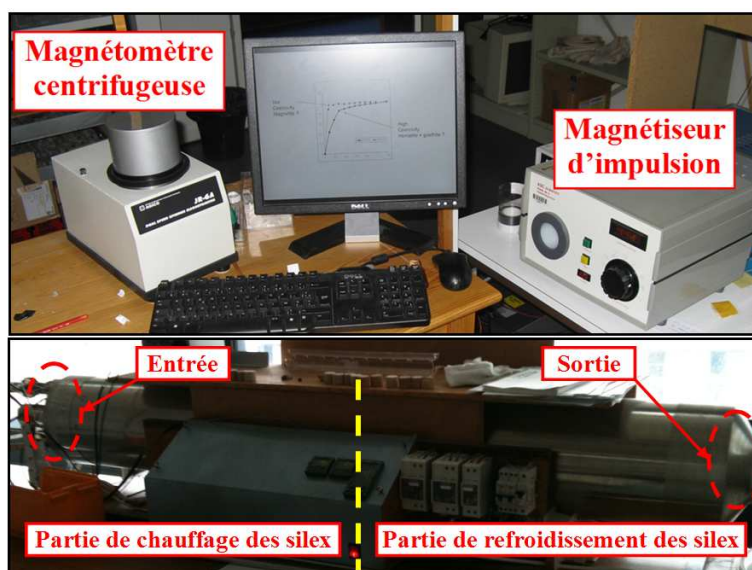


Figure 2.10 : Appareil détecteur de magnétisme du laboratoire GEC de l'Université de Cergy-Pontoise, (a) magnétomètre et magnétiseur, en haut, (b) four de désaimantation, en bas.

5.3. Mesures des propriétés mécaniques du béton soumis à une température élevée

A l'âge de 90 jours, les éprouvettes de béton subissent des cycles de chauffage/refroidissement dans le four électrique et sont conditionnées avant la réalisation des essais mécaniques comme la compression uniaxiale et la traction par fendage. L'évolution des propriétés mécaniques résiduelles du béton est analysée. Ces essais ont tous été effectués sur une presse hydraulique INSTRON de 3000 kN assistée par un ordinateur (figure 2.11a) au L2MGC.

5.3.1. Essais de compression uniaxiale

Après chaque cycle de traitement thermique, pour chacune des formulations, quatre éprouvettes de \varnothing 16x32 cm sont surfacées à l'aide d'un matériau à base de soufre de haute performance. Une fois les éprouvettes surfacées, il faut attendre au moins 2 heures pour réaliser l'essai mécanique. Ce délai est nécessaire au durcissement du soufre. Puisqu'une recommandation de la RILEM stipule que les essais doivent être réalisés dans les deux heures suivant la sortie des éprouvettes du four pour éviter la rehydratation, les éprouvettes sont ré-emballées dans des sacs plastiques étanches pour limiter au maximum les échanges hydriques entre l'éprouvette et l'air ambiant.

5.3.1.1. Mesure du module d'Young

Une des quatre éprouvettes cylindriques \varnothing 16x32 cm subit un essai destructif visant à déterminer la résistance en compression selon la norme EN 12390-3. Cette valeur de la résistance en compression permet de quantifier l'effort à appliquer sur les éprouvettes pour la détermination du module d'élasticité. La mesure du module d'élasticité est ensuite effectuée sur les éprouvettes \varnothing 16x32 cm restantes. Un bâti d'extensomètre en aluminium composé de deux couronnes disjointes se fixant à l'éprouvette grâce à six vis pointeaux (figure 2.11b) a été utilisé. Les deux couronnes distantes de 16 cm permettent de mesurer le déplacement relatif lors de l'essai à l'aide des trois capteurs de déplacement de type LVDT situés sur des génératrices espacées de 120° via une chaîne d'acquisition. Ces trois capteurs ont une course de 2 mm et une précision de 1 μm .

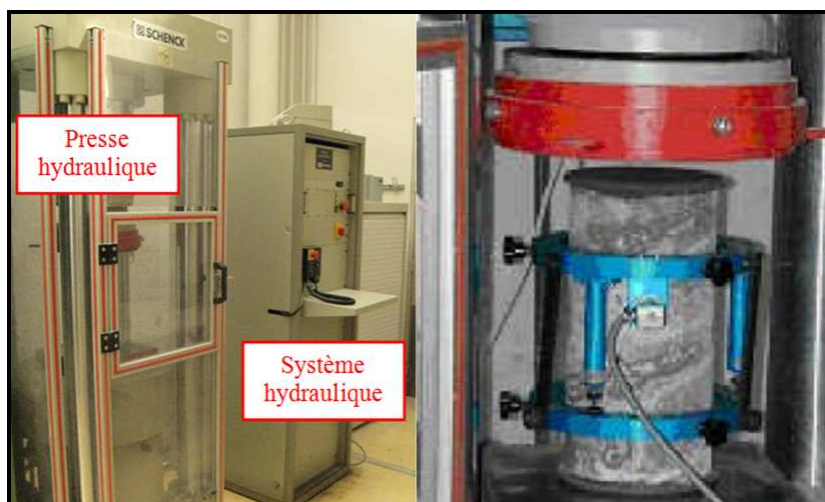


Figure 2.11 : Dispositif de mesure des propriétés mécaniques, a) presse hydraulique, à gauche ; b) extensomètre pour mesurer le module d'élasticité, à droite.

La procédure recommandée par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) pour déterminer le module d'élasticité du béton a été suivie [Torr 1999]. Les éprouvettes subissent 3 cycles de chargement-déchargement entre $0.05 f_c$ et le tiers de la résistance en compression du béton déterminée préalablement. La vitesse de montée et descente de contrainte est de 0.5 MPa/s . Le module d'élasticité est déterminé finalement par la moyenne des modules sécants des 2^{ème} et 3^{ème} cycles de chargement, afin d'écarter les mesures affectées par des déformations plastiques du 1^{er} cycle de chargement. Trois essais ont été réalisés pour chaque type de béton pour chaque température fixée.

5.3.1.2. Mesure de la résistance à la rupture

Après la mesure du module d'élasticité, l'extensomètre est enlevé et l'éprouvette est placée sur la presse et chargée mécaniquement à une vitesse de 0.5 MPa/s pour obtenir la résistance à la rupture en compression. Quatre essais ont été réalisés pour chaque type de béton et pour chaque température fixée.

5.3.2. Essais de traction par fendage

Nous avons retenu l'essai de traction par fendage, appelé également essai Brésilien, par souci d'homogénéité de forme des éprouvettes, pour déterminer la résistance en traction des bétons (figure 2.12).

Les conditions de préparation et de conservation des éprouvettes destinées à l'essai de traction par fendage à la sortie du four sont les mêmes que celles citées précédemment. La norme EN 12390-6 est respectée pour caractériser la résistance en traction par fendage. Nous utilisons deux baguettes en bois sur les deux génératrices bordant le plan médian parce que l'effort de compression appliqué sur l'éprouvette est ainsi mieux réparti. Cet essai est réalisé sur 3 éprouvettes cylindriques $\varnothing 11 \times 22$ cm pour chaque cycle de chauffage-refroidissement. La formule permettant d'obtenir la contrainte de rupture en traction par fendage est la suivante :

$$f_t = \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot \phi \cdot L} \quad \text{éq. 2-5}$$

Où P est la charge maximale appliquée par la presse sur l'éprouvette cylindrique, \varnothing est le diamètre du cylindre et L est la longueur du cylindre.

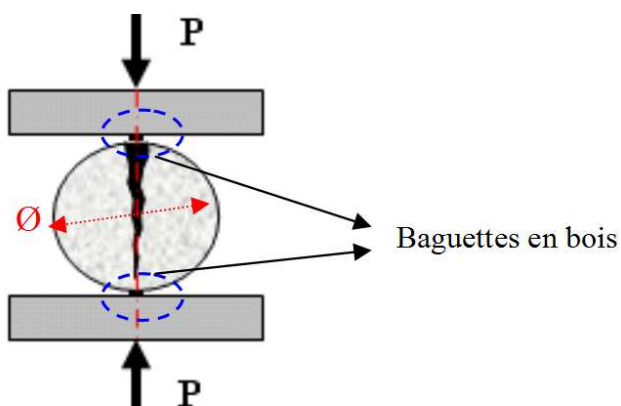


Figure 2.12 : Schéma de l'essai de traction par fendage.

5.4. Mesures des propriétés physiques et thermiques de béton soumis à une température élevée

5.4.1. Mesure de la perte de masse du béton

La mesure de perte de masse des bétons est effectuée dans les mêmes conditions que celle des granulats. Nous utilisons la même équation (éq. 2-3) pour déterminer la perte de masse des bétons.

Comme les éprouvettes de béton peuvent présenter des variations de masse dues au ressuage, à la dessiccation ou à l'absorption d'eau, auxquelles s'ajoutent les éventuels accidents de la fabrication au traitement thermique qui peuvent induire des erreurs de mesure, nous avons pesé les éprouvettes à différents temps pour s'assurer de l'état d'humidité du béton. Les éprouvettes de béton sont donc pesées à l'issue du coulage, au démoulage, avant puis après le traitement thermique dès la sortie du

four. Au cours du chauffage, certaines éprouvettes ont été endommagées par des phénomènes d'écaillage et/ou d'éclatement. Seules les éprouvettes sans désordre apparent sont utilisées pour dresser le bilan des pertes de masse.

La perte de masse est mesurée sur les différentes éprouvettes cylindriques Ø 16x32 cm à l'aide d'une balance de capacité de 30 kg et d'une précision de 0.5 g. A l'issue de ces mesures, des renseignements intéressants sur la quantité d'eau réellement perdue par le béton lors du chauffage-refroidissement sont obtenus.

5.4.2. Mesure de la porosité et de la masse volumique du béton

Nous avons utilisé les recommandations de l'AFREM [Afre 1997] pour mesurer la porosité à l'eau et la masse volumique du béton, soit la même méthode que celle utilisée pour la mesure de porosité à l'eau des granulats sous vide. Les éprouvettes de béton ont la taille de ¼ d'un cylindre de diamètre 16 cm et de hauteur 5 cm prédécoupés (figure 2.13) dans des éprouvettes cylindriques de hauteur 32 cm utilisées habituellement dans cette étude pour les essais mécaniques. Trois éprouvettes au minimum sont mesurées pour chacune de nos formulations de béton et pour chaque cycle de chauffage-refroidissement.



Figure 2.13 : un quart de cylindre Ø 16 cm x 5 cm.

Les déterminations de la porosité et la densité apparente du béton sont réalisées à l'aide des équations suivantes :

$$\phi_{\text{beton}} = \frac{m_{\text{sat-beton}} - m_{\text{sec-beton}}}{m_{\text{sat-beton}} - m_{\text{sat-beton}}^{\text{imm}}} \quad \text{éq. 2-6}$$

$$\rho_{app-beton} = \frac{m_{sec-beton}}{m_{sat-beton} - m_{sat-beton}^{imm}} \quad \text{éq. 2-7}$$

Où $m_{sat-beton}$ et $m_{sat-beton}^{imm}$ sont la masse saturée d'une éprouvette mesurée dans l'air et dans l'eau respectivement, $m_{sec-beton}$ est la masse sèche obtenue après séchage à l'étuve à la température 80°C.

Les éprouvettes de béton chauffées sont conservées dans les mêmes conditions que celles réalisées pour la mesure de porosité des granulats chauffés c'est-à-dire dans une étuve à 80°C jusqu'à masse constante. L'éprouvette est considérée comme sèche lorsque l'écart entre deux mesures successives de masse espacées de 24 heures est de l'ordre de la précision de la balance utilisée (0.01 g pour le béton). Lorsque les échantillons sont entièrement secs, les porosités des bétons après traitement thermique sont mesurées suivant les mêmes dispositifs et méthodes que pour les granulats. Les porosités sont mesurées pour tous les cycles jusqu'à 600°C. Au delà, l'échantillon trop friable ne permet pas de réaliser de mesures suffisamment précises.

5.4.3. Mesures des propriétés thermiques des bétons

5.4.3.1. Gradient thermique entre la surface et le coeur de l'éprouvette de béton

Deux thermocouples (type K.SV/SV.2×0.07mm²) ont été placées à l'intérieur des éprouvettes (figure 2.14a) afin de déterminer les évolutions de gradient thermique dans les bétons pendant les cycles de chauffage. Un thermocouple est noyé au centre de l'éprouvette pendant le coulage du béton. Le second est posé à la surface de l'éprouvette avant le cycle de chauffage à l'aide d'un petit bout de mortier (figure 2.14b). La différence de température entre la surface et le coeur de l'éprouvette de béton et l'évolution du gradient thermique des bétons sont ainsi suivies.

La température est mesurée à intervalles de temps réguliers pendant le cycle de chauffage-refroidissement sur des éprouvettes cylindriques de dimension Ø 16x32 cm et est enregistrée par la centrale d'acquisition (figure 2.3 b).

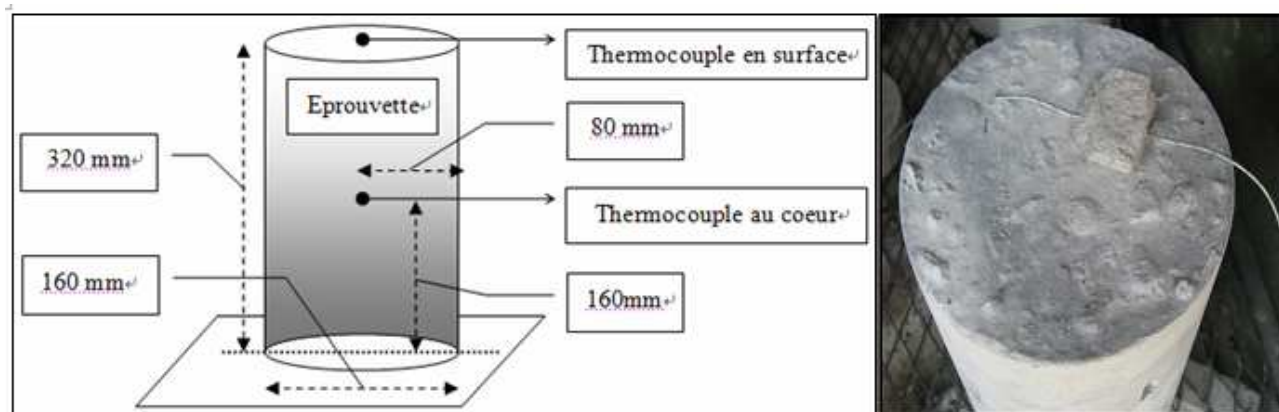


Figure 2.14 : Epreuve de béton avec des thermocouples, (a) position des thermocouples dans une épreuve de béton, (b) position d'un thermocouple en surface de béton.

5.4.3.2. Evolution des indicateurs des propriétés thermiques des bétons par Hotdisk

La connaissance des propriétés thermiques des bétons est primordiale dans l'étude du comportement à haute température de ces derniers. Elle permet en particulier d'alimenter les modèles de comportement thermique et de simuler correctement le champ de température se développant dans un élément en béton sous n'importe quel type de chauffage. Les propriétés gouvernant le transfert de chaleur sont la conductivité thermique (λ) et la chaleur spécifique (C). Nous avons utilisé dans cette étude le dispositif de Hotdisk TPS 1500 de Thermoconcept (figure 2.15a) pour déterminer les caractéristiques thermiques fonctionnant sur les principes de la méthode TPS (source plane transitoire). Ce procédé a été développé à l'université de Chalmers par Gustafsson [Gust 1995]. Ce dispositif consiste en une centrale d'acquisition des données, des sondes de mica ou kapton, un petit four de 5 litres pouvant atteindre les 1200°C avec mesure possible à 700°C maximum et un ordinateur.

Une sonde de Hotdisk est constituée d'une très fine spirale en nickel (épaisseur 10 μm) recouverte de deux fines couches de matériau électriquement isolant. Les deux échantillons de béton à tester sont symétriques (de dimension $\varnothing 11 \times 11$ cm ou $\varnothing 16 \times 4$ cm). Ils sont préparés de façon à obtenir des faces parallèles suffisamment planes pour obtenir une bonne surface de contact au niveau du disque (lame d'air la plus fine possible) (figure 2.15b). Si la température d'essai est inférieure à 450 K, la spirale est isolée par du kapton (film de polymère) et si la température d'essai est comprise entre 450 K à 1000 K, la spirale est isolée par du mica (minéral) (figure 2.15c). La sonde agit à la fois en émetteur de chaleur et en sonde de température. La mesure débute lorsqu'un créneau de courant est appliqué à la sonde. Sous l'effet de ce courant, la température de la sonde augmente et la chaleur ainsi engendrée commence à diffuser au sein du matériau à tester. La résistance électrique de la sonde est

enregistrée en continu et convertie en température par un logiciel. L'augmentation de la température dans le disque avec le temps dépendant des propriétés thermiques du matériau entre lequel il est placé, celles-ci peuvent être déduites par analyse inverse [He 2005]. La conductivité thermique, la diffusivité thermique sont ainsi déterminées grâce à un logiciel fourni par le constructeur. La chaleur spécifique volumique est ensuite déterminée par calcul. Ainsi, si le matériau a de bonnes propriétés isolantes (faible diffusivité thermique), la température dans le disque augmente rapidement sous l'application d'un créneau de courant électrique. A contrario, si le matériau est un bon conducteur thermique (diffusivité thermique élevée), l'augmentation de la température dans le disque sera moindre sous l'effet de la même sollicitation électrique.



Figure 2.15 : Mesures des propriétés thermiques des bétons après le cycle de chauffage-refroidissement, a) le dispositif du Hot-Disk, à gauche ; b) disposition de sonde, au centre ; c) la sonde de kapton en bas et la sonde de mica en haut, à droite.

Deux séries d'essai ont été effectuées pour mesurer les propriétés thermiques des bétons : une série d'essais sur les éprouvettes chauffées et refroidies en utilisant la sonde kapton, et une série d'essais sur des éprouvettes au cours du chauffage dans un petit four, en utilisant la sonde mica.

Dans la série de mesures à froid, les propriétés thermiques des éprouvettes à température ambiante, 300°C, 600°C et 750°C ont été déterminées. Pour la température dite « température ambiante », l'éprouvette est préséchée dans une étuve à 80°C afin d'avoir un état initial identique pour toutes les formulations de béton. Le refroidissement de 80°C à la température ambiante est effectué dans un sac étanche. Chaque valeur est obtenue par une moyenne sur cinq mesures réalisées en déplaçant la sonde à la surface de l'échantillon à chaque mesure. Les 5 mesures sont effectuées à une heure d'intervalle chacune de façon à ce que l'analyse du champ de température ne soit pas perturbé par la mesure précédente.

Dans la série de mesures à chaud, les propriétés thermiques de l'éprouvette sont mesurées à température ambiante, 150°C, 225°C et 300°C. La plage de température (20-300°C) est plus petite par rapport à la mesure à froid à cause de la limite de température de réutilisation de la sonde mica. La mesure sur le béton à 150, 225 et 300°C est réalisée sur la même éprouvette utilisée pour la température ambiante selon le mode opératoire suivant :

1. Mise en place des éprouvettes avec une sonde isolée de mica dans un four électrique,
2. Chauffage piloté par le logiciel par défaut à une vitesse moyenne d'environ 2°C/min jusqu'à la température de mesure,
3. Maintien de la température de mesure durant un palier jugé suffisamment long (15 heures dans notre étude) pour garantir l'homogénéité thermo-hydrrique de l'échantillon, 1^{ère} mesure des propriétés thermiques à chaud (température maintenue), deux autres mesures sont effectuées en respectant un intervalle entre elles d'une heure, ceci afin d'éviter que la chaleur engendrée par le passage du courant dans le disque ne perturbe le champ thermique dans l'éprouvette,
4. Chauffage continu piloté par le logiciel par défaut à une vitesse moyenne d'environ 2°C/min jusqu'à la température de mesure suivante, et ainsi de suite.

Références :

- NF EN 1097-6 :** Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats, Partie 6, Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau, CEN, 2001.
- EN 12390-3 :** Essai pour béton durci, Partie 3, Résistance à la compression des éprouvettes, CEN, 2003.
- EN 12390-6 :** Essai pour béton durci, Partie 6, Résistance en traction par fendage des éprouvettes, CEN, 2001.
- RILEM TC-129 :** Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures, Rilem publications SARL, 2004.
- [Afre 1997]** AFPC-AFREM, Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM Durabilité des bétons. Laboratoire Matériaux de Durabilité des Constructions, Institut national des sciences appliquées, Université Paul Sabatier, Toulouse, Décembre 1997.
- [Barr 1951]** E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Halenda, The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I. Computations from nitrogen isotherms, *J.Amer.Chem.Soc.*, 73 (1951) 373-380.
- [Brun 1938]** S. Brunauer, P.H. Emmett, E. Teller, *J. Am. Chem. Soc.*, 60 (1938) 309-319.
- [Dreu 2002]** G. Dreux, J. Festa, Nouveau guide du béton et de ses constituants, huitième édition, Edition Eyrolles, 2002.
- [Dunl 1997]** D. Dunlop, Ö. Özdemir, *Rock magnetism: fundamentals and frontiers*, Cambridge University Press, Cambridge, 1997.
- [Dupa 2000]** R. Dupain, R. Lanchon, J-C. Saint-Arroman, *Granulats, Sols, Ciments et Bétons, Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais de laboratoire*, 2^e édition, Casteilla, Paris, 2000.
- [Gust 1995]** S.E. Gustafsson, T. Log, Transient plane source technique for measuring thermal transport properties of building materials, *Fire and Materials*, 19 (1995) 43-49.
- [He 2005]** Y. He, Rapid thermal conductivity measurement with a hot disk sensor-part 1: theoretical considerations, *Thermochimica Acta*, 436 (2005) 122-129.

- [Hebe 1998]** R. Hébert, Guide de pétrologie descriptive - utilisation du microscope optique polarisant et applications aux roches magmatiques, Fernand Nathan, 1998.
- [Joue 1980]** C.A. Jouenne, Traité de céramiques et matériaux minéraux, Septima, Paris, 1980.
- [Khou 2005]** G.A. Khoury, Effect of heat on concrete material, Imperial college report, p.73, 1995.
- [Mind 2009]** J-C. Mindeguia, Contribution expérimentale à la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons, Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2009.
- [Roub 1963]** M. Roubault, Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant, Lamare-Poinat, 365 pages, 1963.
- [Rous 2000]** J-J. Rousseau, Cristallographie géométrique et radiocristallographie, Editeur Dunod, 3^{ème} édition, 2000.
- [Schi 1982]** D.L. Schindler, J.W. Hatch, C.A. Hay, R.C. Bradt, Aboriginal thermal alteration of a central Pennsylvania jasper: analytical and behavioural implications, American antiquity, 47 (1982) 526-544.
- [Torr 1999]** J.M. Torrenti, P. Dentec, C. Boulay, J.F. Sembla, Projet de processus d'essai pour la détermination du module de déformation longitudinale de béton, Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées, 220 (1999) 79-81.

CHAPITRE 3 :
COMPORTEMENT DES GRANULATS A HAUTE TEMPERATURE :
ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET
MINERALOGIQUE

Ce chapitre porte sur l'étude de l'influence de la composition chimique et minéralogique des granulats sur leur comportement à haute température. Les granulats étudiés sont ceux présentés au chapitre 2. Trois natures minéralogiques de granulats sont testées : les granulats siliceux constitués de quartzite, les granulats calcaires et les granulats silico-calcaires constitués majoritairement de silex. Pour chaque nature de granulat, nous avons observé macroscopiquement l'effet des sollicitations thermiques. Les modifications de leur composition chimique et minéralogique en fonction des sollicitations thermiques sont prises en compte en effectuant des essais de perte de masse, des analyses thermogravimétriques, des analyses en spectroscopie infrarouge, des analyses par diffraction aux rayons X et une identification des phases magnétiques. A partir des mesures des propriétés thermiques du béton et de la matrice de mortier par le dispositif de Hot-disk, nous avons calculé les propriétés thermiques des granulats. L'évolution de la microstructure des granulats en fonction de la sollicitation thermique est également étudiée à partir de l'évolution de porosimétrie à l'eau sous vide, la caractérisation de la porosité par sorption isotherme d'azote et des observations en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage. Ces travaux apportent une connaissance approfondie des modifications induites sur les granulats par les cycles thermiques jusqu'à 750°C.

1. Observations macroscopiques des effets des sollicitations thermiques des granulats

Les granulats peuvent provoquer des endommagements importants dans le béton à cause des variations de volume importantes ou permanentes qu'il subit pendant les cycles de chauffage. La détérioration du béton peut prendre l'aspect d'un écaillage localisé ou, à l'extrême, d'une fissuration généralisée et d'une désintégration sur une profondeur considérable. La détérioration occasionnée peut donc créer de simples défauts esthétiques jusqu'à mettre en danger la stabilité structurale de l'ouvrage. Afin de compléter les connaissances sur le comportement de bétons sous sollicitation thermique, nous devons appréhender l'effet de la température sur les granulats.

Nous avons donc observé macroscopiquement les effets des sollicitations thermiques sur nos différents types de granulats au cours de cinq cycles de chauffage (150°C, 300°C, 450°C, 600°C et 750°C). Cette étude permet d'appréhender la stabilité thermique des granulats et l'importance du rôle de l'eau contenue dans les granulats au cours du traitement thermique en étudiant comparativement le comportement des granulats saturés et préséchés.

Les granulats sont triés par type lithologique et posés sur une plaque métallique puis placés dans un four électrique. Des thermocouples (type K) sont coincés sur les surfaces de certains granulats pendant le chauffage pour suivre l'évolution de la température au niveau de ces granulats et éviter les artefacts de mesure dus au transfert de chaleur entre la plaque métallique et les granulats (figure 3.1.a). La figure 3.1.b montre les courbes de chauffage réel enregistrées par les thermocouples et les courbes de chauffage théorique (programmation du four). Ces 2 courbes montrent une bonne coïncidence (figure 3.1.b).

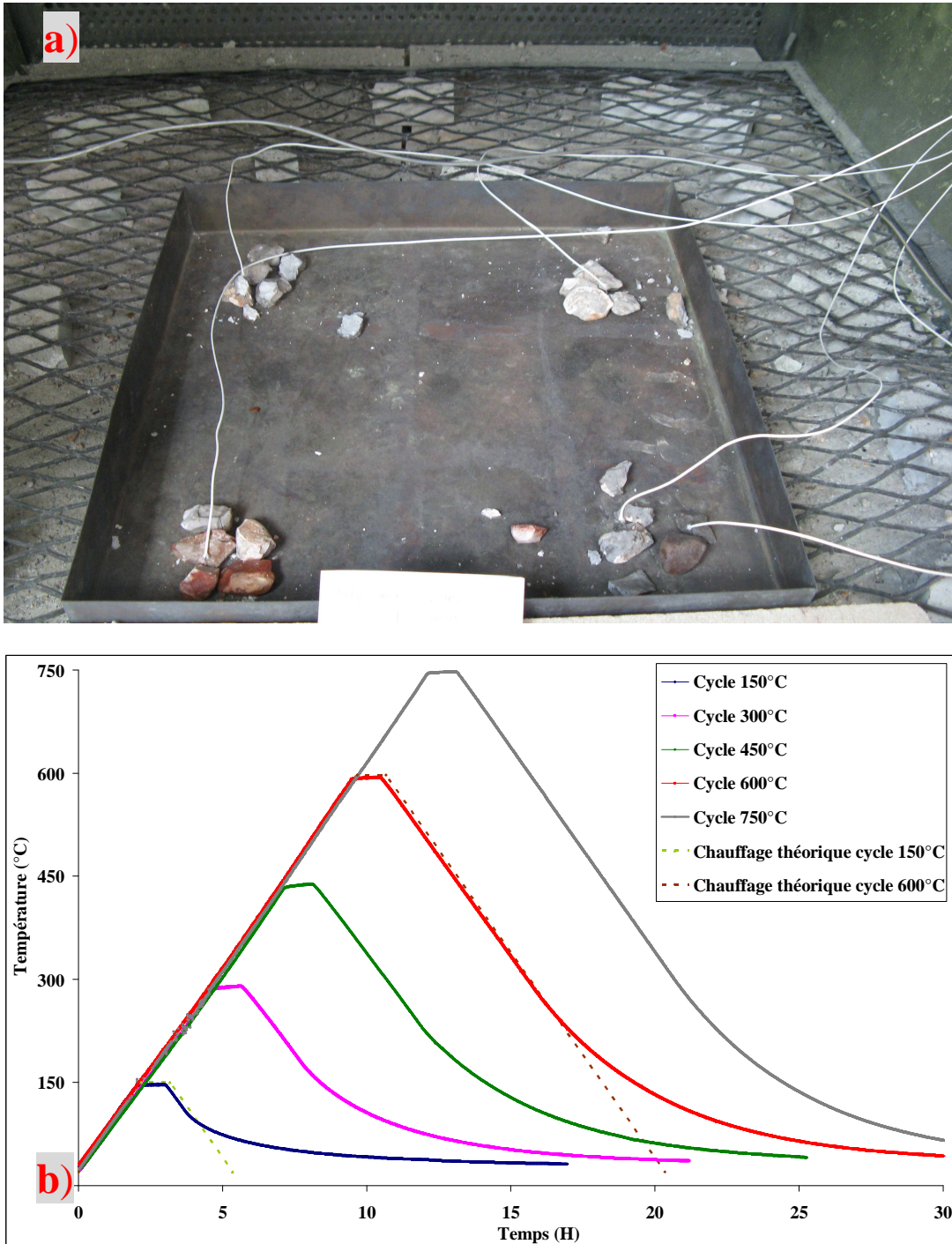


Figure 3.1 : a) Silex préséchés après le cycle de chauffage à 600°C (Les fils blancs correspondent aux thermocouples) ; b) Courbe de cycle de chauffage réel et théorique.

1.1. Description des désordres des granulats saturés

Avant chaque cycle de chauffage, les granulats sont immergés dans l'eau pendant 24H au minimum afin de s'assurer que leurs degrés d'hygrométrie initiaux soient similaires, car la présence d'eau dans

les roches affecte éventuellement leurs propriétés physico-chimiques. Nous avons mesuré d'abord les masses initiales, (à l'aide d'une balance de capacité de 620g (précision 0.001g)), des granulats en état d'humidité de surface sèche avant de leur faire subir des cycles de chauffage dans le but de calculer les pertes de masse des granulats après les cycles de chauffage.

Après certains cycles de chauffage, nous avons observé des changements sur les granulats par rapport à l'état initial non chauffé. Les descriptions de ces changements sont données ci-après :

Granulats calcaires :

Les granulats calcaires sont intacts jusqu'à une température de 600°C mais présentent un changement de couleur léger et un éclaircissement progressif. Certains graviers quelle que soit leur couleur initiale rougissent légèrement et localement sur une partie de leur surface (hors point de contact avec le fer). A 750°C ils sont fissurés et leur surface a blanchi. Ceci est la conséquence de la décarbonatation des calcaires, la calcite (CaCO_3) se transformant en chaux vive (CaO) suite au départ de CO_2 . Environ trois jours après être sortis du four, les granulats calcaires s'effritent dans l'atmosphère ambiante (figure 3.2) entraînant une augmentation de volume par 2 après refroidissement [Rays 2009]. Le CaO libre réagit avec l'humidité ambiante et se transforme en Portlandite (Ca(OH)_2).

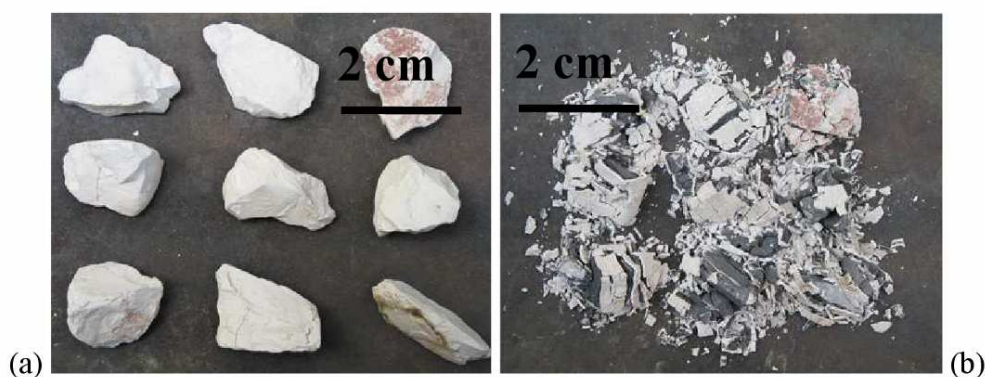


Figure 3.2 : Comparaison de granulats calcaires avant et après la transformation de CaO en Portlandite (Ca(OH)_2) après le chauffage à 750°C, a) Immédiatement après le cycle de chauffage-refroidissement de 750°C, b) 3 jours après le cycle de chauffage-refroidissement à 750°C.

Granulats silico-calcaires :

Un quart des silex noirs testés a éclaté entre 150 et 300°C. La figure 3.3 montre un exemple d'éclatement d'un silex noir vers 267°C enregistré par les thermocouples. A 450°C, tous les silex

sont fissurés, la majeure partie ayant éclaté (figure 3.4). Cette instabilité thermique des silex a aussi été observée dans d'autres travaux de recherche [Meye 1972][Khou 1997][Mind 2010].

La surface des silex marron rougit progressivement à partir de 300°C ce qui est expliqué par l'oxydation de composés du fer qui commence à environ 300°C [Ingh 2009]. Les silex marron contiennent de la goethite (hydroxyde de fer, FeOOH) qui se déshydrate et se transforme à 300°C en hématite (Fe₂O₃) pouvant être responsable de cette couleur rouge. Les silex commencent à blanchir en leur centre à partir de 600°C. A 750°C, le blanchiment se propage en surface sauf pour les silex marron qui ont gardé leur couleur rouge (figure 3.5).

Fron del [Fron 1982] distingue deux types de quartz : le type A correspond aux cristaux de quartz naturel formé à haute température et le type B correspond à la calcédoine, ses variétés (silex, chert et agate) ainsi qu'à des cristaux de quartz incolore et d'améthyste formés à basse température en relation avec la calcédoine, et aussi à des cristaux de quartz synthétique. Frondel note que les sections de calcédoine et de silex sont devenues blanches et pratiquement opaques à 550-600°C et que leur absorbance ne peut pas être observée. Mais Micheelsen [Mich 1966] montre une petite diminution de l'absorbance totale dans des silex danois après un chauffage de 78 heures à 150°C, 200°C, 400°C ou 500°C. Ceci suggère que le blanchiment des silex est dû à la diminution de l'absorbance optique. Ce blanchiment est aussi observé pour les cristaux de quartz synthétique et des cristaux de quartz incolore de type B. Cette observation de blanchiment thermique n'est pas connue par contre dans les cristaux de quartz naturel de type A.

Aguilar Reyes observe, dans ses travaux de thèse [Agui 2004], le blanchiment de l'opale qui est aussi une roche siliceuse hydratée (le cas le plus proche de nos silex). Selon lui, le blanchiment résulte de la diffusion de la lumière visible provoquée par une différence d'indice de réfraction. Le changement de couleur est le résultat d'un changement au niveau structural qui n'affecte pas la silice de l'opale mais est lié à l'eau dans l'opale. La perte d'eau est donc le paramètre responsable du blanchiment de l'opale.

Ingham [Ingh 2009] constate un blanchiment interne des silex qui subissent une calcination entre 250°C et 450°C, la presque totalité des silex devenant blanche à grise avec une température plus élevée.

Les carbonates dans le granulat silico-calcaire apparaissent intacts à 600°C mais fissurés à 750°C ce qui est identique aux granulats calcaires. Les quartzites restent intacts jusqu'à 750°C compris. Seul un changement de couleur de blanc à rouge léger et progressif est observé à 600°C. Les granulats de grès, granite et rhyolite restent intacts y compris à 750°C.

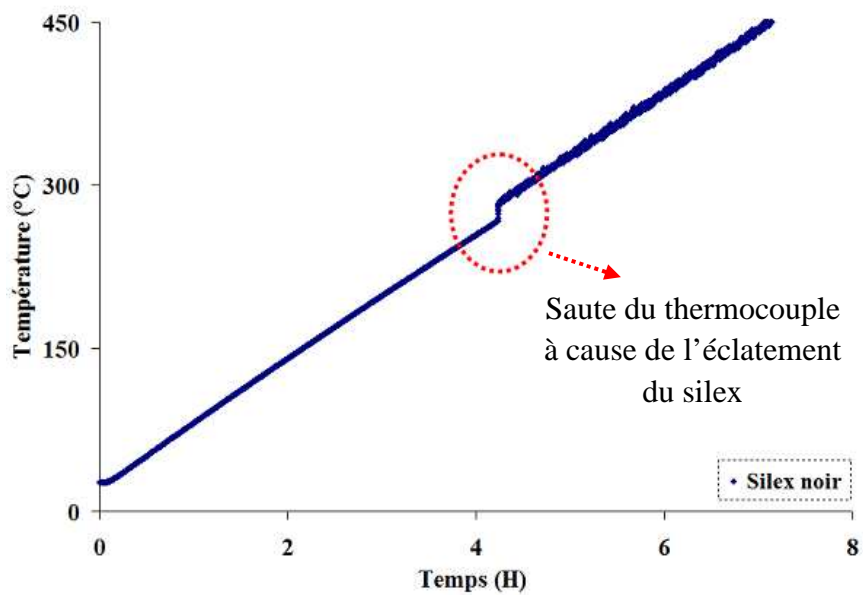


Figure 3.3 : Température d'éclatement d'un silex noir, vers 267°C.























<i>Silex saturé</i>					
		Silex noir	Silex marron	Silex gris	Silex beige
<i>Cycle de chauffage 300°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				
<i>Cycle de chauffage 450°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				
<i>Cycle de chauffage 600°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				

Figure 3.4 : Comparaison de différents types de silex initialement saturés avant et après chauffage à 300°C, 450°C ou 600°C.

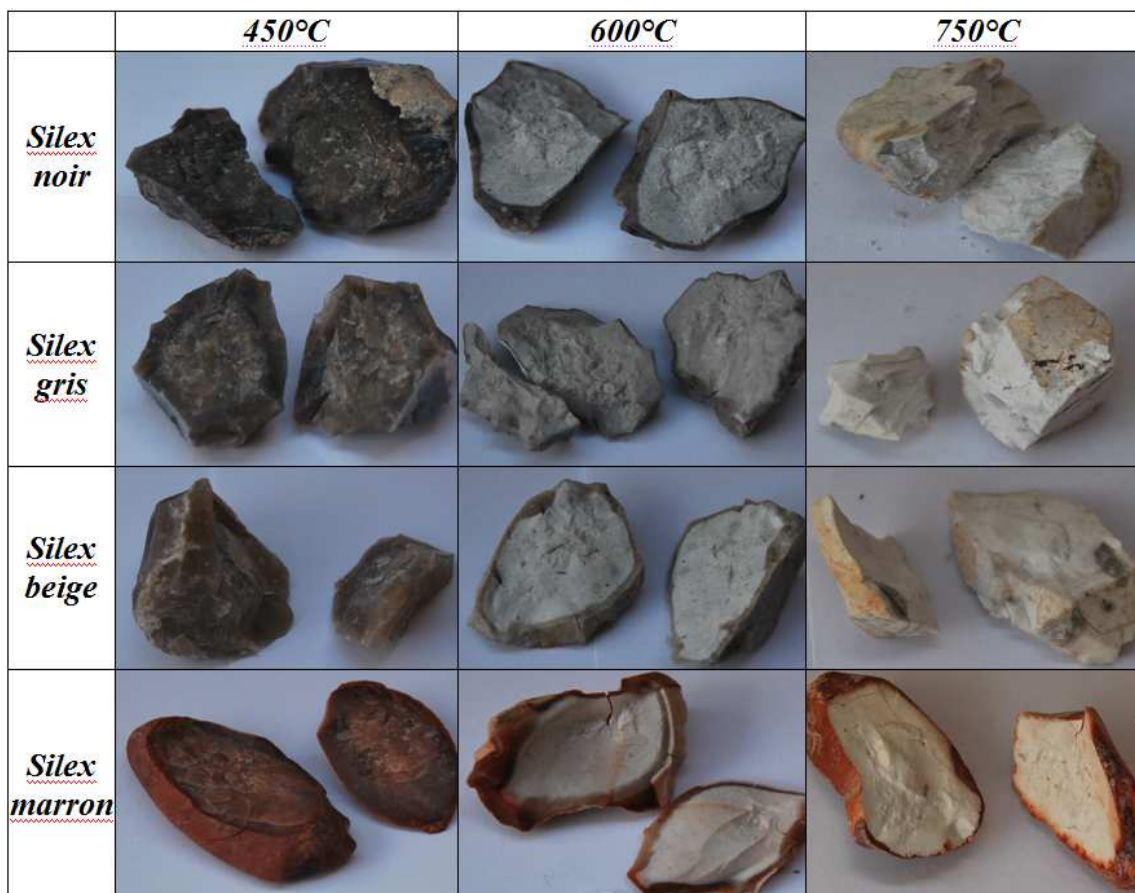


Figure 3.5 : Changement d'apparence de silex de couleurs variées après chauffage à 450°C, 600°C ou 750°C.

Granulats siliceux :

Les quartzites (figure 3.6) et les grès restent intacts jusqu'à 750°C. Seul un rougissement léger et progressif se produit tout au long de l'augmentation de température durant les cycles de chauffage à 600°C et 750°C.

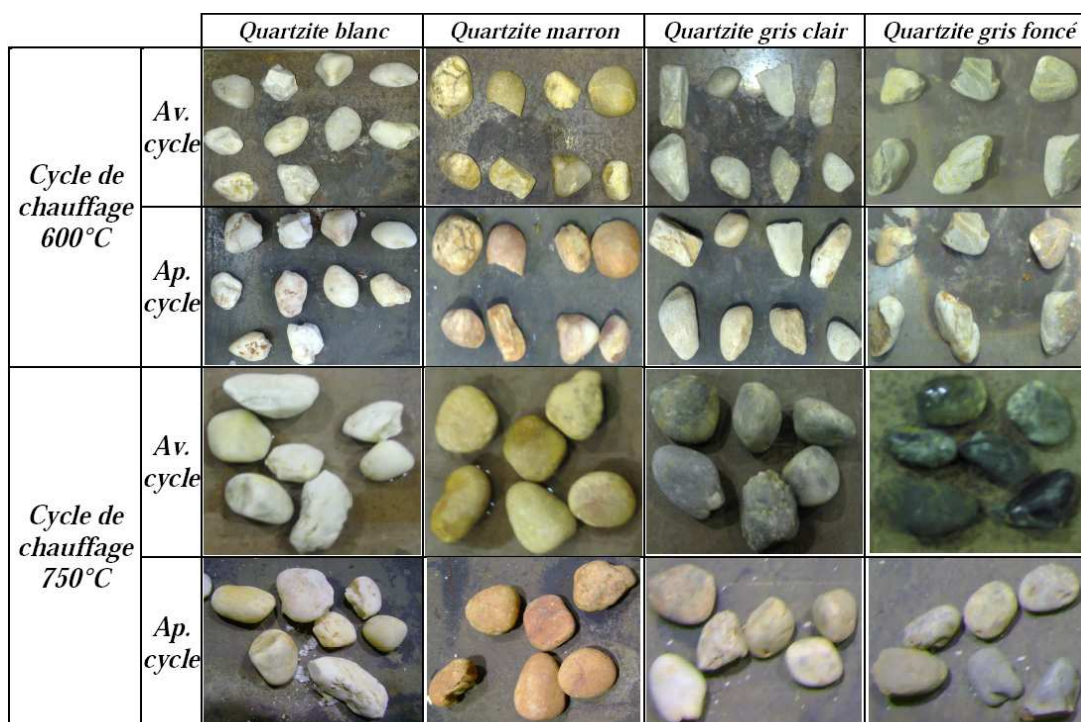


Figure 3.6 : Comparaison des différents types de quartzites initialement saturés avant et après chauffage à 600°C et 750°C.

Les désordres de ces trois types de granulat lors du traitement thermique sont présentés dans le tableau 3.1.

	<i>Silex</i> (silico-calcaire)	<i>Calcaire</i>	<i>Quartzite</i> (siliceux)
→ 150°C	Intacts	Intacts	Intacts (sauf rougissement léger et progressif de la surface du granulat)
→ 300°C	Eclatement d'un quart des silex noirs testés		
→ 450°C	Eclatement de la plupart des silex (fissurations de tous)		
→ 600°C	Blanchiment du cœur des silex		
→ 750°C	Propagation du blanchiment jusqu'à la surface de silex (sauf silex marron: couleur rouge en surface)		

Tableau 3.1 : Bilan des désordres des granulats saturés observés lors des sollicitations thermiques.

1.2. Importance du rôle de l'eau dans les granulats

Les granulats à surface saturée présentent différents désordres après avoir subi des sollicitations thermiques. Nous voulons déterminer si un préséchage en étuve du granulat peut améliorer son comportement thermique afin d'estimer l'importance du rôle de l'eau dans les propriétés thermiques des différents types de granulat.

Les granulats sont préséchés par évaporation dans une étuve à 105°C jusqu'à masse constante (pendant au moins 15 jours) et conservés dans un dessiccateur jusqu'au cycle de chauffage-refroidissement. Ces granulats préséchés subissent les mêmes cycles de chauffage que les granulats saturés. Nous avons observé que les dégradations des granulats calcaires et les granulats de quartzite et de grès sont identiques qu'ils soient initialement saturés ou préséchés. La majeure partie des silex a commencé à éclater entre 450 et 600°C quelle que soit leur couleur, et l'ensemble des silex présente des fissurations. Le phénomène de blanchiment des silex est également observé

(figure 3.7). Une comparaison entre ces différentes expériences montre que les silex préséchés éclatent à des températures plus hautes que les silex saturés, après 450°C au lieu de l'intervalle 250-450°C. La teneur en eau initiale semble donc jouer un rôle essentiel dans la stabilité thermique des silex.

<i>Silex préséché</i>					
		Silex noir	Silex marron	Silex gris	Silex beige
<i>Cycle de chauffage 300°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				
<i>Cycle de chauffage 450°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				
<i>Cycle de chauffage 600°C</i>	Av. cycle				
	Ap. cycle				

Figure 3.7 : Comparaison de différents types de silex préséchés avant et après chauffage à 300°C, 450°C et 600°C.

Le test simple utilisé par les géologues pour caractériser la porosité de surface et la dureté des silex est réalisé grâce à l'observation de l'écoulement d'eau et la rayure par l'acier de la surface du silex.

Comme l'eau s'écoule à la surface du silex sans être absorbée et celui-ci n'est pas rayé par l'acier, le silex est donc un granulat non poreux et très dur. Sa faible porosité est confirmée dans le paragraphe 4.2. Le silex a une porosité moyenne de 0.72%. Cette faible porosité du silex serait donc peut-être insuffisante pour permettre à la vapeur d'eau de s'évacuer durant le chauffage. Les pressions de vapeur à l'intérieur des pores du silex augmentent avec l'élévation de la température et peuvent provoquer l'éclatement des silex saturés entre 150°C et 450°C. Le même type d'endommagement par éclatement des silex préséchés entre 450°C et 600°C peut suggérer un phénomène similaire. Comme le décrit [Meye 1972] le départ de l'eau moléculaire piégée peut-être la source de l'éclatement des silex préséchés après 450°C. Les silex sont constitués de quartz microcristallin et de calcédoine (intercroissance de quartz et de moganite) qui peuvent contenir de la silice hydratée : l'eau conservée dans les micropores ou les groupes silanol [Vers 1995] est estimée à environ 1% [Deer 1992]. Les silanols subissent une déshydroxylation et les groupements OH se dissocient en O^{2-} et H^+ qui se combinent pour former des molécules d'eau susceptibles d'être perdues pendant le chauffage [Zhur 1989][Ek 2001]. D'autres auteurs supposent que la présence d'oxydes de fer ou de calcite pourrait expliquer l'endommagement thermique des silex [Purd 1974][Patt 1995] [Doma 2009].

1.3. Observation globale du réseau d'endommagements de silex à l'œil nu

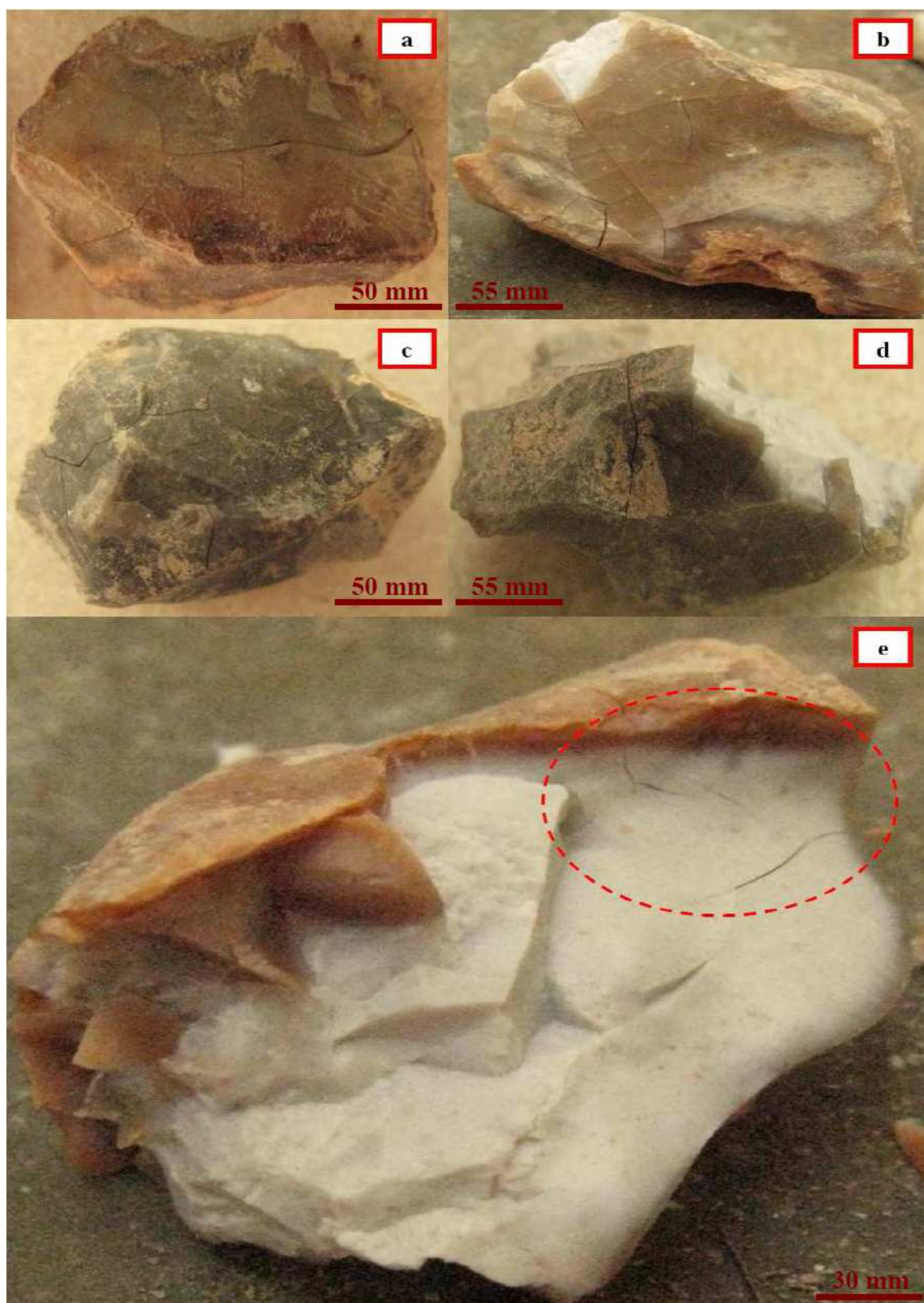


Figure 3.8 : Observation de la fissuration à l'œil nu des silex chauffés à 600°C, (a), (b) et (e) silex marron, (c) et (d) silex gris.

Après avoir chauffé les silex à 600°C, nous avons noté que la fissuration des silex se présente à l'œil nu sous forme de faiençage. On note certaines fissures plus marquées, radiales et perpendiculaires ou bien parallèles aux surfaces des silex (figure 3.8). Nous pouvons aussi remarquer que les parties éclatées suivent les fissures des silex créées pendant le cycle de chauffage (figure 3.8 b et d). Les fissures plus marquées sont généralement pénétratives dans les silex d'après l'observation de la figure 3.8 e.

1.4. Evolution de l'épaisseur de décarbonatation dans les calcaires

Comme nous l'avons observé dans la partie 1.1, les graviers calcaires sont fissurés et effrités après le cycle chauffage/refroidissement à 750°C à cause de l'hydratation du CaO issu de la décarbonatation du gravier carbonaté. La couche d'effritement en surface des graviers est de couleur blanche. Le comportement des graviers sous température va influencer le comportement du béton gâché avec ce type de gravier lors d'un traitement thermique. Nous savons que le comportement mécanique du béton peut être étudié au cours du chauffage ou en tenant compte d'une situation post-chauffage. La condition variable de traitement thermique (ex. la durée du chauffage, la vitesse de chauffage, etc.) est donc très importante pour le chauffage afin de prévoir le comportement résiduel du béton qui dépend beaucoup du comportement résiduel des granulats [Mare 1970][Mind 2009]. De ce fait, nous voulons déterminer l'évolution de l'épaisseur de décarbonatation des granulats calcaires en augmentant la durée de temps de chauffage dans la phase de stabilisation des cycles de traitement thermiques car plus l'épaisseur de la couche de décarbonatation est forte, plus la détérioration du calcaire est importante ce qui nuit certainement davantage au béton.

Comme les bétons étudiés dans ce travail ont subi un palier de chauffage d'une heure, on commence par une phase de stabilisation d'une heure pour l'étude de l'évolution de la pénétration de la couche de décarbonatation dans ce calcaire. Ce palier est ensuite augmenté à 2 heures, 3 heures, 6 heures et 9 heures. Des carottes de 40mm de diamètre et 50mm de hauteur sont réalisées dans des blocs de calcaire gris foncé (58% de la composition du granulats calcaire) et marron foncé (27% de la composition du granulats calcaire) provenant directement de la carrière d'exploitation des granulats. Les autres couleurs, moins représentatives, n'ont pas été retenues ni testées. Les photographies de ces échantillons sont présentées dans la figure 3.9.

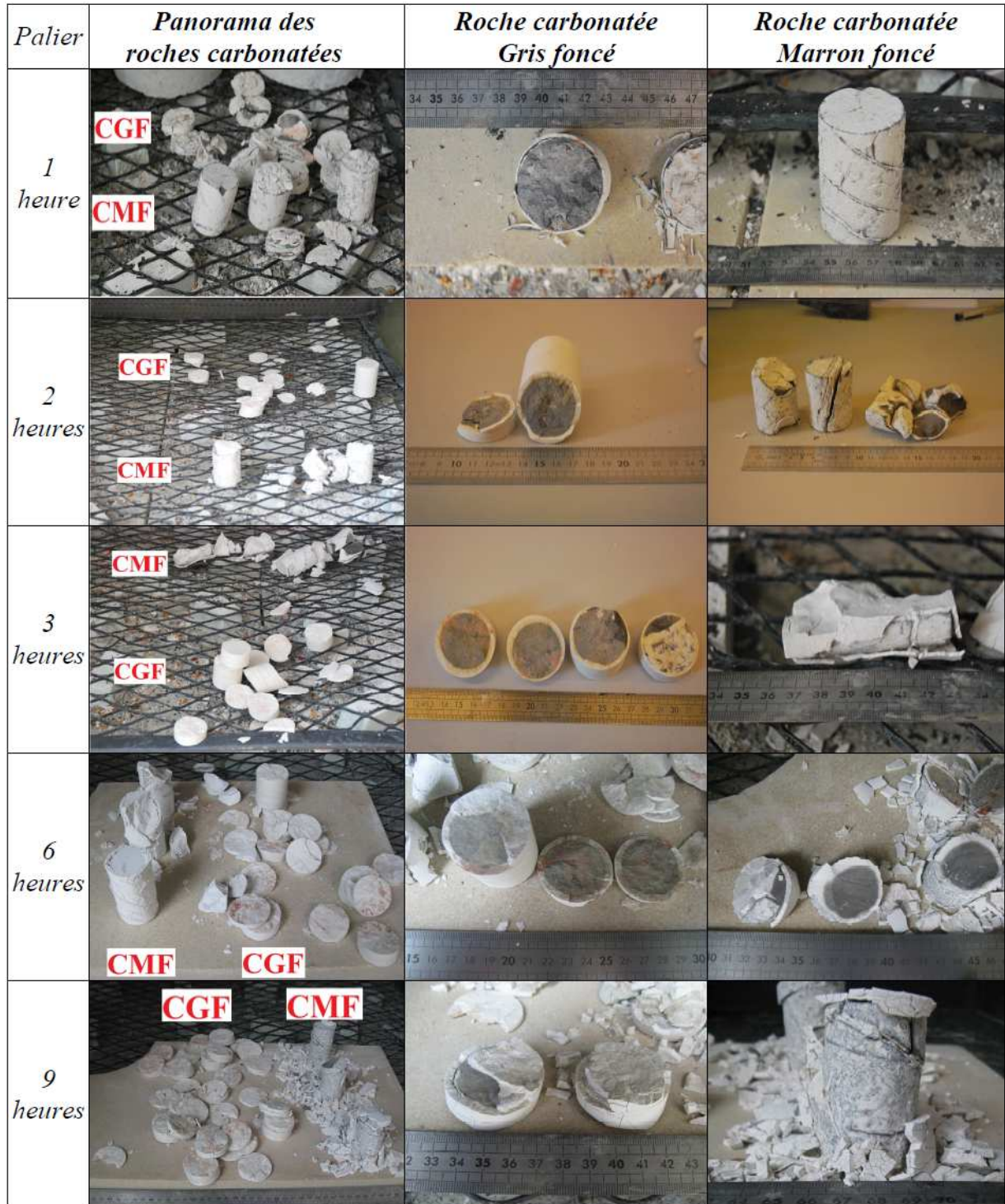


Figure 3.9 : Evolution de la pénétration de la couche de décarbonatation de calcaire pour différents temps de la phase de stabilisation du chauffage. (CMF : calcaire marron foncé ; CGF : calcaire gris foncé)

Après les traitements thermiques à 750°C avec différentes durées de stabilisation à une température maximale (figure 3.9), le carbonate gris foncé est feuilleté et le carbonate marron foncé est fragmenté. Ces désordres varient en intensité en fonction du temps de stabilisation à la température

maximale. Ces roches ont acquis une couleur blanche qui est causée par l'hydratation du CaO issue de la décarbonatation.

Cette épaisseur de la couche décarbonatée augmente avec la durée du palier de température (figure 3.9). Cette épaisseur de couche blanche est quasiment de même valeur pour le carbonate gris foncé et pour le carbonate marron foncé. Cette pénétration de la couche de décarbonatation est d'environ 0.5 mm au palier de chauffage de 1 heure, d'environ de 1 mm au palier de chauffage de 2 heures, d'environ de 1.5 mm au palier de chauffage de 3 heures, d'environ de 3 mm au palier de chauffage de 6 heures et 3.5 mm pour 9 heures. Nous constatons une augmentation de cette pénétration de la couche de décarbonatation presque linéaire jusqu'à 6 heures et puis un ralentissement de la propagation de la décarbonatation au-delà. Avec l'augmentation du temps de chauffage, la progression de l'épaisseur de la couche de décarbonatation du calcaire est mise en évidence, sa vitesse de progression montre une tendance au ralentissement lorsque le temps de chauffage croît (figure 3.10). La durée du maintien en température influe sur la fraction de granulat décomposé par décarbonatation et par conséquent sur la résistance du béton.

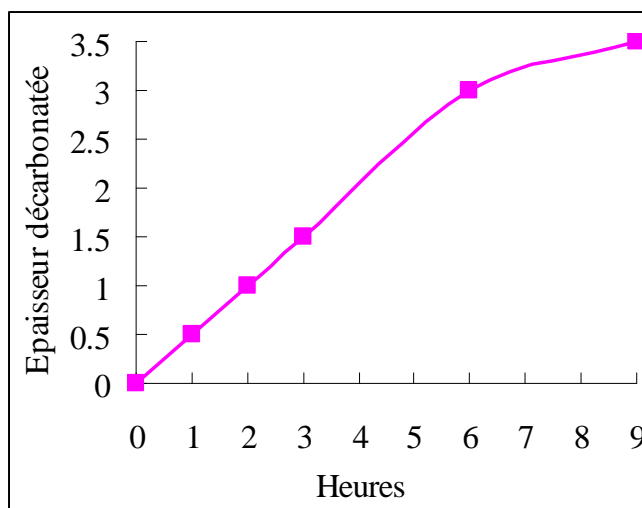


Figure 3.10 : Evolution de l'épaisseur de la couche décarbonatée de calcaire avec l'augmentation de la durée du traitement thermique de palier.

2. Modification de la composition chimique et minéralogique des granulats en fonction des sollicitations thermiques

La composition chimique et minéralogique des granulats évolue avec la température et de fait ces transformations jouent un rôle sur les propriétés des bétons. Il est donc très important d'approfondir cette étude des granulats afin de prévoir les propriétés des bétons chauffés.

2.1. Perte de masse

La valeur de perte de masse est obtenue par une moyenne faite sur 8 graviers pour chaque type minéralogique des différents granulats. Les valeurs de perte de masse et l'écart type pour les granulats siliceux, les granulats silico-calcaires et les granulats calcaires sont listées dans le tableau 3.2.

	150°C		300°C		450°C		600°C		750°C	
	Perte de mass moyenne	Ecart type	Perte de mass moyenne	Ecart type	Perte de mass moyenne	Ecart type	Perte de mass moyenne	Ecart type	Perte de mass moyenne	Ecart type
<i>Silex saturés</i>	0.4%	0.1	éclaté	éclaté	éclaté	éclaté	éclaté	éclaté	éclaté	éclaté
<i>Silex préséchés</i>	0.0%	0	0.1%	0	0.2%	0	1.0%*	0.0*	éclaté	éclaté
<i>Carbonates saturés dans le granulat silico-calcaire</i>	5.3%	1.6	5.3%	1.7	5.5%	1.9	9.1%	1.1	19.5%	3.6
<i>Granulats siliceux saturés</i>	0.3%	0.1	0.3%	0.1	0.4%	0.2	0.4%	0.1	0.4%	0.2
<i>Granulats calcaires saturés</i>	0.5%	0.1	0.8%	0.1	0.8%	0.2	1.5%	0.7	11.5%	0.9

Tableau 3.2 : Valeurs de perte de masse moyenne et écart type pour les granulats calcaires, silico-calcaires et siliceux. (* : Échantillons non éclatés).

Comme les silex saturés ont éclaté lors du cycle de chauffage à 300°C, les mesures de perte de masse ont été faites uniquement sur les silex préséchés en étuve. Selon le tableau 3.2, la perte de masse des silex préséchés en étuve est à peu près stable jusqu'à 450°C. A plus de 450°C, la perte de masse des silex préséchés augmente de manière significative d'environ 1% sur l'échantillon non-éclaté.

La perte de masse des granulats saturés entre 0 et 150°C correspond au départ de l'eau absorbée. Les carbonates des granulats silico-calcaires sont plus poreux que d'autres granulats et ont par conséquent la perte de masse la plus élevée entre 0 et 150°C. Après une stabilisation entre 150°C et 300°C, les carbonates montrent une autre perte de masse après le cycle de chauffage à 450°C, 3% pour les carbonates de granulat silico-calcaire et 0,6% pour les carbonates du granulat calcaire. Entre 600°C et 750°C, la perte de masse des granulats augmente, atteignant environ 10% pour les deux types de carbonates.

La perte de masse des quartzites (granulats siliceux) est très faible, de l'ordre d'un millième. Cette valeur est du même ordre de grandeur que les résultats rapportés dans les travaux de recherche de Homand-Etienne [Homa 1986].

Notre étude a souligné les différents comportements des granulats étudiés (calcaire, silex et quartzite) avec l'élévation de la température. La décarbonatation des carbonates a été clairement observée après le chauffage à 750°C. Cependant la modification des caractéristiques physiques des carbonates telles que l'augmentation de la porosité et de la perte de masse commence entre 450°C et 600°C. En ce qui concerne les granulats de nature siliceuse, les silex (granulats silico-calcaires) montrent une instabilité thermique importante tandis que les granulats de quartzite (granulats siliceux) ont seulement une très faible augmentation de la porosité qui se produit après le cycle à 300°C. La perte de masse observée dans les silex après le cycle à 450°C peut être liée au départ de l'eau adsorbée ainsi que l'eau structurale des groupes silanol (SiOH) [Brod 2010].

2.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

La figure 3.11 présente l'évolution de la perte de masse des silex de différentes couleurs en fonction de la température. On remarque une perte de masse d'environ 1%. Ces mesures sont effectuées sur environ 60 mg d'échantillon d'un même silex pour chaque couleur. Cette perte de masse correspond à un départ d'eau en deux phases, observé aussi par Zhuravlev sur des silices amorphes [Zhur 1989]. Tout d'abord, l'élimination complète de l'eau physisorbée (déshydratation) jusqu'à 190°C±10°C. Au delà de cette température, les silanols contenus dans les phases siliceuses subissent une déshydroxylation qui produit, par condensation, de l'eau dont le départ du système semble se situer entre 400°C et 570°C, zone où on observe une perte de masse significative avec l'ATG. Par contre, certaines courbes de perte de masse présentent un saut aux environs de 650-700°C pouvant être soit un artefact soit dû à une décarbonatation de la calcite présente en faible quantité dans certains silex.

La perte de masse des granulats de quartzite est deux fois plus faible que celle du silex (figure 3.12). Ceci peut être dû à une teneur en silanol plus faible dans le quartzite. Verstraete (2005) estime la fraction molaire de silanol à 5,3% pour le silex et à 1,3% pour le quartz [Vers 2005]. L'analyse des courbes d'ATG des granulats de quartzite montre que leur comportement physique est relativement stable vis à vis de la température imposée.

La perte de masse du granulat calcaire (figure 3.13) est causée par la décarbonatation de CaCO₃ qui commence entre 600 et 700°C. Cette réaction entraîne une perte de masse de 40%. Cette perte de masse de la décarbonatation commencée entre 600 et 700°C est trouvée également par Robert [Robe 2009] sur les calcaires alluvionnaires de la vallée de Rhône.

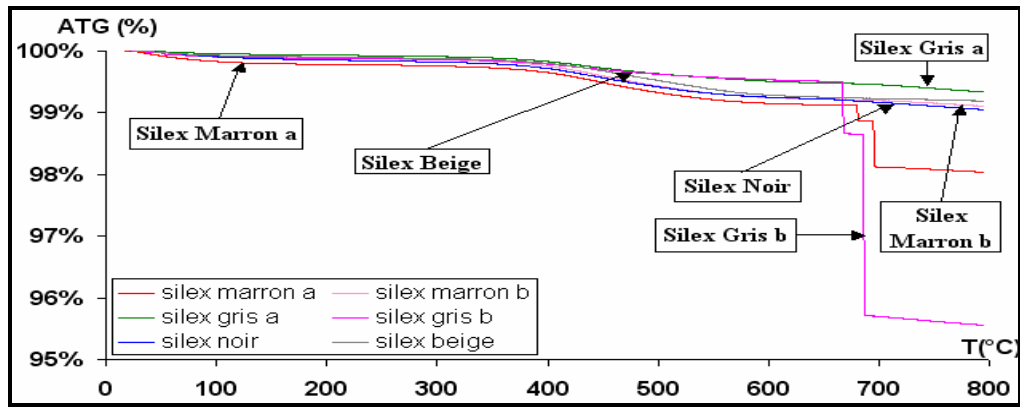


Figure 3.11 : ATG sur silex de différentes couleurs.

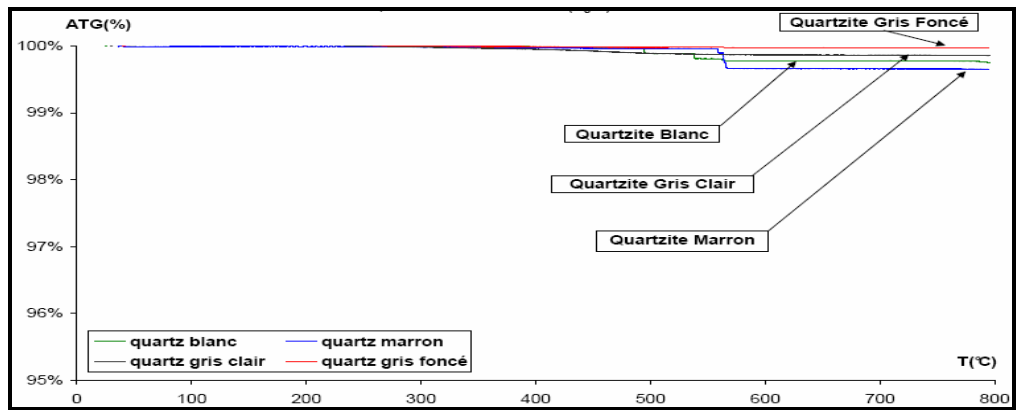


Figure 3.12 : ATG sur quartzite de différentes couleurs.

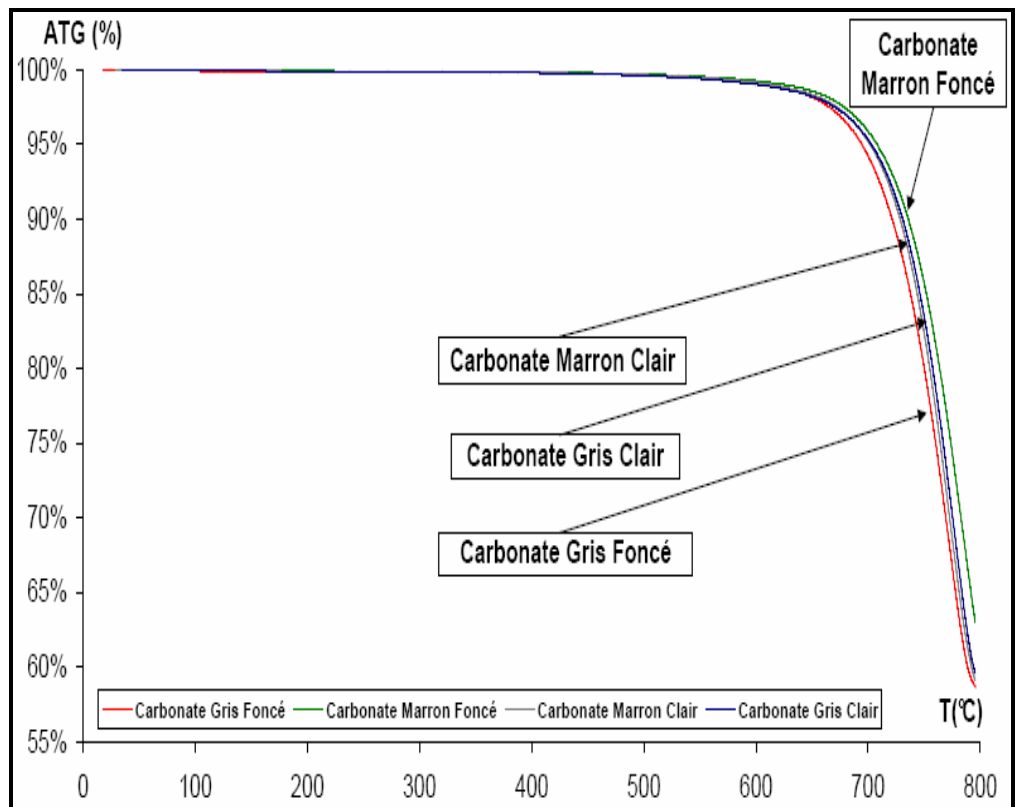


Figure 3.13 : ATG sur calcaire de différentes couleurs.

2.3. Analyse des silex par spectroscopie infrarouge

Nous avons mis en évidence que l'eau est un paramètre important qui cause l'endommagement des silex sous contrainte thermique. L'eau responsable de l'endommagement peut être de l'eau libre, de l'eau moléculaire et de l'eau combinée. Cette dernière peut venir des groupes silanol (SiOH). Il est donc important de détailler la transformation des groupes silanol avec la température. Afin de bien comprendre la contribution de l'eau pendant la transformation des silanol sur l'endommagement des silex sous contrainte thermique, nous avons effectué une analyse par spectroscopie infrarouge (IR) qui permet d'identifier les composés d'un échantillon.

La spectroscopie infrarouge est un outil d'identification des composés. En effet, la plupart des espèces moléculaires absorbent le rayonnement infrarouge qui stimule les vibrations moléculaires. Ces vibrations engendrent pour chaque espèce moléculaire un spectre d'absorption infrarouge unique. La spectroscopie à transformée de Fourier dans la région du moyen infrarouge (FTIR) de 4000 à 400 cm^{-1} est utilisée dans cette étude pour identifier les silanol. Les spectres d'absorption FTIR de cette étude ont été réalisés en utilisant un spectromètre Bruker Tensor 27 en mode de réflectivité totale atténuée (ATR) car cette technique non destructive permet d'augmenter la sensibilité des mesures de FTIR. Cette méthode est basée sur la réflectivité d'un cristal de diamant. Elle permet d'avoir une sensibilité et une fiabilité des résultats très appréciable. Les fréquences (ν) d'absorptions sont exprimées en cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} .

Les spectres FTIR sont obtenues sur des poudres de silex broyé à environ 100 μm . Deux silex marrons ont été broyés en poudre et la moitié de chacun a été chauffée à 600°C dans le four en utilisant le même mode de chauffage que les bétons et granulats décrits dans le chapitre 2. Les spectres des parties chauffées et non chauffées des deux silex ont été réalisés séparément et sont représentés (figure 3.14). Nous observons trois zones de modification (A, B et C) entre les silex chauffés et les silex non chauffés.

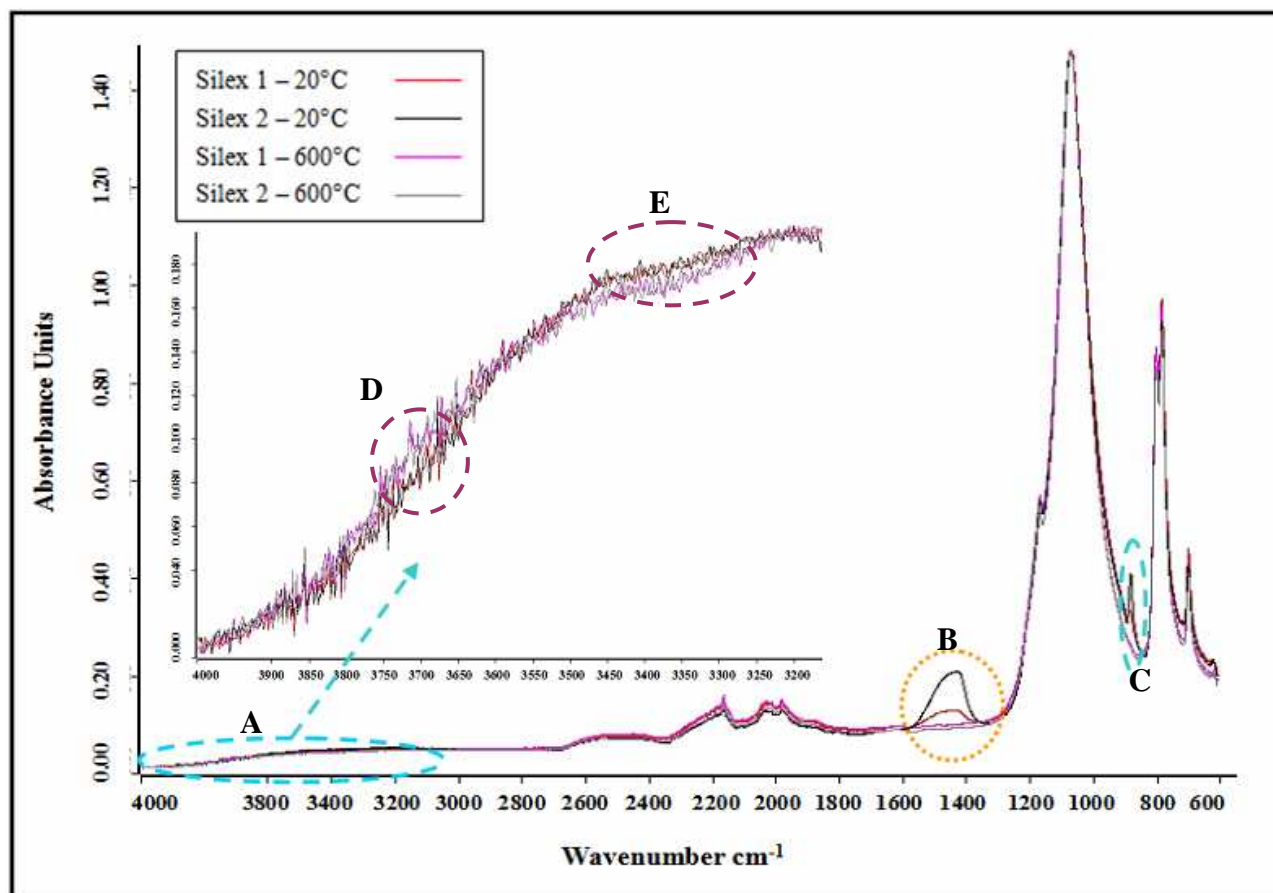


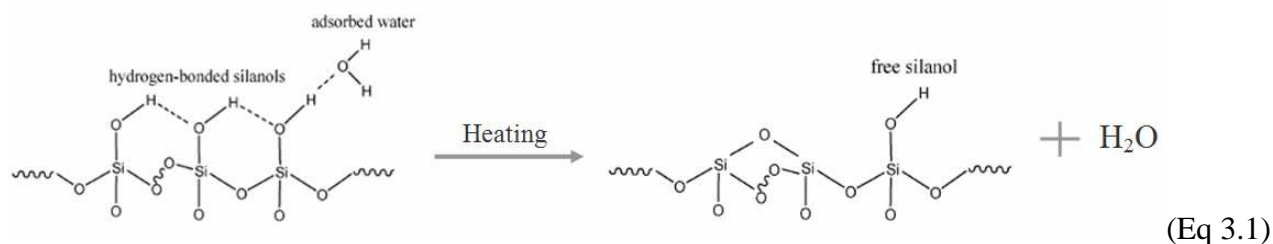
Figure 3.14 : Spectres FTIR de deux silex avant et après traitement thermique à 600°C.

Dans la zone B nous observons deux courbes (violet et gris) qui correspondent à deux silex chauffés à 600°C sans la bosse (silex1-600°C et silex2-600°C) et deux autres courbes (rouge et noir) avec une bosse qui correspondent aux deux silex non chauffés (silex1-20°C et silex2-20°C). La disparition de la bosse aux environs de 1400cm⁻¹ pour les silex chauffés correspond à une décarbonatation de carbonates probablement inclus dans le silex. En effet, il n'y a que [CO₃]²⁻ dans notre silex qui puisse subir la vibration dans cette zone 1500 à 1400cm⁻¹ selon les tableaux de l'identification spectrométrique [Naka 1986].

Dans la zone C, les courbes de silex non chauffés présentent aussi une bosse entre 800 à 900cm⁻¹ par rapport aux silex chauffés. Cette bosse correspond aux vibrations d'élongation OH du groupe SiOH qui absorbent dans la région 3700 à 3200cm⁻¹ et les bandes Si-O intenses se trouvent entre 1110 et 830cm⁻¹ [Silv 1991]. Ceci montre donc la décomposition du groupe SiOH avec l'augmentation de température, qui s'accompagne par une libération d'eau.

Nous observons des différences entre les silex chauffés et non chauffés après avoir zoomé sur la zone A. Nous notons une diminution de la bosse (zone E) dans la région de 3500 à 3300cm⁻¹ et une augmentation de la bosse (zone D) entre 3750 et 3700cm⁻¹ après chauffage à 600°C. Selon

Brodie-Linder [Brod 2008], la région autour de 3400cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation $\nu(\text{SiO-H})$ et $\nu(\text{O-H})$ du groupe de silanol surfacique et de l'eau adsorbée. La diminution de la bosse autour de 3400cm^{-1} montre une diminution du groupe de silanol surfacique et l'augmentation de la bosse autour de 3740cm^{-1} montre une apparition du groupe de silanol isolé après la modification de surface suite à un traitement thermique à 450°C [Brod 2008] [Luan 2005]. Ces variations peuvent se présenter sous l'équation suivante (Eq 3.1).



Des groupes silanol surfacique et de l'eau adsorbée sont donc à l'origine de la libération d'eau durant le chauffage. Des groupes silanol peuvent également former des silanols isolés pour lesquels la rupture de la liaison hydrogène lors du chauffage est difficile. Cette libération d'eau contribue peut-être à l'endommagement des silex au cours du chauffage. Cette étude confirme le départ d'eau liée aux groupes silanol observés par l'analyse ATG du paragraphe 2.2.

2.4. Evolution de la composition minéralogique des granulats par DRX

Les résultats de l'analyse par Diffraction des Rayons X (DRX) montrent que les silex et les quartzites présentent des diagrammes similaires (voir figure 3.15 pour un silex noir et un quartzite blanc). Il est à noter que les différences de couleurs des silex ou des quartzites n'ont pas d'impact sur les diagrammes de DRX. La teneur en impuretés responsables du changement de couleur ne doit probablement pas être assez importante pour apparaître dans les diagrammes. La phase cristalline présente dans les silex et les quartzites est celle du quartz α [Brin 1980]. Les raies du diagramme des quartzites sont plus fines que celles présentes sur le diagramme des silex. Ceci avait déjà été observé par [Vers 2005] et s'explique par la dimension des grains de quartz et leur cristallinité. La diffusion du rayonnement X au niveau des joints de grains élargit la raie de diffraction. Les observations pétrographiques ont en effet montré le caractère microcristallin du quartz présent dans le silex.

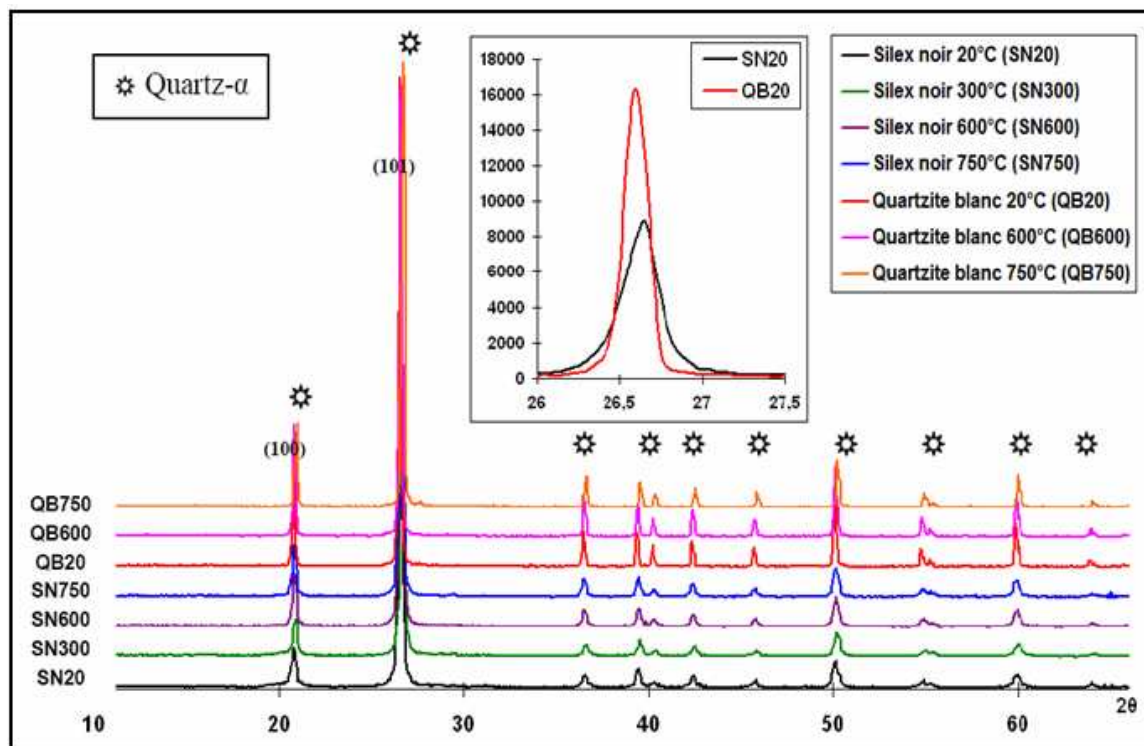


Figure 3.15 : Comparaison des diagrammes de DRX du silex noir et du quartzite blanc à différentes températures.

Lorsque le quartz est chauffé à 573°C, le quartz α se transforme en quartz β . La transition de phase du quartz α en quartz β étant réversible elle n'apparaît pas sur les diagrammes, les DRX ayant été réalisées sur les échantillons refroidis.

Certains auteurs ont montré une diminution de la résistance à la fissuration des silex après chauffage [Doma 1994][Mind 2010]. Domanski [Doma 1994] explique ceci par une recristallisation aboutissant à une taille plus importante des cristaux facilitant, d'après l'auteur, la propagation des fissures. [Doma 1994] met en évidence l'augmentation de la cristallinité du silex au niveau du pic 212 ($2\alpha=67,74^\circ$). Avec l'augmentation de l'indice de cristallinité, la raie passe d'une forme unique large et arrondie à 5 pics distincts bien marqués [Mura 1976]. Les études de [Doma 1994] ont montré l'apparition d'un deuxième pic après chauffage des silex. La figure 3.16 présente l'évolution du diagramme entre 20 et 600°C obtenu sur nos silex. Nous n'observons pas de modification pour les silex beiges, noirs et gris. Seuls les diagrammes du silex marron présentent un résultat similaire à celui de [Doma 1994]. Toutefois, cette modification du diagramme peut aussi être imputée à la présence d'oxydes de fer (Hématite) qui modifie la diffraction de la silice lorsque les diffractomètres sont équipés d'anode en cuivre [Mura 1976]. Cette modification ainsi que la fluorescence du fer provoquée par les raies K du cuivre favorise l'individualisation des pics. Les silex marron contiennent de l'hydroxyde de fer (goethite FeOOH) qui à 300°C se déshydrate en

hématite (Fe_2O_3) pouvant être responsable de l'apparente augmentation de la cristallinité du silex à 600°C .

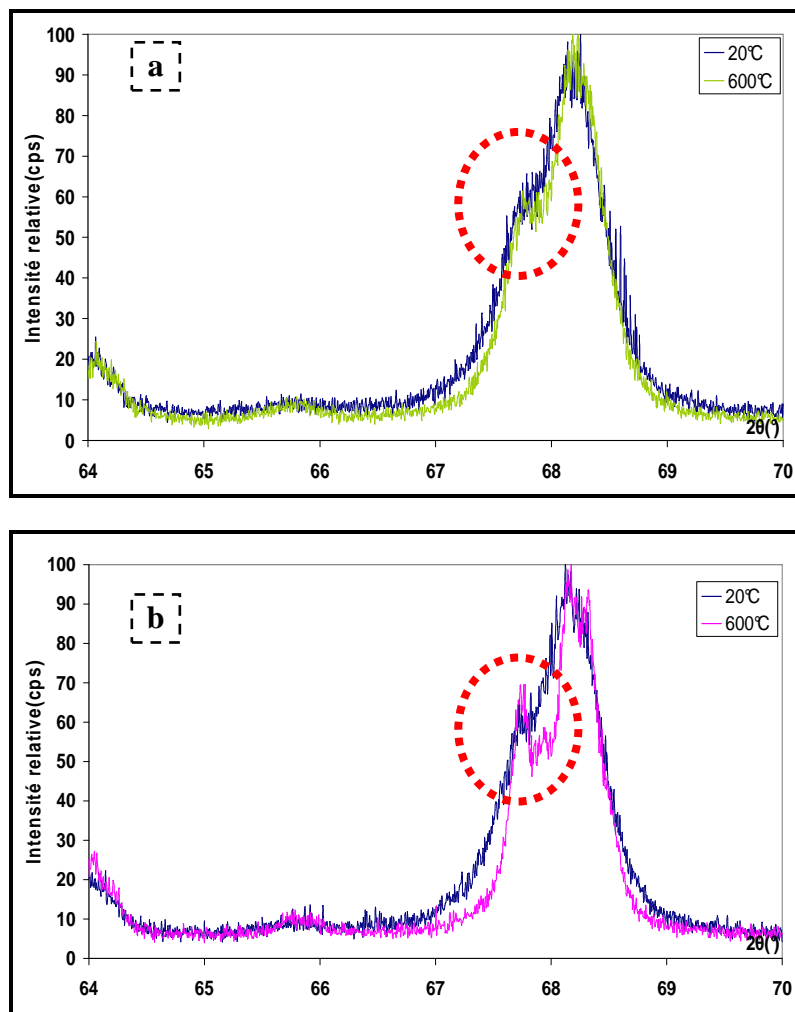


Figure 3.16 : Comparaison des diagrammes de DRX de silex noir et silex marron entre 65° et 70° 2θ , a) Silex noir, b) Silex marron.

Pour les calcaires, les diffractogrammes (figure 3.17) sont similaires quelle que soit la couleur des granulats. Après le chauffage à 750°C , on observe une diminution de la quantité de calcite (CaCO_3) et l'apparition de chaux (CaO).

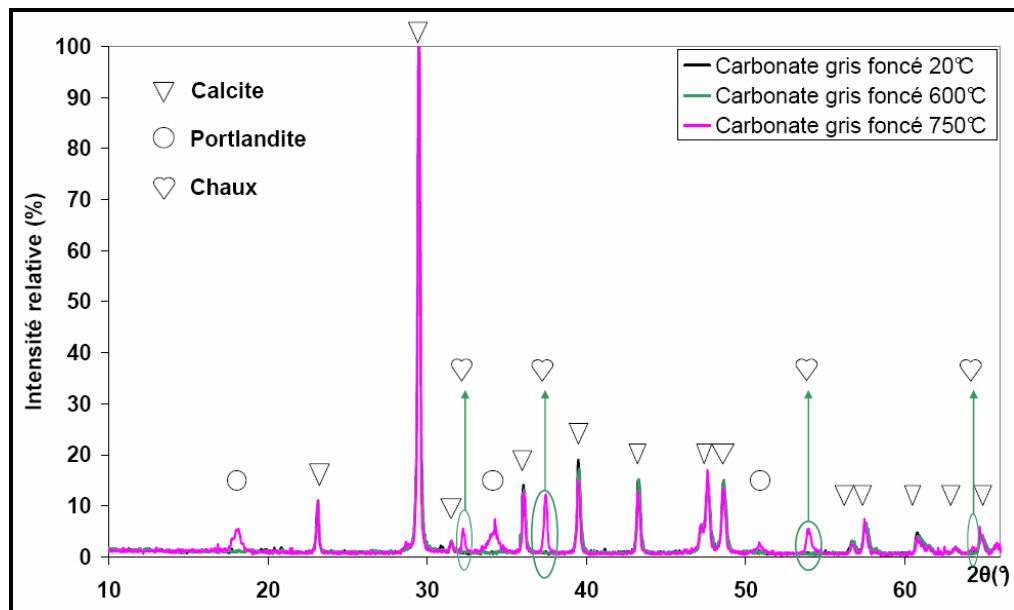


Figure 3.17 : Comparaison des diagrammes de DRX du calcaire gris foncé.

2.5. Identification des phases magnétiques des silex

Les courbes d'acquisition d'aimantation rémanente isotherme (IRM, Isothermal remanent magnetization) à la température ambiante montrent la possible présence de minéraux magnétiques dans notre silex après utilisation de la méthode de désaimantation 3-axes. La courbe IRM extrême, saturée dans la gamme 100-300mT, indique la tendance d'une faible coercivité qui pourrait correspondre à la magnétite [Souq 2002]. L'autre courbe IRM extrême est saturée beaucoup plus tard avec une tendance à la forte coercivité qui pourrait être due à de la goethite ou/et de l'hématite [Souq 2002] (figure 3.18).

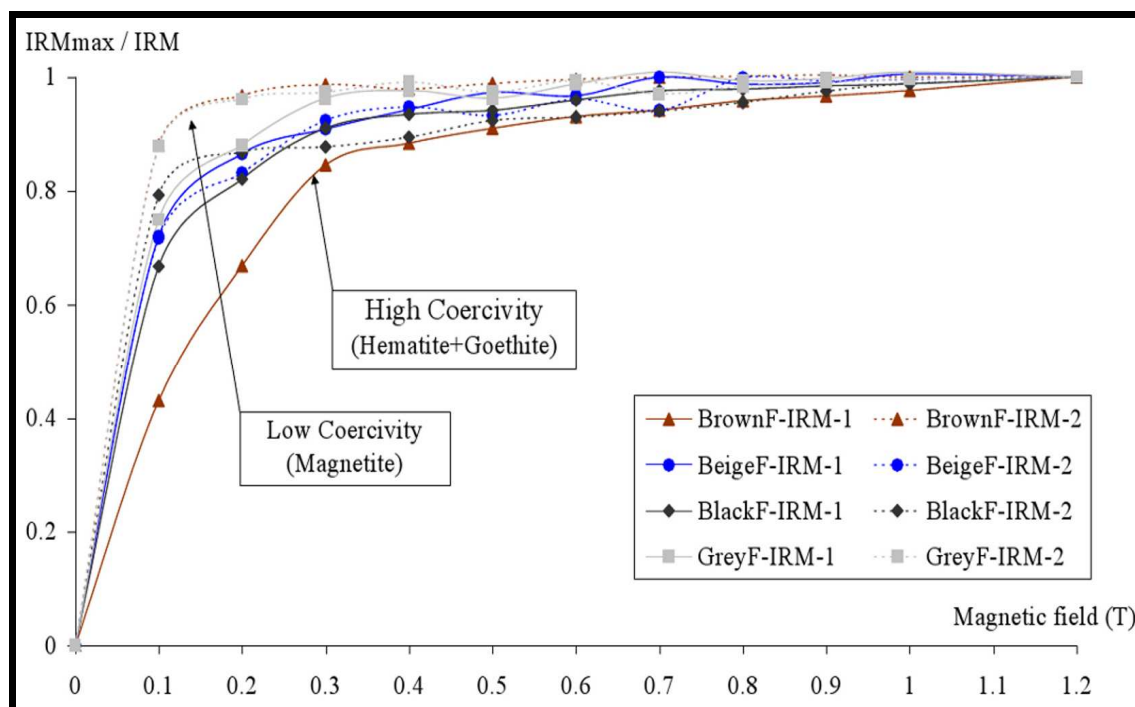


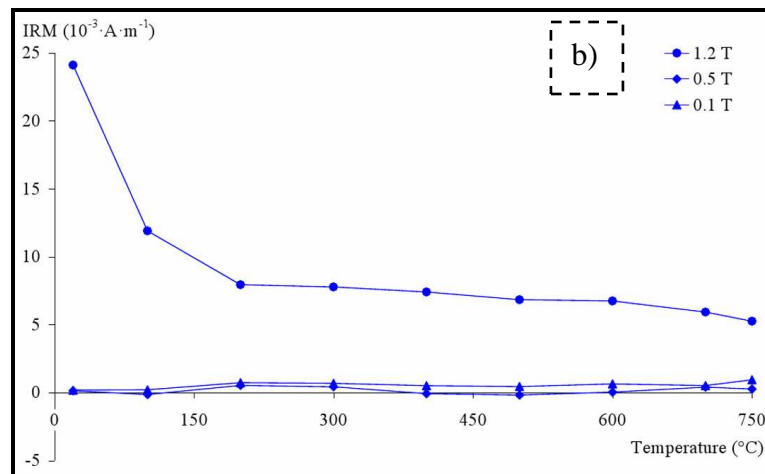
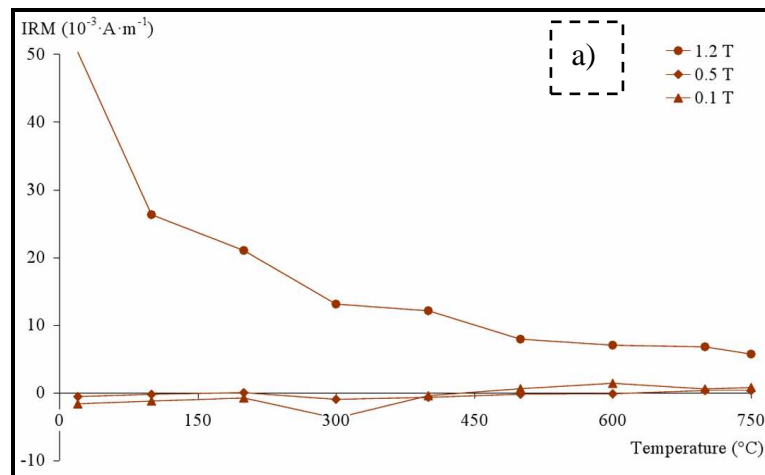
Figure 3.18 : Courbes d'IRM à température ambiante obtenues pour des échantillons de silex non chauffés.

Nous avons chauffé nos silex afin de les désaimanter thermiquement progressivement en chauffant à 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, 750°C. Pour chaque étape nous avons mesuré l'IRM des échantillons. L'aimantation rémanente du silex est mesurée suivant trois directions orthogonales pour tracer les courbes de désaimantation thermique afin de déterminer le spectre de température de débloccage sur chacune des composantes. A partir de ces courbes IRM de démagnétisation thermique progressive (figure 3.19), nous observons :

1. Une chute importante (environ 50%) de l'aimantation autour de 100°C ce qui signifie la disparition de la goethite car la température de Curie de la goethite est à 120°C ou à proximité selon Dunlop [Dunl 1997]. Après ce changement, la goethite devient de l'hématite ($2\alpha\text{FeOOH} \rightarrow \alpha\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$).
2. Une faible aimantation vers 675°C pouvant correspondre à la déstabilisation de l'hématite (désaimantation de l'hématite à 675°C selon O'Reilly [Orei 1984]). La faible valeur de l'aimantation rémanente des silex après le chauffage à 750°C peut être expliquée par un champ magnétique résiduel dans le four et la réaimantation de l'échantillon pendant le refroidissement. La désaimantation thermique progressive d'un silex gris n'a pas été mesurée au-delà de 500°C en raison de l'éclatement non récupérable de ce silex.

3. Le silex marron montre une désaimantation thermique progressive de trois axes forte et continue par rapport aux autres couleurs de silex entre 100°C et 600°C qui pourrait être due à la présence de magnétite dont la température de Curie se situe aux environs de 580°C.

Selon les courbes de désaimantation thermique progressive d'IRM à trois axes, il apparaît que les silex contiennent de la goéthite qui va libérer de l'eau (11% de la masse totale de la goéthite [Joue 1980]) au cours du chauffage à partir de 120°C, ce qui peut participer à la fracturation des silex comme cela a été également proposé pour le jaspe par Schindler [Schi 1982].



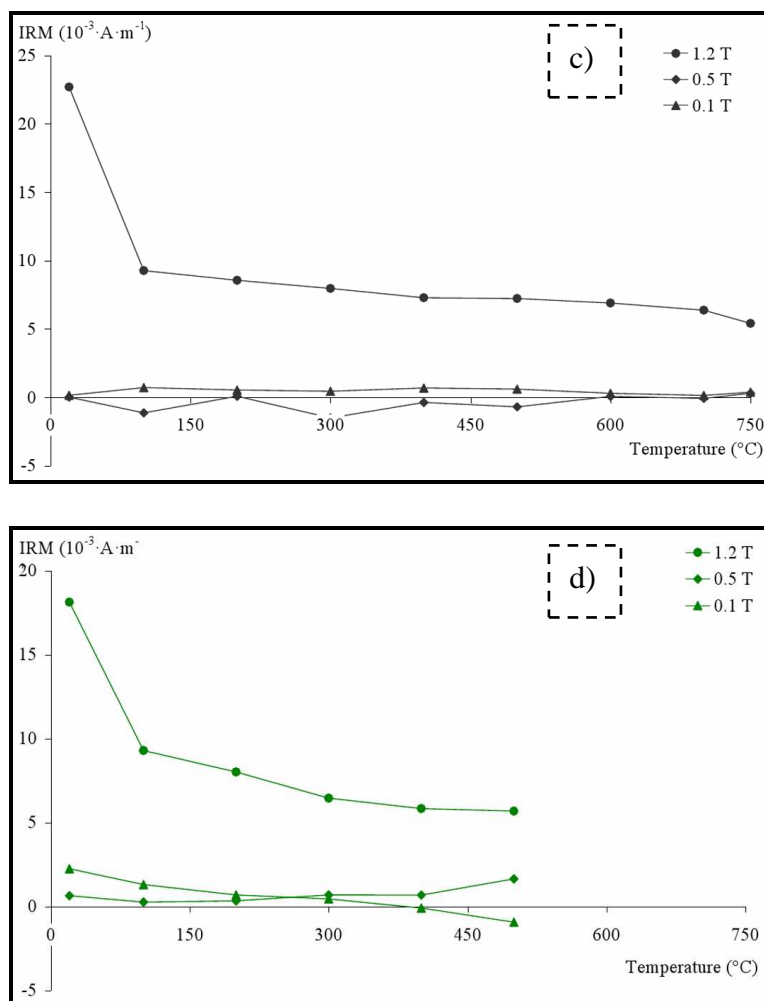


Figure 3.19 : La désaimantation thermique progressive des courbes d'IRM à trois axes d'un silex non chauffé, a) silex marron, b) silex beige, c) silex noir, d) silex gris.

3. Evolution des propriétés thermiques des granulats pendant le chauffage

Nous nous intéressons, dans cette partie, aux propriétés thermiques des granulats comme la conductivité thermique, la diffusivité thermique et la chaleur spécifique. L'évolution de la propriété thermique du béton est conditionnée par celle du granulat car les granulats constituent une grande proportion du volume du béton. Les granulats peuvent présenter, par ailleurs, des propriétés thermiques très différentes selon leur composition minéralogique et leur microstructure interne. Cette propriété thermique peut également évoluer différemment avec la température selon le type de granulat. Il est donc important de faire une étude de la propriété thermique des différents types de granulat sous contrainte thermique. En raison de la forme et la taille des granulats il n'est pas possible de mesurer directement leurs propriétés thermiques. Nous allons déduire les propriétés des granulats par le calcul à partir des propriétés du mortier et du béton.

Nous avons fabriqué des éprouvettes de BHP (Béton à haute performance) et des éprouvettes de MHP (Mortier à haute performance) avec respectivement des granulats et des sables provenant des trois carrières étudiées (partie 2.1. du chapitre 2). Les bétons et mortiers ont les mêmes proportions d'E/C (eau/ciment) et S/C (sable/ciment). Les propriétés thermiques à chaud sont mesurées à l'aide du dispositif du Hot-Disk. Avant la mesure les échantillons sont préalablement séchés en étuve à 80°C. Nous déduisons par le calcul les caractéristiques thermiques des gros granulats à partir de la mesure des propriétés thermiques du béton et des granulats et de la fraction volumique du mortier et des gros granulats dans le béton. La formule suivante est utilisée pour la conductivité thermique.

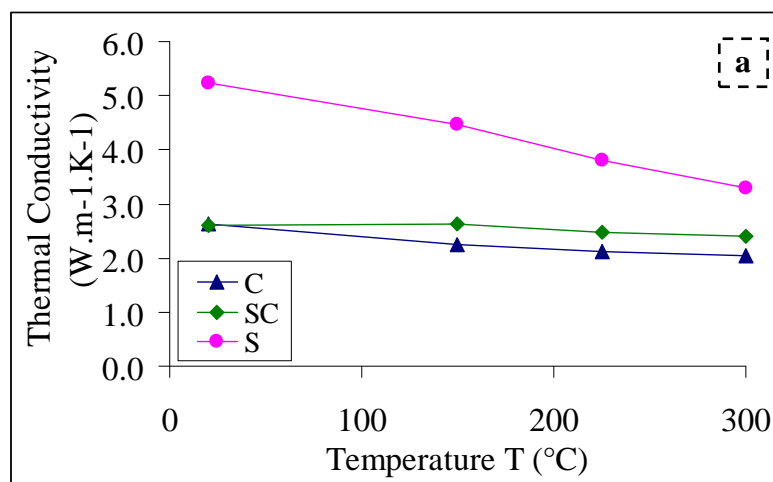
$$\lambda_{\text{granulat}} = \frac{\lambda_{\text{beton}} \cdot V_{\text{beton}} - \lambda_{\text{mortier}} \cdot V_{\text{mortier}}}{V_{\text{granulat}}}$$

Nous avons établi un tableau des conductivités thermiques, des diffusivités thermiques et des chaleurs spécifiques mesurés sur les BHP et les MHP (Tableau 3.3) et avons indiqué les propriétés thermiques calculées pour les trois types de granulat étudiés dans cette thèse (parties bleues).

	20°C	150°C	225°C	300°C
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)				
MHP-C	1.31	1.31	1.22	1.11
MHP-SC	1.71	1.70	1.55	1.39
MHP-S	1.75	1.49	1.41	1.28
BHP-C	1.85	1.69	1.59	1.49
BHP-SC	2.06	2.07	1.92	1.79
BHP-S	3.33	2.84	2.50	2.19
C	2.62	2.23	2.12	2.03
SC	2.60	2.64	2.49	2.40
S	5.23	4.46	3.81	3.28
Diffusivité thermique ($mm^2.s^{-1}$)				
MHP-C	0.69	0.53	0.46	0.42
MHP-SC	1.05	0.77	0.70	0.62
MHP-S	1.26	0.91	0.75	0.67
BHP-C	0.96	0.77	0.69	0.62
BHP-SC	1.21	1.00	0.89	0.76
BHP-S	1.76	1.31	1.04	0.87
C	1.35	1.11	1.02	0.91
SC	1.46	1.35	1.18	0.97
S	2.36	1.79	1.39	1.11
Chaleur spécifique volumique ($MJ.m^{-3}.K^{-1}$)				
MHP-C	1.90	2.38	2.50	2.52
MHP-SC	1.73	2.23	2.27	2.26
MHP-S	1.39	1.63	1.88	1.93
BHP-C	1.94	2.18	2.31	2.40

BHP-SC	1.72	2.08	2.15	2.37
BHP-S	1.92	2.16	2.41	2.51
Densité apparente ($g.cm^{-3}$)				
MHP-C	2.15	2.14	2.13	2.03
MHP-SC	2.12	2.12	2.11	2.01
MHP-S	2.08	2.07	2.06	1.95
BHP-C	2.42	2.39	2.39	2.36
BHP-SC	2.33	2.28	2.28	2.27
BHP-S	2.37	2.35	2.35	2.33
Chaleur spécifique ($kJ.kg^{-1}.K^{-1}$)				
MHP-C	0.88	1.11	1.17	1.24
MHP-SC	0.82	1.05	1.08	1.12
MHP-S	0.67	0.79	0.91	0.99
BHP-C	0.80	0.91	0.97	1.02
BHP-SC	0.74	0.91	0.94	1.04
BHP-S	0.81	0.92	1.03	1.08
C	0.69	0.63	0.69	0.71
SC	0.62	0.70	0.73	0.92
S	0.98	1.08	1.17	1.19

Tableau 3.3 : Propriétés thermiques mesurées (bétons et mortier HP) et calculées (granulats) en fonction de la température pendant le chauffage.



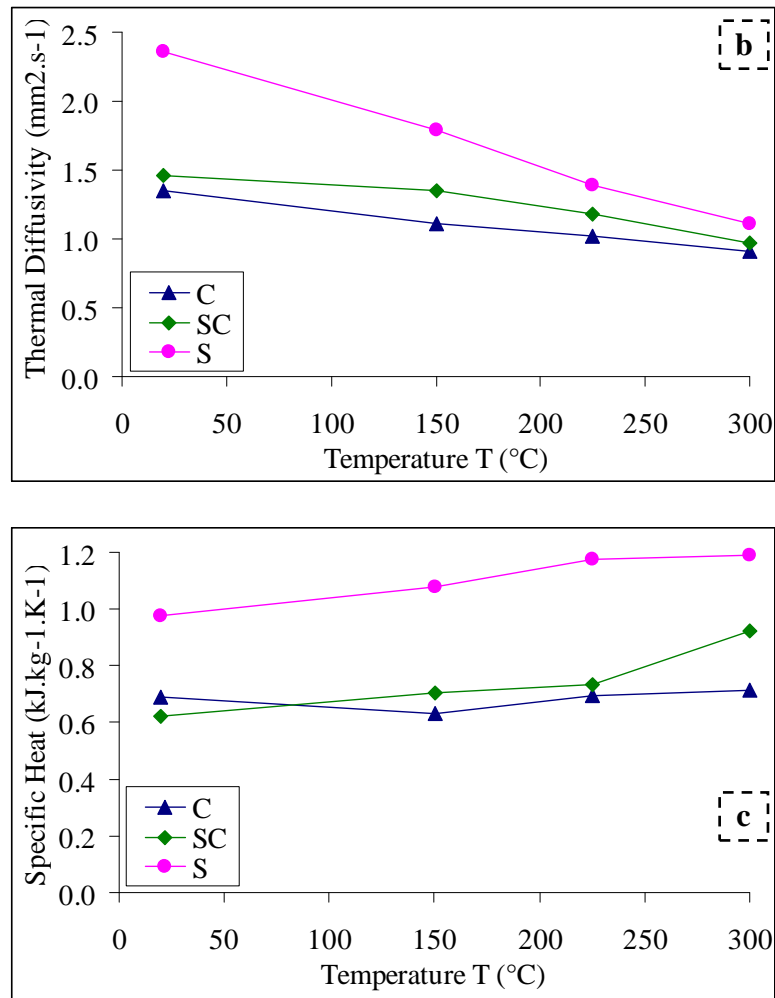


Figure 3.20 : Evolution des conductivités thermiques (a), diffusivités thermiques (b) et chaleurs spécifiques (c) des trois types de granulats avec la température.

Les valeurs obtenues pour les granulats ne sont qu'une estimation du fait de la méthode de calcul sommaire et des dispersions sur les mesures des bétons et mortiers qui se cumulent donc sur les valeurs calculées des granulats. On peut toutefois donner quelques indications sur l'évolution des propriétés thermiques des granulats avec la température. Avec la figure 3.20, obtenue à partir du tableau 3.3, nous constatons que la conductivité thermique et la diffusivité thermique pour les trois types minéralogiques de granulats décroissent comme les propriétés thermiques de bétons à froid ou à chaud quand la température de chauffage augmente. Les valeurs de chaleur spécifique de ces trois granulats, par contre, augmentent légèrement avec la température comme celles des bétons à chaud. La valeur calculée de la conductivité des granulats calcaires est de 2.6 W/m.K (20°C). Cette valeur est en accord avec les ordres de grandeur que nous avons pu trouver dans la littérature. Selon leur porosité la conductivité des calcaires varie entre 2 et 3 [Furl 1991]. De même, conformément aux valeurs données par la littérature pour la conductivité du quartz (6.8-12 W/m.K) les quartzites

possèdent une conductivité plus élevée, 5.2 W/m.K (20°C). La conductivité du granulat silico-calcaire est similaire à celle du granulat calcaire, 2.6 W/m.K (20°C) alors que ces granulats sont composés à 70% de silex. Les analyses de DRX ont montré que les silex sont eux même principalement constitués de quartz et devraient par conséquent devraient avoir une conductivité thermique plus élevée. La conductivité thermique des granulats ne dépend pas seulement de leur composition chimique et minéralogique mais aussi de la structure cristallographique des minéraux et de leur texture d'assemblage dans la roche. Le quartz du silex est de type microcristallin contrairement au quartzite et présente de plus un certain nombre d'impuretés. Comme d'une part le transfert de chaleur est facilité par l'état cristallin et que d'autre part les impuretés dans les cristaux diminuent la conductivité thermique [Furl 1991], ceci explique la moindre conductivité thermique des silex.

La diminution de conductivité avec la température est plus élevée pour les quartzites que pour les autres granulats. Ainsi l'écart de conductivité entre les granulats diminue avec la température. Du fait des dispersions sur les mesures, les valeurs des chaleurs spécifiques calculées à partir des valeurs de la diffusivité et la conductivité doivent être considérées avec prudence. La chaleur spécifique des quartzites serait supérieure à celle des calcaires. Les valeurs de chaleur spécifique augmentent faiblement avec la température.

4. Etude de la microstructure des granulats en fonction de la sollicitation thermique

4.1. Description microscopique des granulats non chauffés

Cette partie est consacrée, d'une manière générale, à l'étude pétrographique à l'échelle microscopique des granulats calcaires, des granulats silico-calcaires et des granulats siliceux de différentes carrières.

4.1.1. Analyse pétrographique du granulat calcaire

Nous avons déjà constaté leur homogénéité lors de la préparation des granulats (chapitre 2) à l'échelle macroscopique. Les granulats sont anguleux (concassés), ont des couleurs variables (gris, marron etc...) et contiennent de la calcite comme l'a démontré la réaction à l'acide chlorhydrique. Nous avons réalisé une étude microscopique à partir de lames minces afin de déterminer plus précisément la composition minéralogique de ce granulat. Nous avons analysé ainsi les quatre

principaux types de couleur de ce granulats calcaire. Ce sont : un calcaire gris foncé (échantillon P1), un calcaire marron foncé (échantillon P2), un calcaire marron clair (échantillon P3) et un calcaire gris clair (échantillon P4).

Echantillon P1: Mudstone à veine de ciment sparitique (figure 3.21)

L'échantillon P1 est une roche carbonatée à grains très fins (micrite), de couleur brune, renfermant de nombreux grains de sparite isolés avec une taille de 20 μm (figure 3.21.a) et quelques amas sparitiques d'environ 600 μm (figure 3.21.b) renfermant un assemblage de matière organique et de pyrite (figure 3.21.c). La matrice est parfois recoupée par de rares veinules de calcite de 10 μm de largeur (figure 3.21.a).

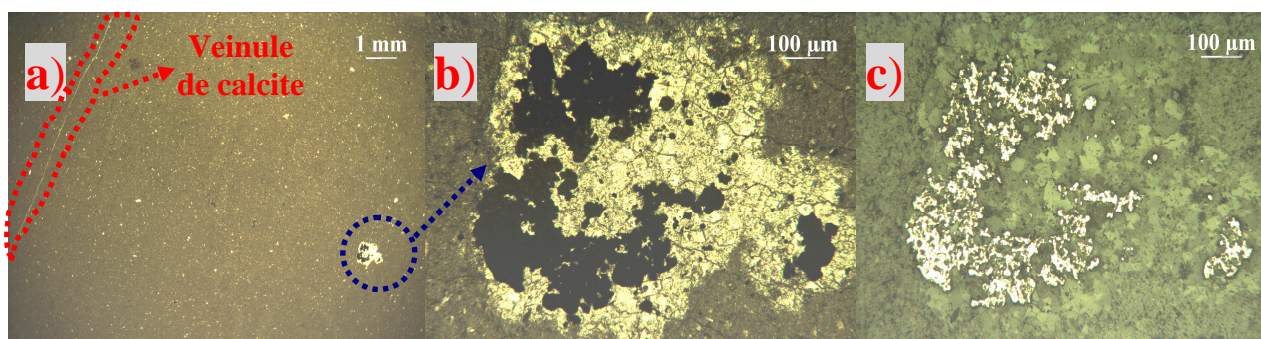


Figure 3.21 : Observation d'une lame mince de granulats calcaire gris foncé (échantillon P1) au microscope optique polarisant, a) micrite recoupée par une veinule de calcite (micro-sparite), b) amas sparitique (clair) avec matière organique et pyrite (sombre), c) pyrite identifiée en lumière réfléchie.

Echantillon P2: Mudstone à ciment sparitique (figure 3.22)

L'échantillon P2 est une roche carbonatée à grains très fins (micrite, figure 3.22.a) de couleur brune, renfermant des plages de 100 à 300 μm de diamètre constituées de micro-sparite (cristaux de 30 μm de côté, figure 3.22.b) et renfermant aussi une association de matière organique et de pyrite (identifiée en lumière réfléchie, figure 3.22.c). On observe quelques grains de pyrite disséminés dans la matrice (dont 1 automorphe de 50 μm de côté) sans sparite autour mais avec une auréole de matière organique (figure 3.22.c). De nombreuses veinules de calcite de type micro-sparite (d'épaisseur variant de 10 à 30 μm) parcourent la roche et sont entrecroisées (figure 3.22.a).

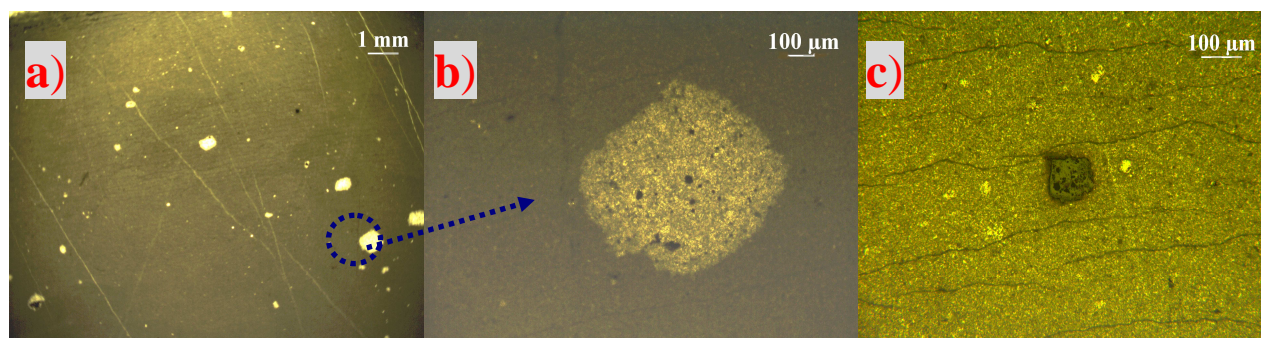


Figure 3.22 : Observation d'une lame mince de granulat calcaire marron foncé (échantillon P2) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinules de micro-sparite, b) amas sparitique, c) pyrite avec une auréole de matière organique.

Echantillon P3: Mudstone à veine de ciment sparitique (figure 3.23)

L'échantillon P3 est une roche à grains très fins (micrite) de couleur brun clair avec de nombreux grains de calcite incolores de taille variant de 20 μm à 50 μm , avec quelques lentilles sparitiques de taille allant de 100 μm à 300 μm de longueur ainsi que des traces de matière organique (brun sombre). La matrice est recoupée par 2 familles de veinules de calcite (10 μm de puissance) se coupant avec un angle d'environ 60° (figure 3.23.a). Une veine de calcite d'environ 1 mm de puissance est sub-parallèle à une des familles de veinules (figure 3.23.b). Elle est formée de cristaux de sparite de 100-300 μm de diamètre. Une petite veine plissotée, de 30 μm de largeur, est également sub-parallèle à la plus grosse veine (figure 3.23.c). La matrice micritique de cette roche est similaire à celle des échantillons P1 et P2.

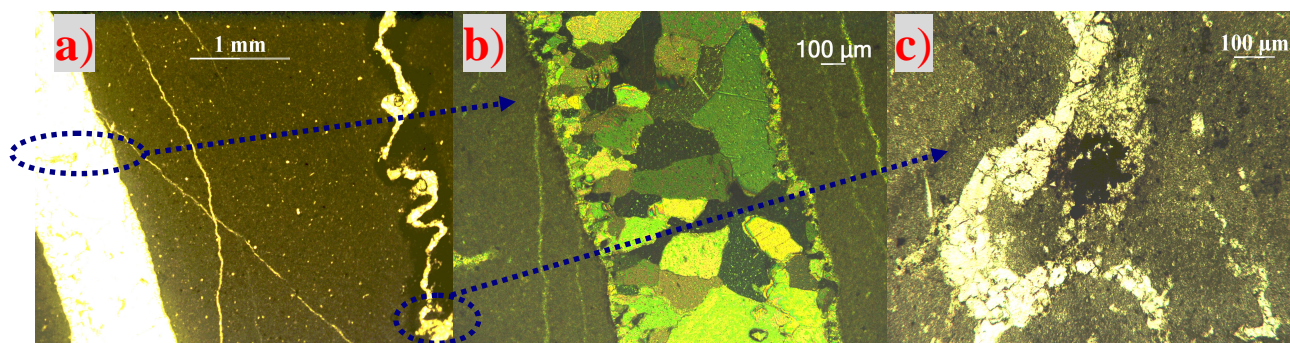


Figure 3.23 : Observation de lame mince de granulat calcaire marron clair (échantillon P3) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinules entrecroisées, veine sparitique et veine plissée, b) zoom de la veine sparitique de gauche, c) veine plissée (clair) avec matière organique et pyrite (sombre).

Echantillon P4: Mudstone à ciment sparitique (figure 3.24)

L'échantillon P4 est assez similaire à P2. Il contient des veines de calcite plus nombreuses, plus rectilignes et plus larges (figure 3.24.a). Cette roche carbonatée contient de nombreux grains de sparite isolés de taille variant de 5 à 10 μm , ainsi que des amas lenticulaires de microsparite (300 à 500 μm de diamètre (figure 3.24.a)). De plus, on note la présence d'une zone de sparite d'1mm de large constituée de grains de taille d'environ 100 à 500 μm (figure 3.24.b). Cette zone est entourée de grains sombres constitués d'un assemblage de pyrite (figure 3.24.c) et de matière organique visible en lumière réfléchie (figure 3.24.c).

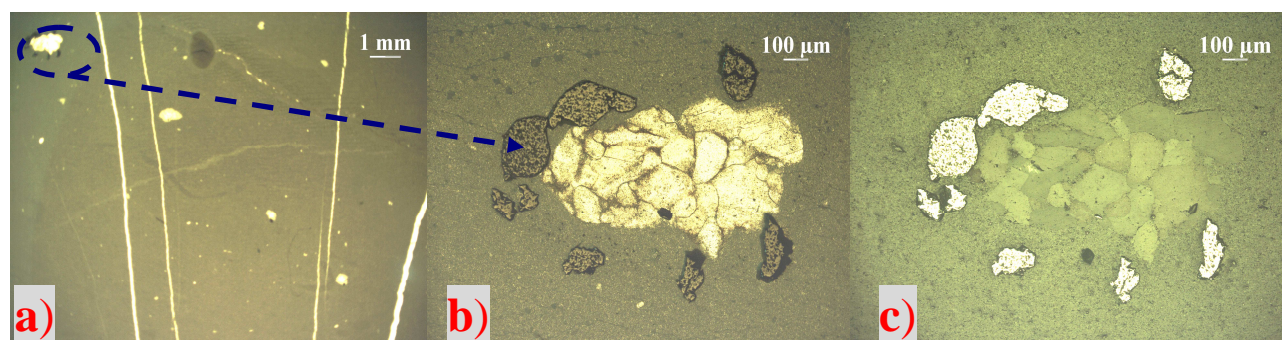


Figure 3.24 : Observation de lame mince de granulat calcaire gris clair (échantillon P4) au microscope optique polarisant, a) micrite avec veinule et sparite, b) sparite entourée de pyrite et de matière organique, c) pyrite identifiée en lumière réfléchie.

A partir de ces quatre observations de lames minces, nous pouvons retenir que ces granulats calcaires sont des mudstones carbonatés (99,5%) à ciment sparitique, renfermant de nombreux grains de calcite de petite taille (5 μm à 50 μm), quelques amas sparitiques (100 μm à 600 μm), quelques veinules de calcite de 10 μm ou 1 mm d'épaisseur (calcaire marron clair et calcaire gris). On note aussi une très faible quantité de matière organique et de pyrite.

4.1.2. Analyse pétrographique du granulat siliceux

Ce granulat siliceux contient 91% de quartzites et environ 7% de grès d'après l'observation macroscopique. Les graviers de quartzites sont de forme arrondie et montrent une surface lisse. Les graviers de grès à ciment siliceux sont de forme arrondie et aplatie et montrent une surface rugueuse. L'étude microscopique des granulats de cette carrière a été réalisée à partir de huit lames minces correspondant aux huit types lithologiques les plus abondants. Ce sont un quartzite blanc (échantillon I1), un quartzite marron (échantillon I2), un quartzite gris clair (échantillon I3), un

quartzite gris foncé (échantillon I4), un quartzite sédimentaire (échantillon I5), grès gris (échantillon I6), grès clair (échantillon I7), grès marron (échantillon I8).

Echantillon I1: Quartzite blanc de faible degré métamorphique (figure 3.25)

C'est une roche siliceuse ayant subi un métamorphisme. Elle est constituée exclusivement de grains de quartz de taille entre 100 μm et 2 mm. La forme des grains est irrégulière. Les joints de grain présentent de petites indentations.

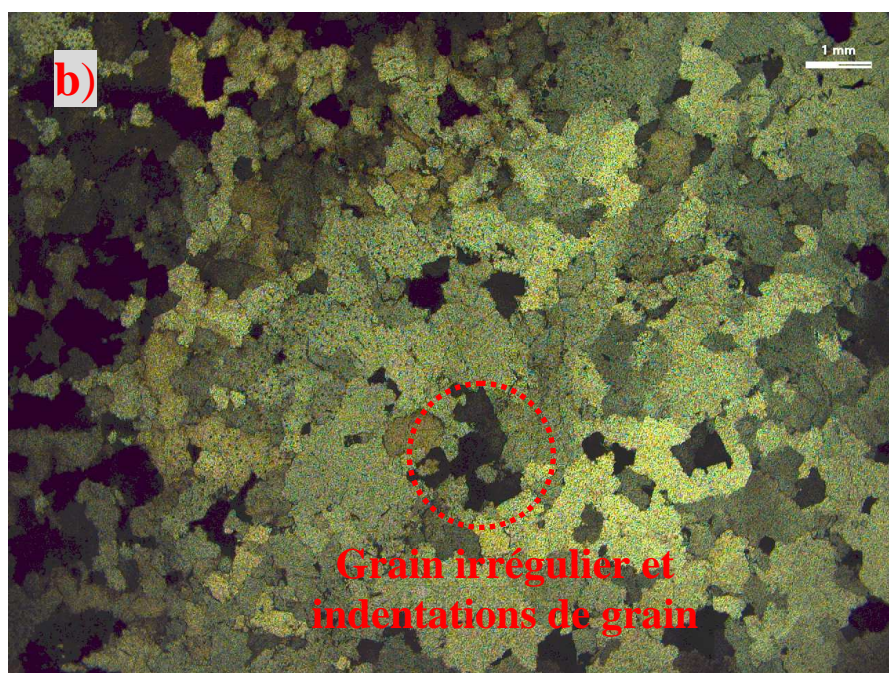


Figure 3.25 : Photographies d'un granulats de quartzite blanc (échantillon I1), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.

Echantillon I2: Quartzite marron de faible degré métamorphique (figure 3.26)

C'est une roche siliceuse qui est constituée exclusivement de grains de quartz de forme irrégulière, présentant des indentations. La recrystallisation est plus marquée que pour I1. Deux familles de tailles de grains sont présentées (2 à 3 mm et de 200 à 500 μm).



Figure 3.26 : Photographies d'un granulats de quartzite marron (échantillon I2), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.

Echantillon I3: Quartzite gris clair de faible degré métamorphique (figure 3.27)

Il est identique à l'échantillon I2 sauf pour les tailles de grains. Les plus gros sont de taille supérieure à 3 mm et les petits sont de tailles comprises entre 50 et 200 μm . Nous avons vu aussi quelques biotites de quelques micromètres de longueur en quantité très inférieure à 1%.

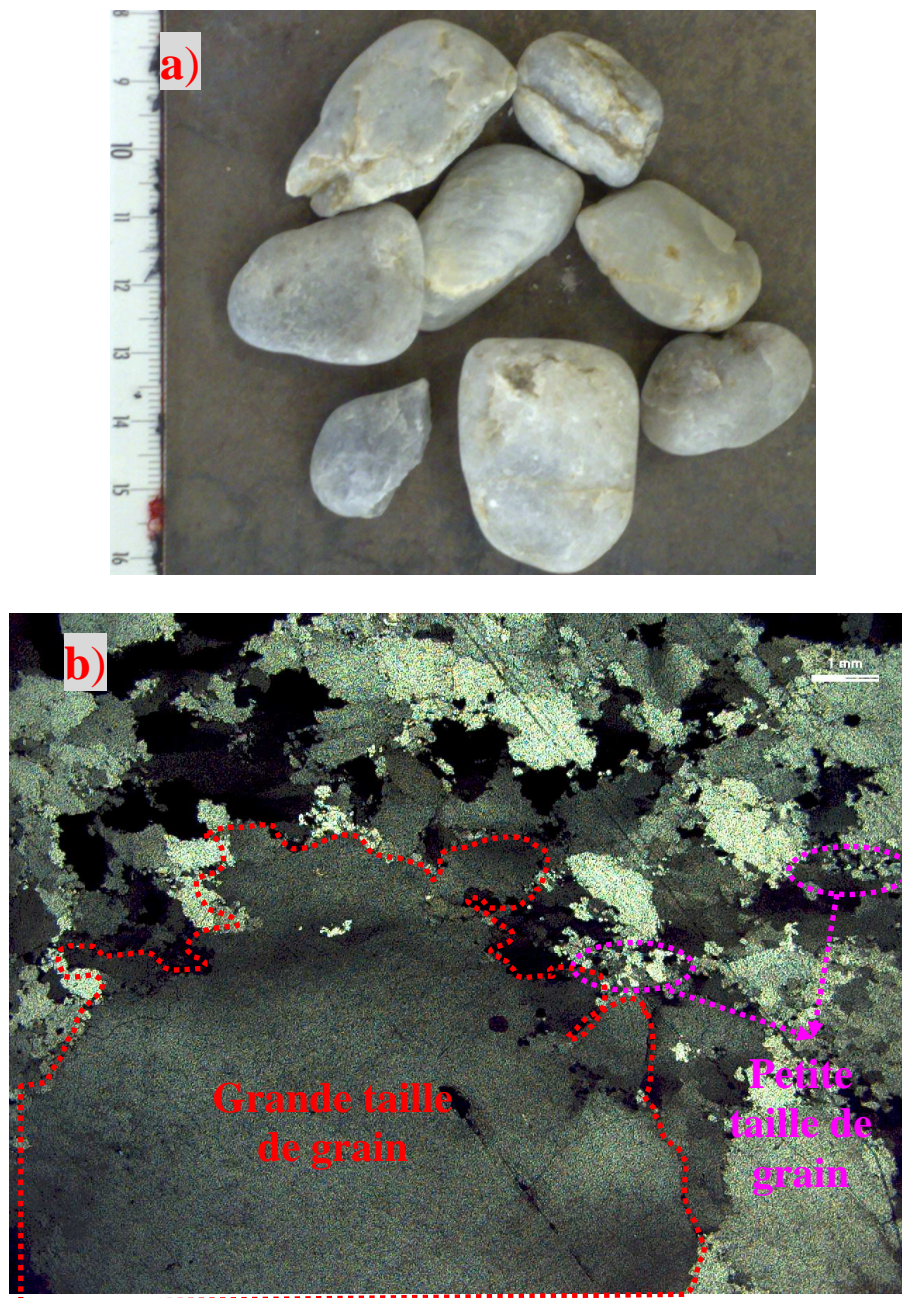


Figure 3.27 : Photographies d'un granulat de quartzite gris clair (échantillon I3), a) observation macroscopique, b) observation au microscope optique en lumière polarisée et analysée.

Echantillon I4: Quartzite métamorphique gris foncé (figure 3.28)

C'est une roche siliceuse qui est constituée exclusivement de quartz. Les grains sont de taille centimétrique et montrent une forme allongée, anguleuse et sont parallèles les uns aux autres. Les grains de quartz montrent une intense déformation interne. Les joints de grains sont remplis rarement par des petits cristaux de quartz d'environ 10 à 30 μm (figure 3.28.b). Nous avons observé de plus des vides dans ce granulat.

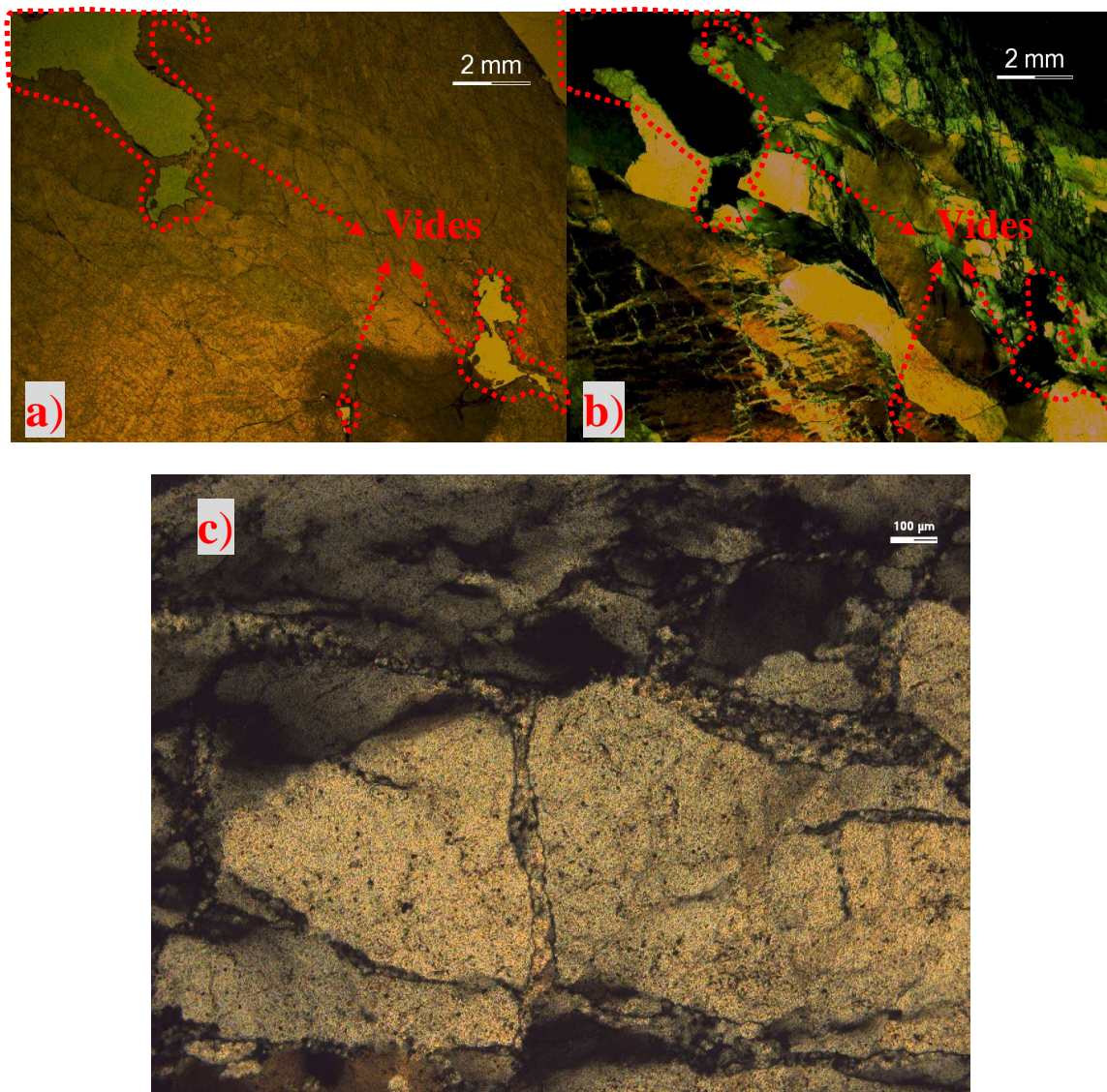
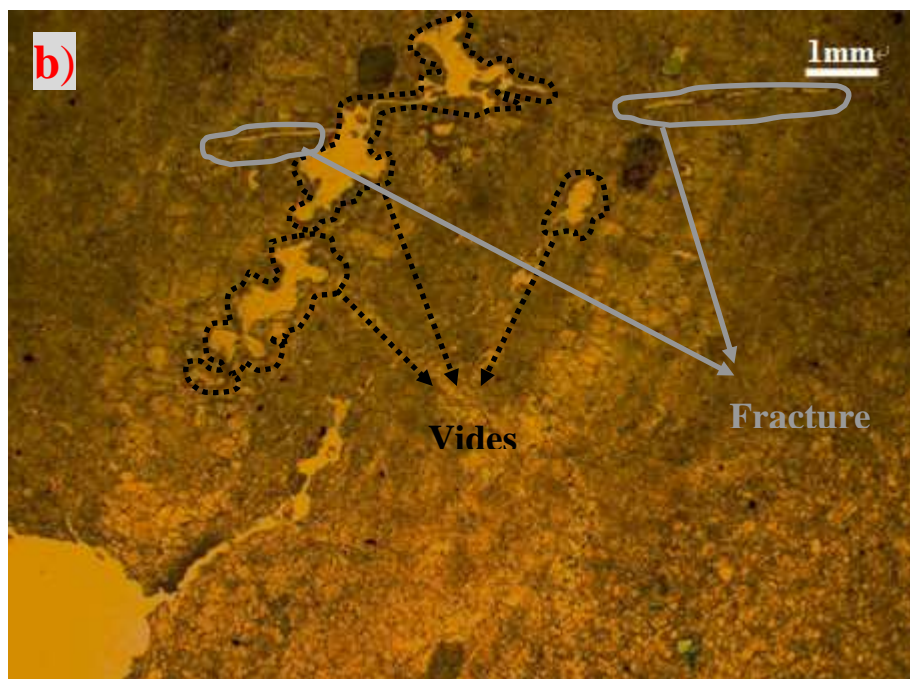
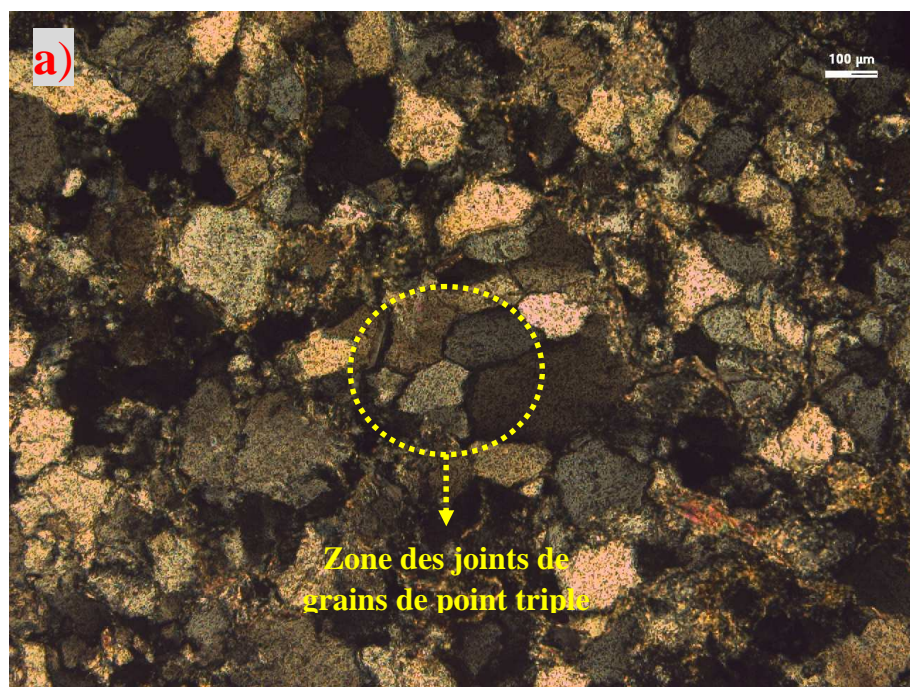


Figure 3.28 : Observation de lame mince de granulat quartzite gris foncé (échantillon I4) au microscope optique polarisant, a) géodes, b) quartz parallèle et géodes, c) les joints de grains remplis par de petits quartz.

Echantillon I5: Quartzite sédimentaire (figure 3.29)

Cette roche siliceuse montre une texture sédimentaire. Elle est constituée exclusivement de grains de quartz jointifs aux caractéristiques détritiques bien marquées. On observe quelques joints de

grains formant rarement des points triples indiquant un début de recristallisation des grains (figure 3.29.a). La taille de grain est de l'ordre de 100 μm . La roche est parcourue par des zones de veine diffuses de quartz et parfois vides d'épaisseur millimétrique dans lesquelles les grains de quartz sont allongés, parallèles, et de taille plus importante (500 μm -1 mm) (figure 3.29.b). Leur extrémité montre un habitus polygonal avec présence de points triples. Nous avons observé aussi une micro-fracture à remplissage de quartz.



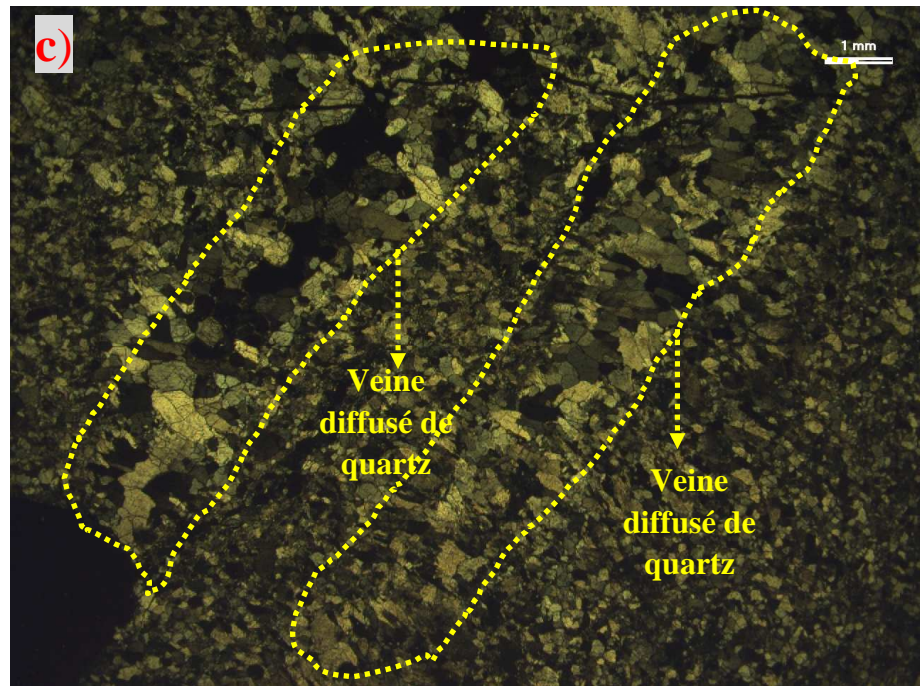


Figure 3.29 : Observation de lame mince de quartzite sédimentaire (échantillon I5) au microscope optique polarisant, a) quartz de forme détritique avec les joints de grains formant des point triple, b) Géodes et micro-fracture, c) zone de veine diffuse de quartz et de quartz géodique.

Echantillon I6: Grès à matrice argileuse abondante (figure 3.30)

Roche siliceuse d'origine sédimentaire constituée d'environ 50% de grains de quartz et 50% de matrice argileuse de couleur grise, renfermant des micas blancs et quelques minéraux lourds (figure 3.30.b). Les grains de quartz sont arrondis et leur taille est comprise entre 50 et 300 μm . La matrice argileuse renferme des amas de matière organique et de pyrite.

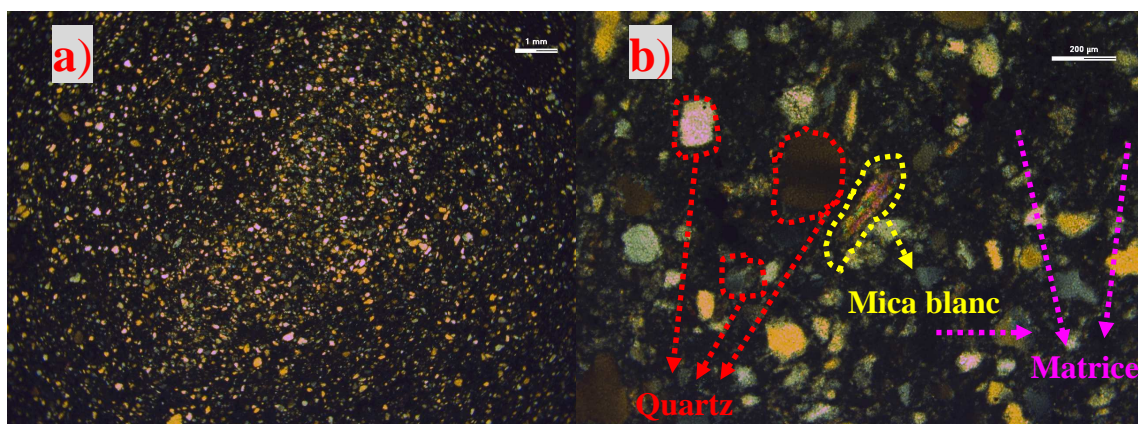
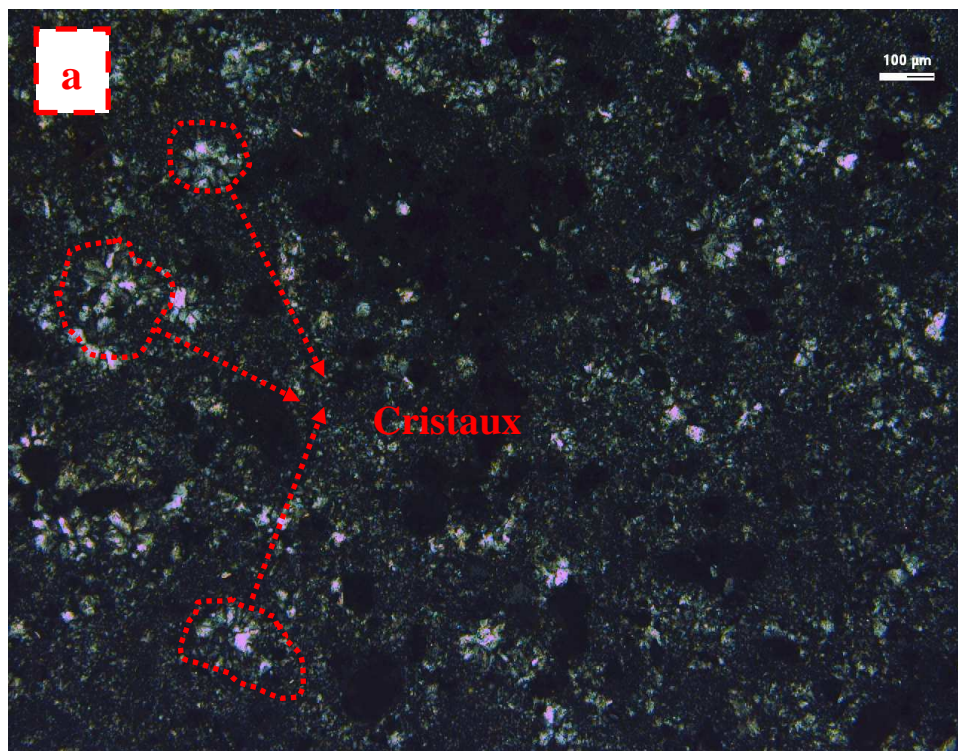


Figure 3.30 : Observation microscopique de granulat de grès gris (échantillon I6), a) quartz et matrice argileuse, b) mica blanc.

Echantillon I7: Grès à matrice siliceuse (figure 3.31)

Roche siliceuse à grain très fin, d'origine sédimentaire, renfermant quelques grains de quartz détritiques de forme arrondie (taille 50 à 100 μm), dans une matrice siliceuse à grain très fin. Localement la silice a précipité sous forme de cristaux aciculaires à structure radiale de diamètre environ 100 μm (figure 3.31.a). De nombreux pores de forme rhomboïdale de dimension 100 μm sont observés dans la roche (figure 3.31.b). Il s'agit possiblement de cristaux de dolomite dissous durant la diagenèse.



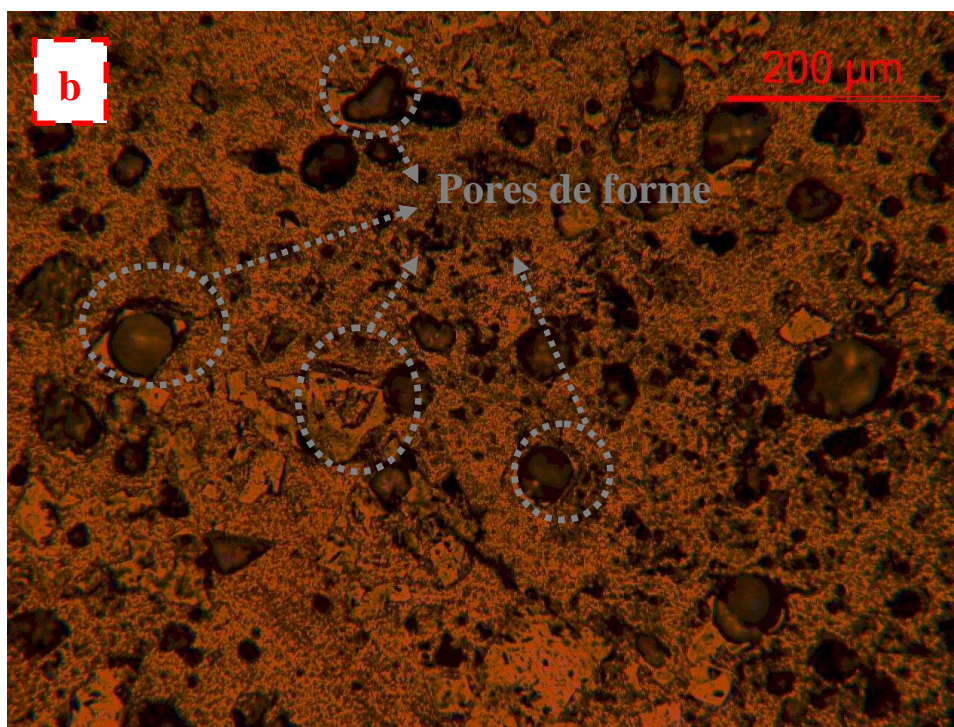


Figure 3.31 : Observation microscopique de granulat de grès clair (échantillon I7), a) cristaux de quartz aciculaires à structure radiale, b) pores de forme rhomboïdale.

Echantillon I8: Grès à matrice d'argiles et d'oxydes (figure 3.32)

Roche sédimentaire, siliceuse, détritique, constituée de grains de quartz de forme arrondie ou anguleuse, de taille variant entre 50 μm et 400 μm . Les grains sont entourés d'une matrice brun-orange à grain très fin constituée d'argiles et d'oxydes de fer. La matrice représente moins de 10% du volume de la roche. On note également la présence de quelques micas blancs (figure 3.32.b).

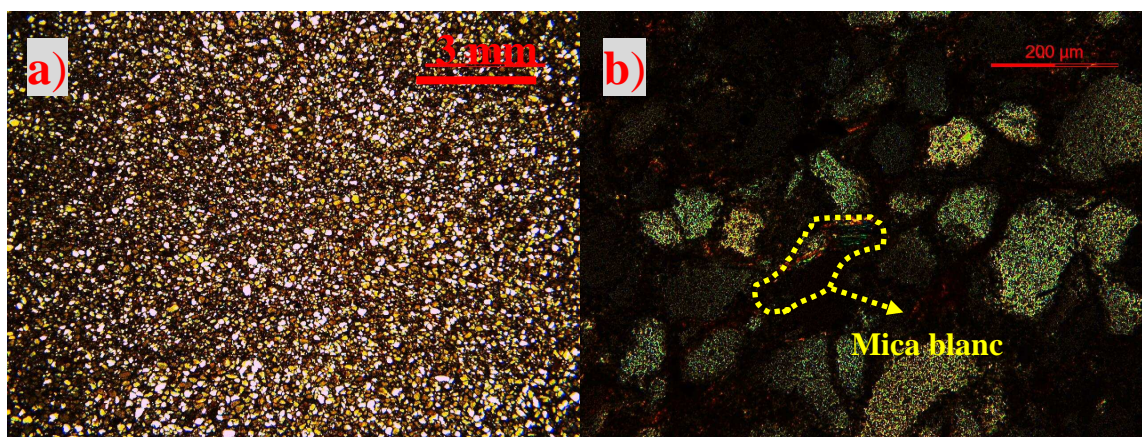


Figure 3.32 : Observation de lame mince de granulat de grès marron (échantillon I8) au microscope optique polarisant, a) quartz et matrice argileuse, b) mica blanc.

Grâce aux observations de lames minces en microscopie optique, nous avons pu déterminer que les granulats siliceux sont des quartzites métamorphiques d'origine sédimentaire. Ils sont constitués essentiellement de grains de quartz de formes irrégulières et anguleuses (quartzite blanc, quartzite marron et quartzite gris) avec indentation des joints de grain, ou de forme allongée (quartzite gris foncé) avec une orientation préférentielle résultant d'une intense déformation. La taille des grains varie de 100 μm à 3 mm.

4.1.3. Analyse pétrographique du granulat silico-calcaire

L'observation macroscopique montre que la composition du granulat silico-calcaire est constituée d'une grande proportion de silex (70%) de couleurs variables, de carbonates (24%) et d'une petite proportion de nature diverses (6%). L'étude microscopique de ce granulat est détaillée ci-dessous.

4.1.3.1. Les silex:

Quatre types de silex ont été distingués : silex noir (échantillon A1), silex marron (échantillon A2), silex gris (échantillon A3) et silex beige (échantillon A4). Pour chaque type, une lame mince a été préparée et étudiée.

Echantillon A1: Silex noir (figure 3.33)

C'est une roche sédimentaire siliceuse à grains très fins de taille comprise entre 5 et 20 μm , renfermant des zones de calcédoine de forme arrondie (100 μm à 200 μm) ou de forme allongée (100

μm à $300 \mu\text{m}$), présentant des “ailes de Papillon” caractéristiques. On note de rares grains de calcite de taille $50 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$ (figure 3.33.a). On présume la présence d'oxydes de fer en imprégnation de la matrice et en association avec certaines zones de silice à grain plus grossier que la matrice (figure 3.33.b).

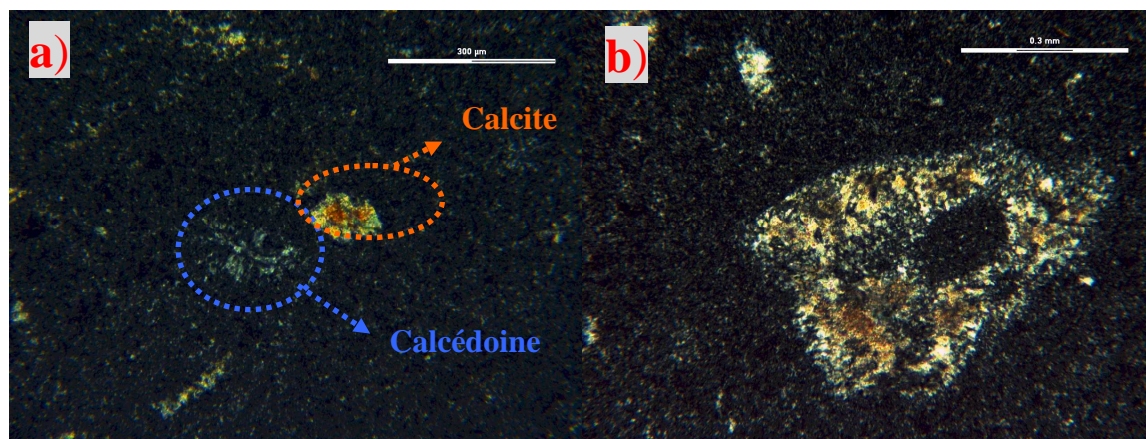


Figure 3.33 : Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex noir (échantillon A1), a) calcédoine et calcite, b) oxydes de fer associés avec une zone de silice.

Echantillon A2: silex marron (figure 3.34)

C'est une roche sédimentaire siliceuse à grains très fins ($5 \mu\text{m}$ à $20 \mu\text{m}$) renfermant des zones de calcédoine de forme arrondie ($100 \mu\text{m}$ à $200 \mu\text{m}$). L'observation à l'œil nu de la lame mince montre des auréoles concentriques de couleur orangée, vraisemblablement constituées d'oxydes de fer. Elles se traduisent en lumière polarisant non analysée (LPNA) par une grande abondance de taches irrégulières et de couleur rouille, de taille variant de 10 à $100 \mu\text{m}$ disposées en arc de cercle. En lumière polarisant analysée (LPA), il apparaît que certaines de ces taches sont associées à des zones de calcédoine à grain grossier comme observé, dans une moindre mesure, dans la lame A1, traduisant une hétérogénéité de porosité et de perméabilité dans la roche. Exceptionnellement, certains silex marrons contiennent jusqu'à 20% de calcite sous forme de fossiles.

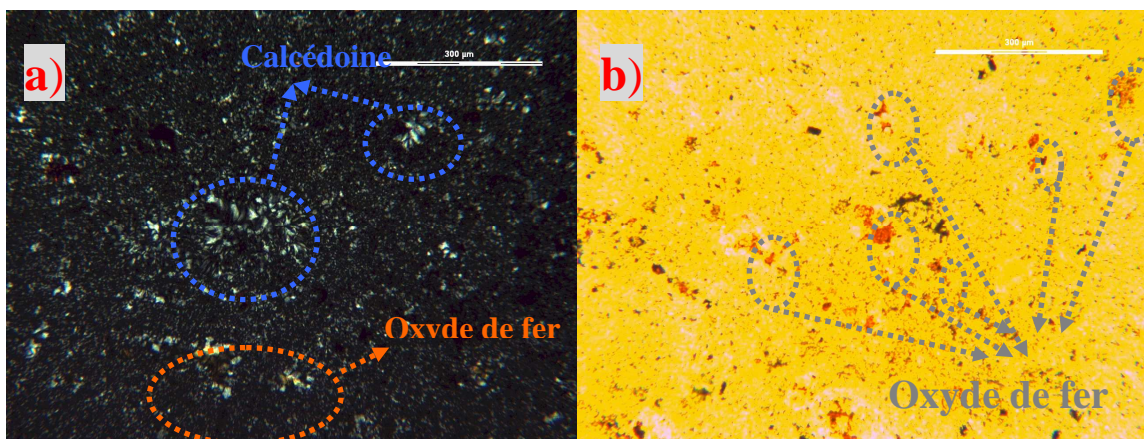


Figure 3.34 : Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex marron (échantillon A2), a) calcédoine en ailes de papillon et oxydes de fer, b) oxydes de fer (LPNA).

Echantillon A3: silex gris (figure 3.35)

Roche sédimentaire siliceuse à grains très fins (5 µm à 20 µm) renfermant des zones de calcédoine de forme arrondie (100 µm à 400 µm) ou allongée (100 µm à 500 µm). Des zones constituées de grains de calcite de taille variant de 20 à 100 µm sont observées plus fréquemment que dans l'échantillon A1. Elles sont en association avec la calcédoine.

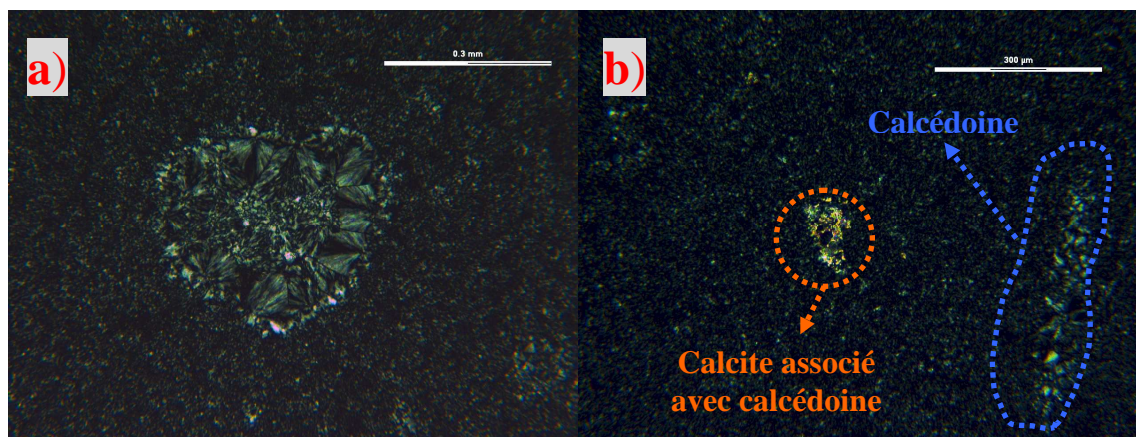


Figure 3.35 : Photographies en microscopie optique d'un granulat de silex gris (échantillon A3), a) calcédoine, b) calcite associé avec de la calcédoine.

Echantillon A4: silex beige (figure 3.36)

Il est presque identique à l'échantillon A3, mais il contient de nombreuses zones de calcédoine allongées. Une zone bordée par de la calcédoine avec une taille de grains centimétrique plus

grossier que la zone centrale peut être observée. On observe deux tailles différentes de grain au total.

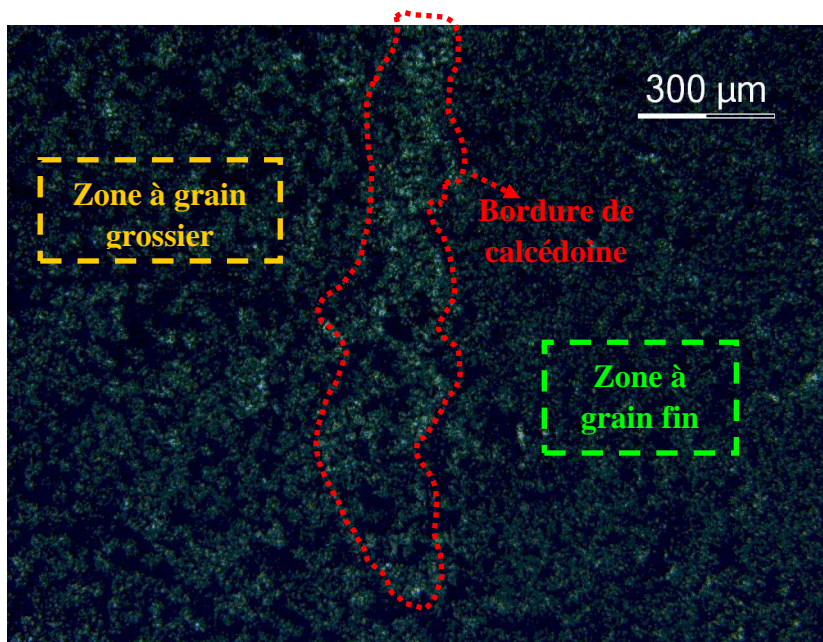


Figure 3.36 : Photographie en microscopie optique d'un granulats de silex beige (échantillon A4).

4.1.3.2. Les carbonates

Nous avons préparé trois lames minces avec un granulats calcaire gris (échantillon A5), un calcaire blanc (échantillon A6) et un calcaire marron (échantillon A7). Leur composition pétrographique détaillée est décrite ci-dessous.

Echantillon A5: Intramicrite (figure 3.37)

A5 est une roche carbonatée présentant de nombreuses hétérogénéités d'échelle centimétrique à inframillimétrique. La roche renferme plusieurs constituants : des zones micritiques arrondies (0.5 mm à 2 mm) et des pellets sombres. La matrice micritique est plus claire que les pellets. On observe de nombreux filonnets sparitiques coalescents qui recoupent la matrice et les pellets.

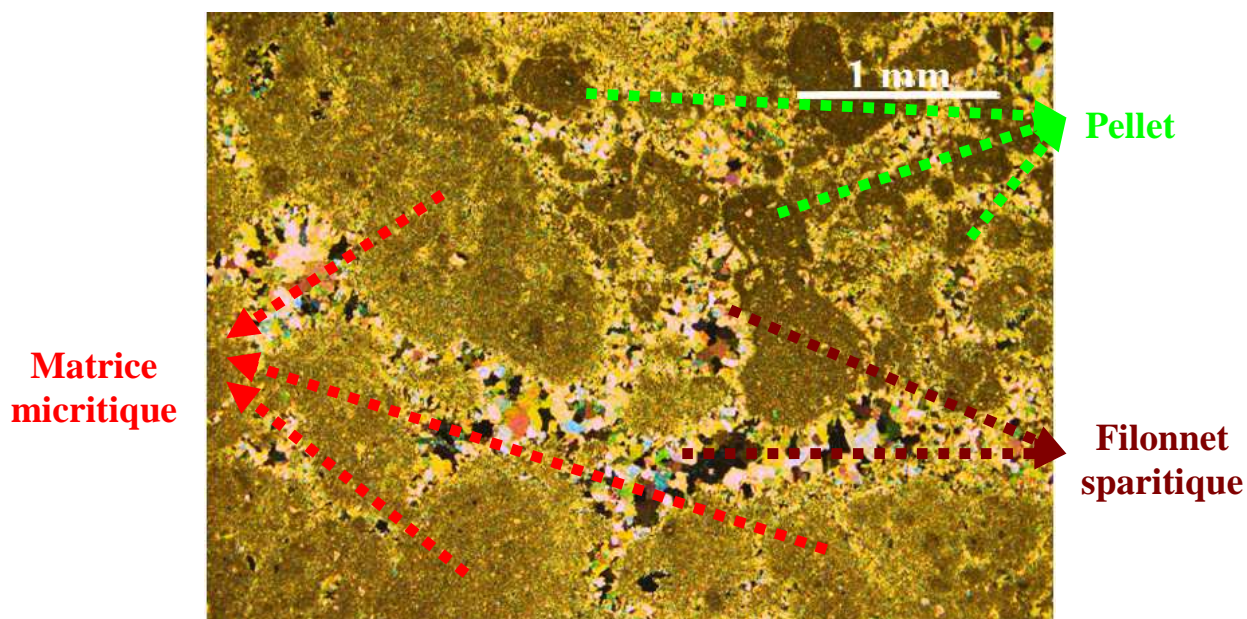


Figure 3.37 : Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire gris (échantillon A5).

Echantillon A6: Biomicrite (figure 3.38)

A6 est une roche sédimentaire carbonatée à grain très fin (micrite) renfermant de très nombreux fragments de coquilles de taille variant de 50 à 500 μm , de très nombreux fragments de coquilles de 50 μm de forme arrondie et quelques fragments de coquille de forme d'allongée de taille 300 μm à 1mm. La roche comporte des zones sombres plurimillimétriques correspondant vraisemblablement à une concentration de matière organique sans signature en fluorescence UV. Certaines coquilles sont remplies par de la sparite. On note quelques grains de quartz de taille d'environ 150 μm . En lumière réfléchie, on voit de petites taches de 20 μm correspondant à des minéraux métalliques (sulfures), ainsi que des petites zones (50 μm) d'oxydes de fer à l'intérieur de bioclastes.

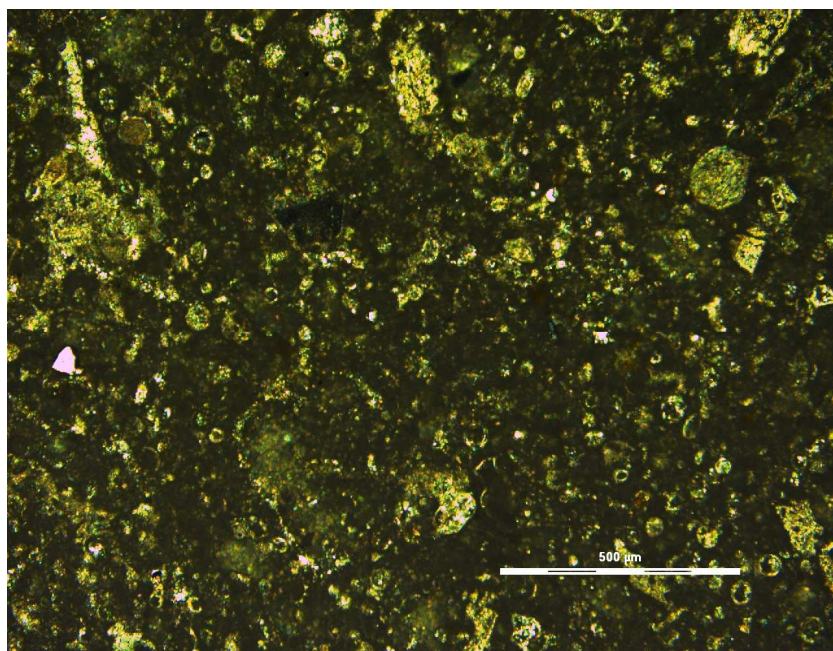


Figure 3.38 : Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire blanc (échantillon A6).

Echantillon A7: Oopelbiosparite (figure 3.39)

A7 est une roche sédimentaire carbonatée riche en bioclastes (coquilles et algues), oolites et pellets d'environ 200 μm plus ou moins jointifs et liés par un ciment sparitique (taille des cristaux de 100 à 500 μm).

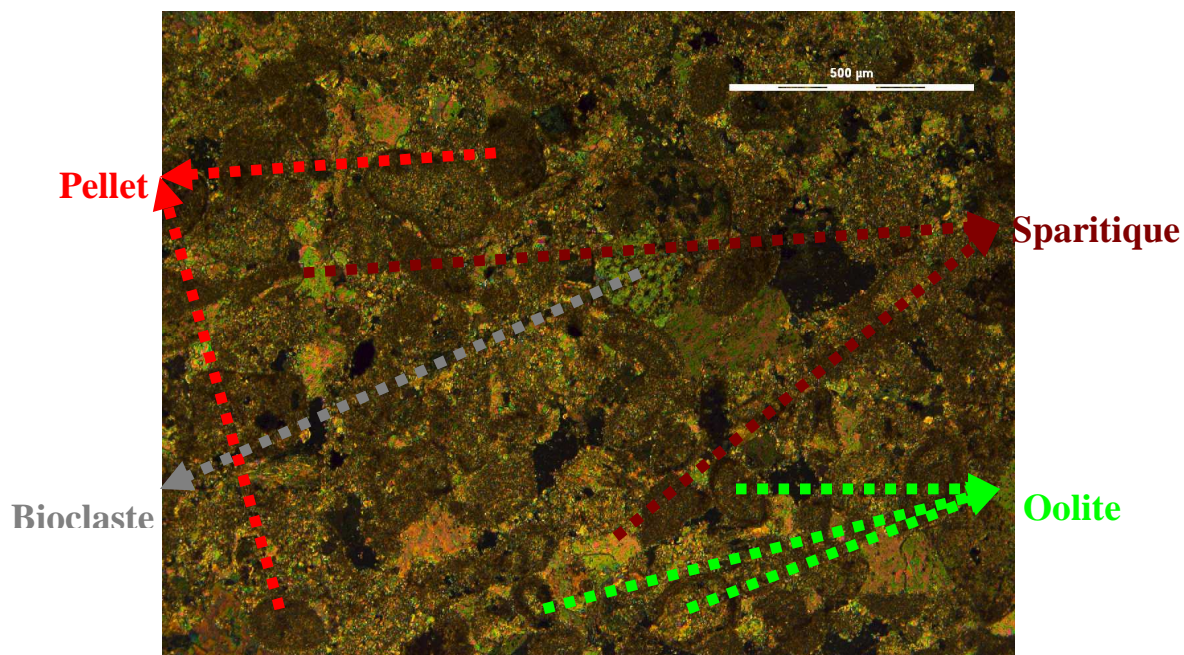


Figure 3.39 : Photographie en microscopie optique d'un granulat calcaire marron (échantillon A7)

4.1.3.3. Autres types lithologiques non déterminés macroscopiquement

En plus de la grande proportion de silex et calcaires, nous avons une petite proportion de granulat assez diversifiée. Afin d'avoir une connaissance complète du granulat silico-calcaire, nous avons fabriqué huit lames minces avec certains granulats non déterminés de façon macroscopique. Après observation en microscopie optique, nous pouvons regrouper ces huit granulats en trois groupes qui sont des roches carbonatées (échantillons 1, 2, 4, 5, 7), des grès (échantillon 8) et des microconglomérats (échantillons 3, 6) décrits ci-après :

Roche Carbonatée :

Echantillon 1: Mudstone à ciment sparitique (figure 3.40)

C'est un calcaire micritique renfermant de nombreux grains sparitiques détritiques de taille 20-300 μm , de rares fragments lithiques de quartzite d'environ 300 μm et quelques zones microsparitiques à sparitiques de taille de 100 μm à 1 mm. La roche est traversée par une microveine de sparite de 200 μm de puissance. La roche renferme également quelques quartz en ailes de papillon (figure 3.40.b)

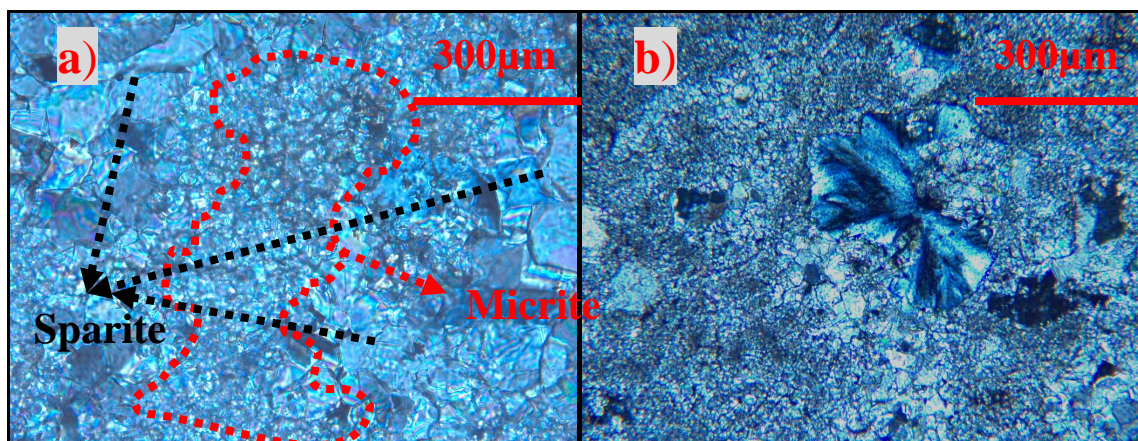


Figure 3.40 : Photographies en microscopie optique de l'échantillon 1, a) micrite avec plage de sparite, b) quartz en papillon.

Echantillon 2: Mudstone à silex (figure 3.41)

Calcaire micritique renfermant une zone de silex d'environ 4 mm de large et de nombreuses zones lenticulaires de longueurs variables de 50 μm à 1,5 mm constituées de silice fibreuse et de sparite automorphe géodique. La matrice micritique est hétérogène. La limite entre la matrice micritique et

la zone de silex principale est nette, bien marquée sauf dans une zone où les 2 s'interpénètrent localement.

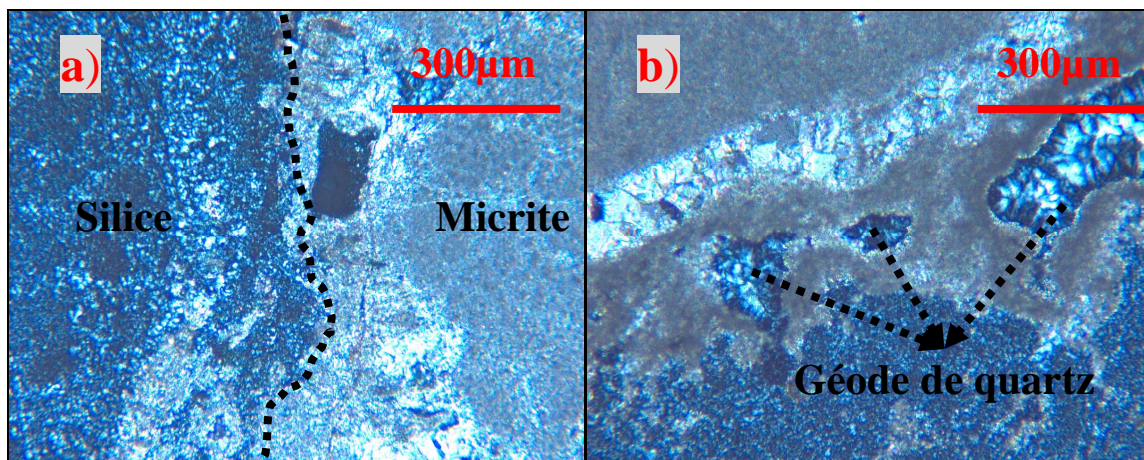


Figure 3.41 : Photographies en microscopie optique de l'échantillon 2, a) transition entre micrite et silice, b) géode de quartz.

Echantillon 4 : Packstone bioclastique à glauconite (figure 3.42)

C'est une roche carbonatée hétérogène à matrice micritique et ciment sparitique renfermant de très nombreux bioclastes calcitiques et glauconitiques ainsi que des fragments lithiques (silex) de 300 à 800 µm. La glauconite est très abondante et a épigénésé de nombreux bioclastes. Il s'agit donc d'un calcaire bioclastique d'origine marine montrant une porosité géodique.

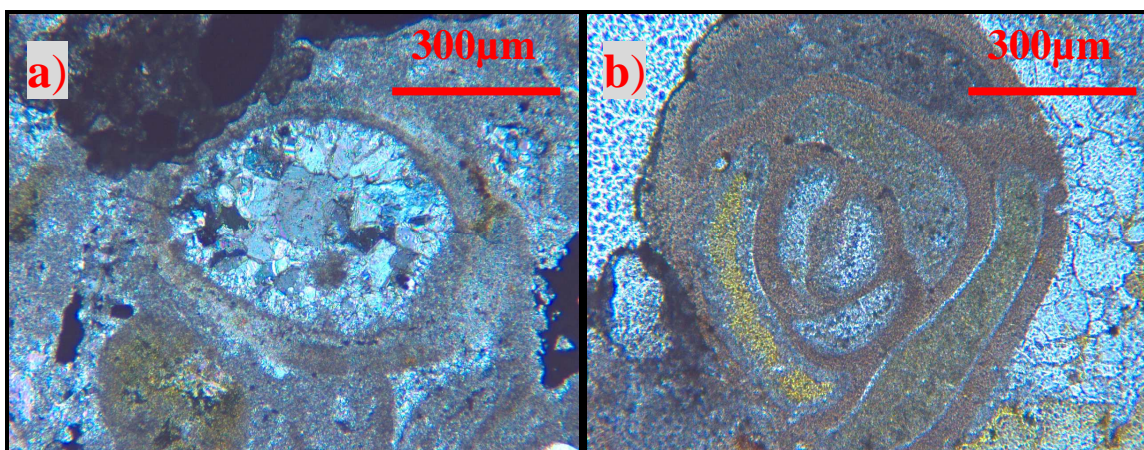


Figure 3.42 : Photographies en microscopie optique de l'échantillon 4, a) bioclaste rempli de calcite (sparite), b) bioclaste glauconitisé (LPNA).

Echantillon 5 : Calcaire à ciment siliceux (figure 3.43)

Roche carbonatée (sparitique et micritique) à ciment siliceux (fibreuse) montrant une

interpénétration de ses 2 constituants hétérogènes. Certaines zones sont à dominante siliceuse, d'autres à dominante carbonatée.

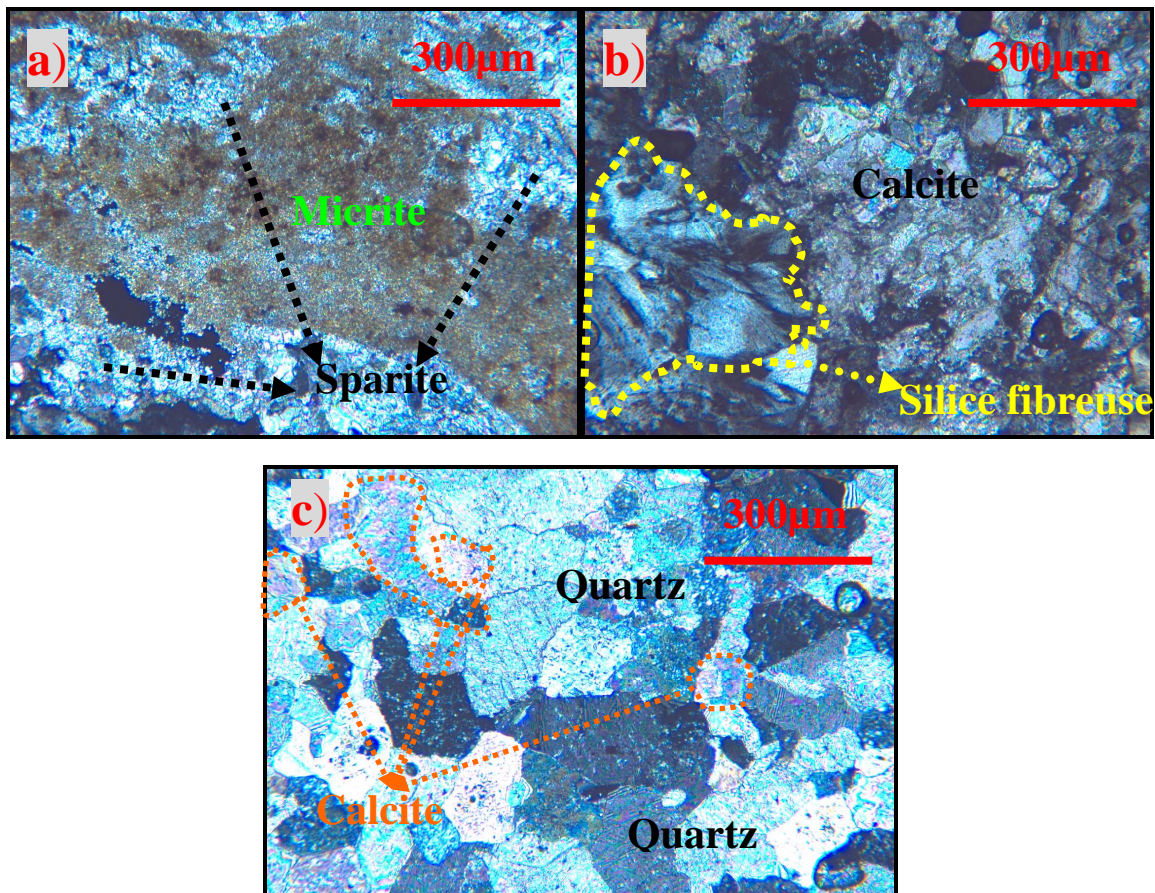


Figure 3.43 : Photographies en microscopie optique de l'échantillon 5, a) micrite et sparite, b) silice fibreuse et calcite, c) quartz et calcite.

Echantillon 7 : Marbre (calcaire recristallisé) (figure 3.44)

Roche métamorphique carbonatée constituée de cristaux fibreux de calcite montrant des charnières de pli (figure 3.44).

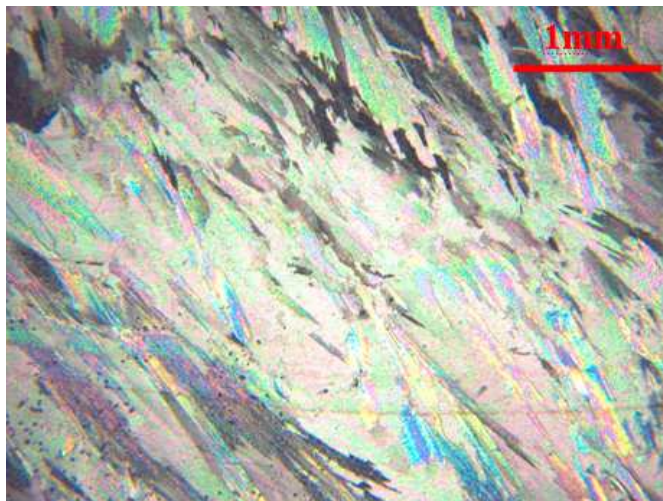


Figure 3.44 : Photographie en microscopie optique de calcite fibreuse, échantillon 7.

Grès :

Echantillon 8 : Grès à ciment siliceux (à grains fins et à surcroissances) (figure 3.45)

Roche siliceuse détritique constituée de grains jointifs polygonaux : quartz, fragments de silex, fragments de grès, rares feldspaths. La forme des grains est généralement polygonale, les joints formant des points triples. Localement, on note la présence d'un ciment siliceux à grains très fins peu développés. Quelques grains de quartz présentant des surcroissances sont également observés (figure 3.45).

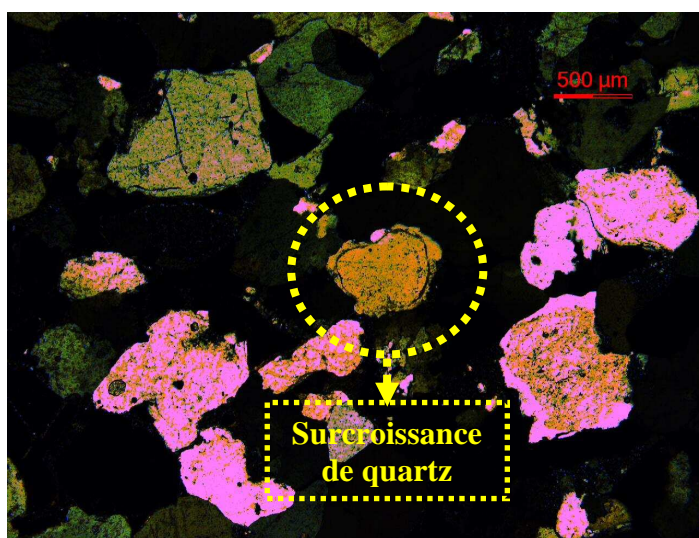


Figure 3.45 : Photographie en microscopie optique de l'échantillon 8 présentant une surcroissance autour d'un grain de quartz.

Les micro-conglomérats :

Echantillon 3: Micro-conglomérat polygénique

Roche sédimentaire détritique renfermant principalement des grains de quartz détritiques de taille d'environ 100 μm ainsi que des fragments lithiques millimétriques à centimétriques de calcaire micritique, quartzite, silex, ainsi que de rares grains de glauconite arrondis d'environ 50 μm . Le liant entre les éléments figurés a un grain très fin. Il s'agit vraisemblablement d'un mélange d'argile et d'oxydes. La présence de glauconite en grains très fins dans la matrice montre l'origine marine du liant.

Echantillon 6 : Micro-conglomérat à ciment d'oxyde de fer

Roche sédimentaire siliceuse hétérogène constituée de zones arrondies (fragments lithiques) sphérolithiques liées entre elles par un ciment siliceux à grain très fin (type silex) et localement un ciment d'oxydes de fer rouge sang. Une importante porosité subsiste entre les éléments arrondis et est soulignée par le ciment d'oxydes.

Grâce à cette étude pétrographique microscopique, nous savons que les silex de ce granulat renferment des zones de calcédoine (taille 100 à 400 μm), de la calcite en faible quantité ($\leq 1\%$) sous forme de grains disséminés (20-100 μm). Exceptionnellement, les silex (marron) contiennent jusqu'à 20% de calcite sous forme de fossiles. On observe également occasionnellement la présence d'oxydes de fer. Les carbonates du granulat silico-calcaire sont à grain très fin. Ce sont des pelmicrites (calcaire gris), des biomicrites (calcaire blanc) et des oopelbiosparites (calcaire marron) contenant quelques rares grains de quartz détritiques de petite taille ($< 150\mu\text{m}$), d'oxydes de fer et de sulfures. On note également la présence de nombreux filonnets sparitiques.

Par ailleurs cette étude microscopique nous permet de préciser que les granulats calcaires sont des mudstones carbonatés à ciment sparitique pratiquement purs contenant une très faible quantité de matière organique et de pyrite, les granulats siliceux contiennent principalement des quartzites métamorphiques (grains de quartz de taille variée de 100 μm à 3 mm) et que les granulats silico-calcaires sont polygéniques avec une majorité de silex renfermant des zones de calcédoine et

de faibles quantités de calcite. Nous noterons que la classification usuelle en Génie Civil (GC) regroupe les granulats en deux classes : siliceux et calcaires. Au sein d'une même classe GC, par exemple siliceux, nous pouvons donc trouver différentes formes de silice (quartz, calcédoine), ou de constituants à base de silice (quartzite, silex, grès etc...) ce qui peut influencer les comportements thermomécaniques. Il est donc utile d'analyser les granulats pour étudier de façon approfondie les propriétés des bétons.

4.2. Porosimétrie à l'eau des granulats sous vide

Pour chacun des ces trois types de granulat, 15 graviers de chaque nature lithologique sont testés. Une porosité moyenne pour chaque type lithologique est calculée à partir des mesures effectuées sur ces 15 éléments. La porosité totale d'un type de granulat est obtenue en effectuant une moyenne pondérée de l'ensemble des différents types pétrographiques de granulat (tableau 3.4). La figure 3.41 montre l'évolution de la porosité des granulats calcaires, silico-calcaires et siliceux en fonction de la température de chauffage. La porosité des silex n'a pas pu être mesurée au delà de 150°C, car ils ont éclaté en fragments multiples difficilement récupérables, dans le four. Pour les granulats silico-calcaires, l'étude de la porosité n'a ensuite été effectuée que sur les carbonates jusqu'à 600°C car la réhydratation de CaO générée par la décarbonatation perturbe les mesures après le cycle de chauffage à 750°C.

<i>Température</i>	<i>Granulat calcaire</i>		<i>Carbonates de granulat silico-calcaire</i>		<i>Silex</i>		<i>Granulat siliceux</i>	
	<i>Porosité moyenne</i>	<i>Ecart type</i>	<i>Porosité moyenne</i>	<i>Ecart type</i>	<i>Porosité moyenne</i>	<i>Ecart type</i>	<i>Porosité moyenne</i>	<i>Ecart type</i>
<i>20°C</i>	1.28	0.2	3.20	0.6	0.72	0.2	1.33	0.1
<i>150°C</i>	1.29	0.2	3.47	1.2	0.83	0.2	1.19	0.2
<i>300°C</i>	1.34	0.3	3.43	1.1			1.21	0.2
<i>450°C</i>	1.70	0.2	3.86	1.3			1.50	0.6
<i>600°C</i>	3.00	0.3	5.06	1.4			1.73	0.3
<i>750°C</i>							1.98	0.3

Tableau 3.4 : Porosité totale en % des trois types de granulats étudiés.

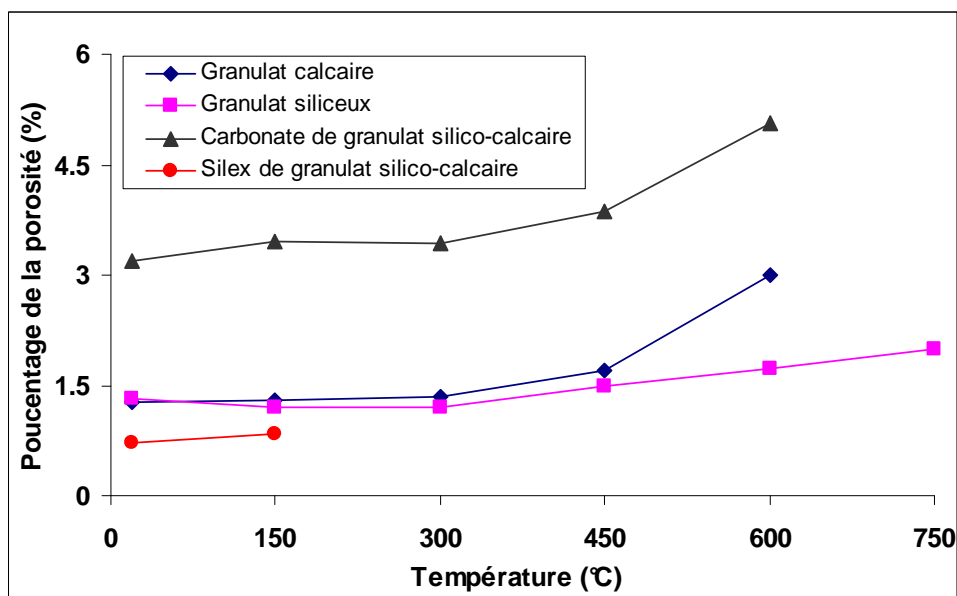


Figure 3.46 : Evolution de la porosité des granulats calcaires, silico-calcaires et siliceux après les cycles de chauffage-refroidissement.

La figure 3.46 montre que les silex ont une porosité très faible, de moins de 1%. Les carbonates du granulat silico-calcaire sont plus poreux que ceux du granulat calcaire. Les porosités des granulats calcaires et siliceux sont similaires et ne varient pas jusqu'à 300°C. Au-delà de 300°C, la porosité des carbonates augmente sensiblement plus pour les granulats calcaires.

4.3. Observation microscopique globale des endommagements de silex

L'observation de lame mince de silex chauffés à 600°C montre des fissures (figure 3.47).

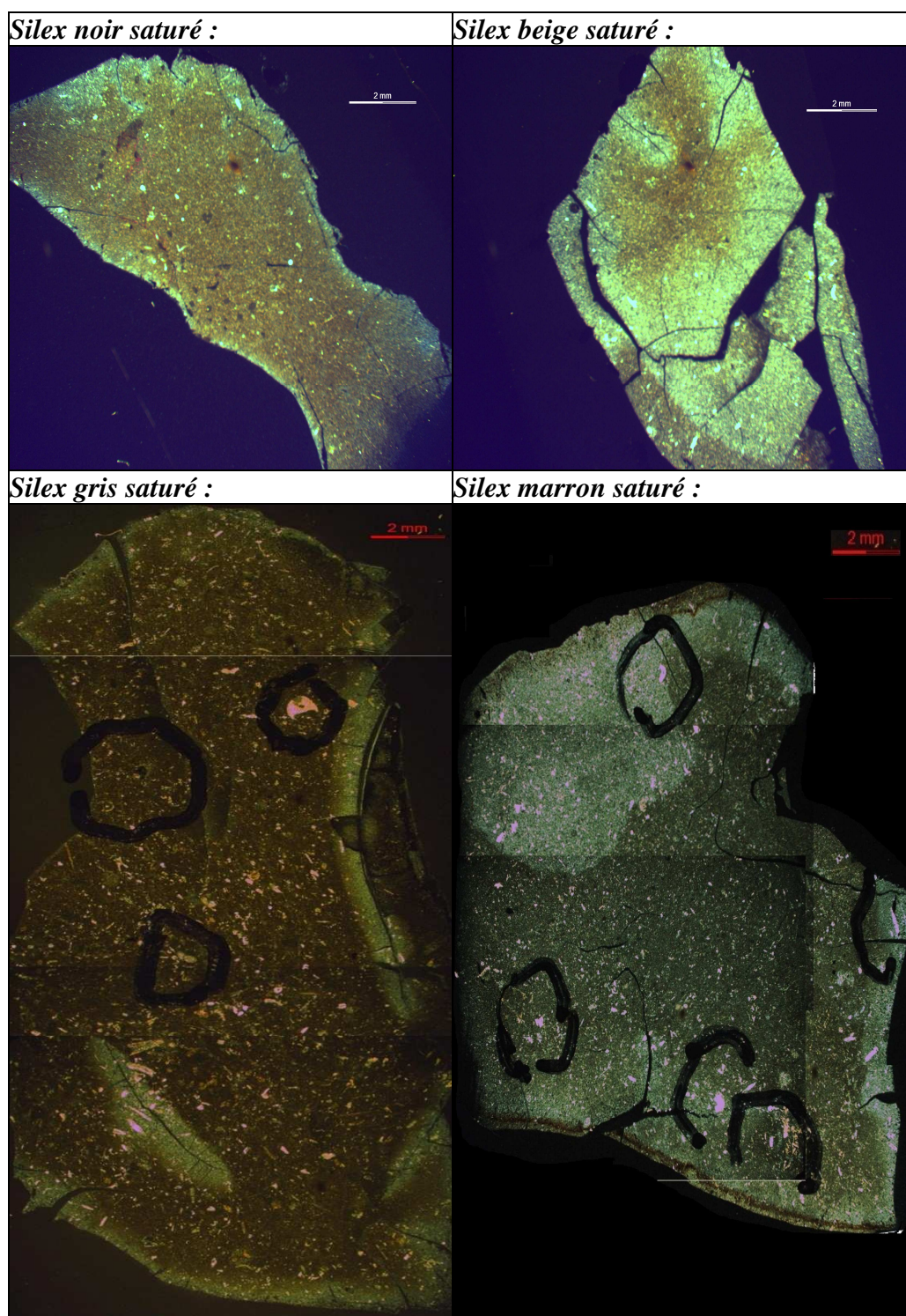


Figure 3.47 : Observation microscopique de lames minces des différentes couleurs de silex chauffés à 600°C.

Certaines fissures dans ces silex sont radiales et plutôt perpendiculaires à la surface des granulats. Elles sont généralement largement ouvertes en surface des silex et se propagent en s'affinant vers l'intérieur. D'autres catégories de fissures parallèles à la surface des silex, entraînent un écaillage

(flacking en anglais). Certaines fissures, à l'intérieur des silex, sont aussi bien marquées, ce qui nous laisse penser qu'elles sont peut-être connectées à la surface des granulats, mais cette connexion n'est pas visible sur le plan de la lame mince.

Sur les lames minces de ces silex, nous avons vu des zones de calcédoine, de calcite et de quartz. La plupart des zones de calcite dans ces silex sont associées avec de la calcédoine ou quartz. Ces silex contiennent des zones d'accumulation d'oxydes. Nous n'avons par contre pas noté de lien entre ces zones riches en calcite ou calcédoine et la fissuration visible en microscopie optique dans ces silex.

4.4. Observation des granulats au microscope électronique à balayage (MEB)

4.4.1. Microstructure des endommagements de silex

Nous avons observé l'endommagement des silex sur leurs cassures fraîches, au microscope électronique à balayage, en utilisant les électrons secondaires afin de bien observer la topographie des surfaces de fractures après le traitement thermique. Nous avons comparé les topographies des silex chauffés aux différents cycles de chauffage, l'évolution de la fissuration des silex étant fonction de la température. Les silex saturés et les silex préséchés sont aussi comparés pour vérifier l'importance du rôle de l'eau dans les silex lors de l'élévation de température. L'apparition de la fissuration des silex saturés se fait à température plus faible (450°C) que pour les silex préséchés. On note, de plus, une densité de fissure plus élevée dans les silex saturés que dans les silex préséchés.

L'observation MEB de silex saturés chauffés sous différents cycles de chauffage (20°C, 450°C, 500°C, 550°C et 600°C) montre que les silex de différentes couleurs présentent un endommagement microstructural semblable. Nous observons que la fissuration intervient dès 450°C et le réseau des fissures des silex forme un faïençage à partir de 500°C (figure 3.48). La partie au centre des silex saturés chauffés à 600°C, par contre, reste intacte et les fissures sont tangentielles à cette zone centrale. D'après Fu [Fu 2004], la fissure tangentielle est causée par l'élévation du coefficient de dilatation thermique de la matrice par rapport au celui de l'inclusion de calcédoine ou calcite. Cette forme de fissuration nous indique que "l'inclusion" se déforme moins que la "matrice". La forme du réseau de fissures montre peu de changement entre 550°C et 600°C ce qui indique que la transformation de phase α à phase β du quartz n'est pas responsable de cette forme de fissuration puisque la transformation a lieu à 573°C. Ceci n'est pas en accord avec [Purd 1974][Pric 1982] qui proposent que l'endommagement des silex vienne de contraintes thermiques différentielles causées par la transformation du quartz α en quartz β qui s'accompagne d'une expansion anisotrope.

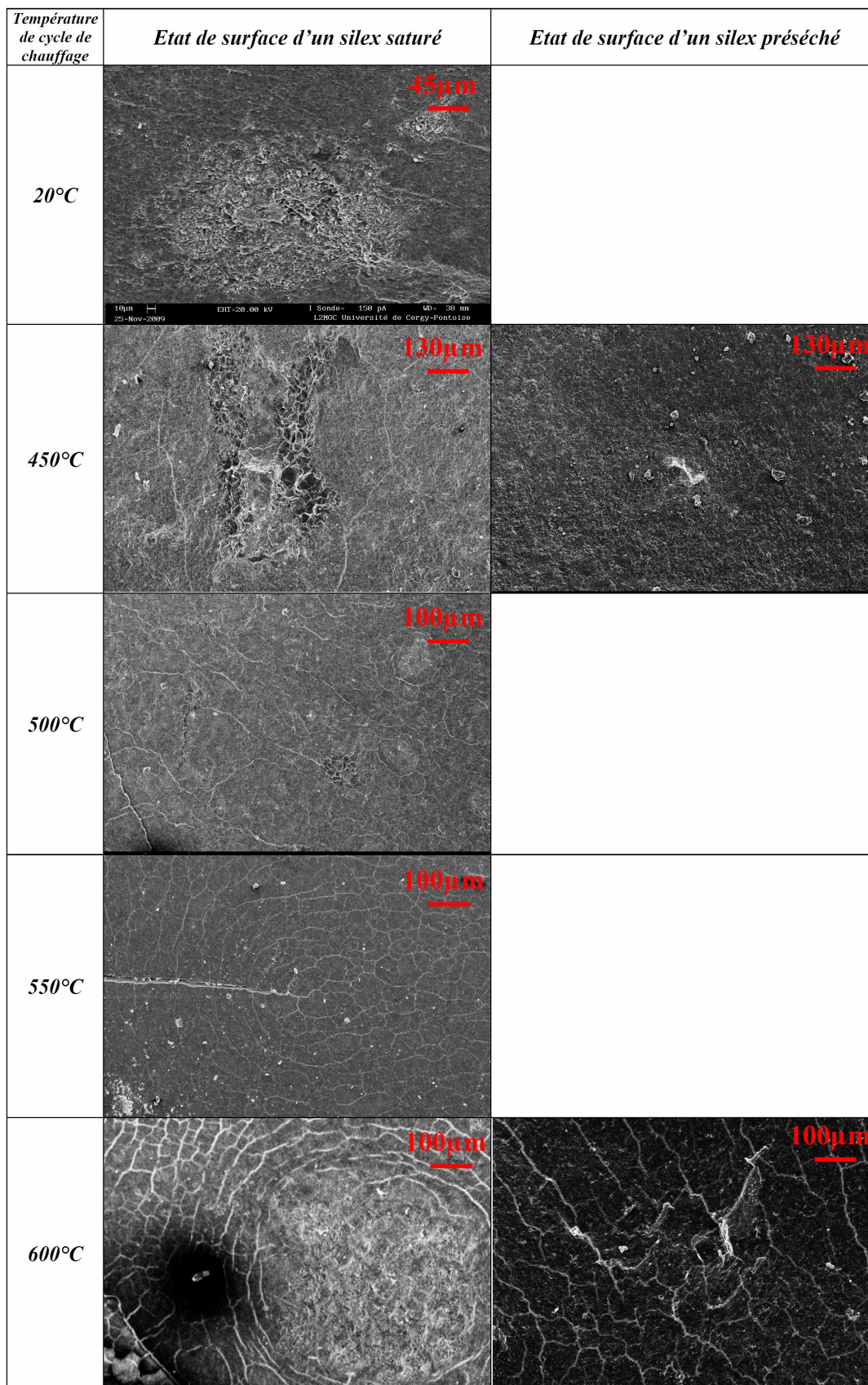


Figure 3.48 : Evolution de la topographie de silex après les différents cycles de chauffage (image MEB).

Nous avons aussi observé les silex chauffés à 600°C en lame mince en électrons rétrodiffusés (figure 3.49). Nous observons des macrofissures et des microfissures courtes (30 à 100 μm). Ces dernières peuvent correspondre à la fissuration type « faïençage » des silex observée sous électrons secondaires sur les cassures fraîches qui ne montrent pas non plus de direction privilégiée. L'absence de connexion entre les fissures s'explique par le polissage pendant sa fabrication qui remplit bon nombre de fissures.

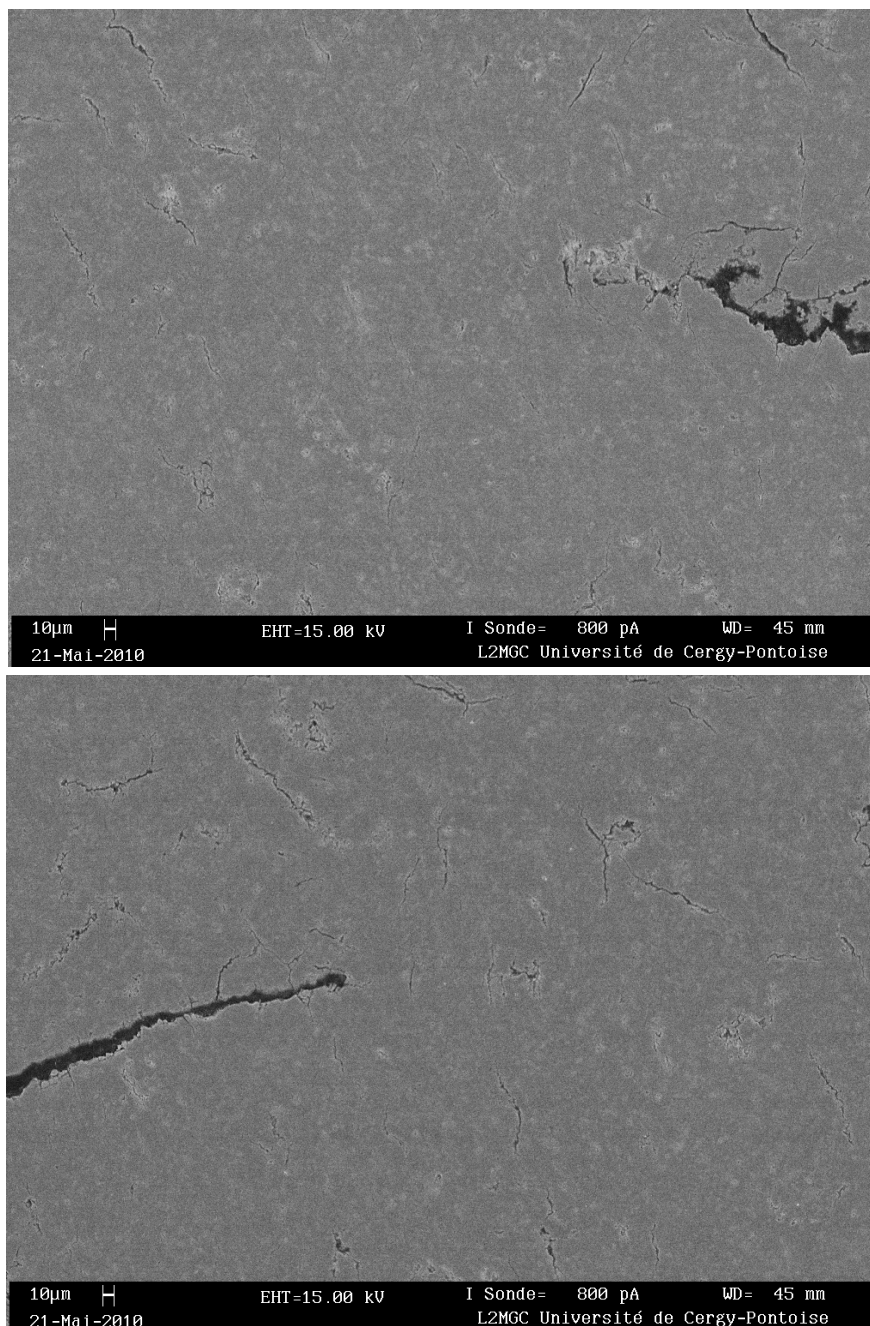
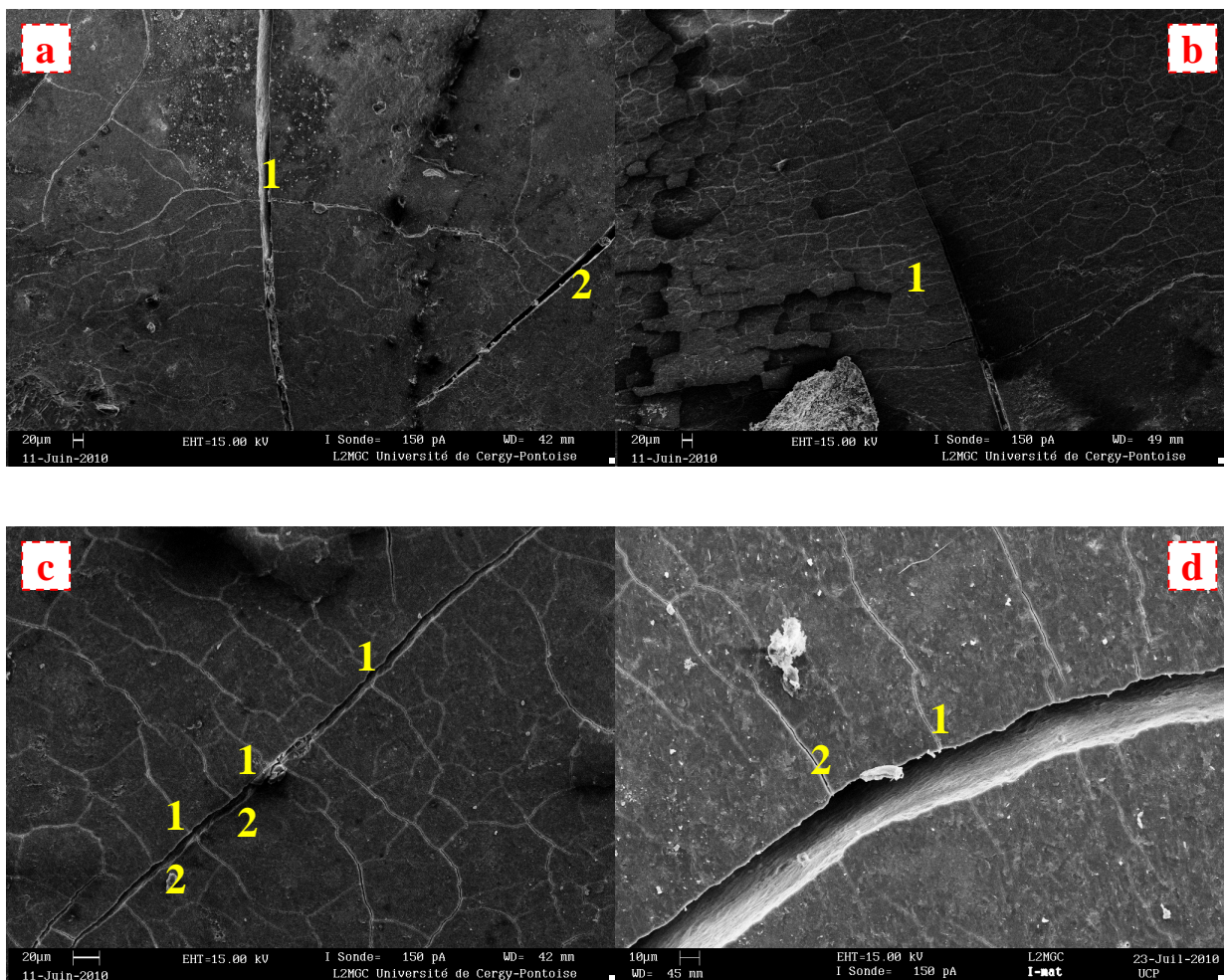


Figure 3.49 : Observation au MEB en électron rétrodiffusé de lame mince de silex chauffé à 600°C.

4.4.2. Relations entre macrofissures et microfissures : le «faièncage» du silex

Nous avons identifié deux échelles de fissuration. L'une est macroscopique avec une fissuration observée à l'œil nu. L'autre est microscopique (faièncage sous MEB). Cette partie d'étude nous permet de discuter la chronologie de la fissuration des silex chauffés et d'envisager une relation possible entre les deux échelles de fissuration.

Les macrofissures connectées jusqu'à la surface des granulats sont pratiquement perpendiculaires aux fissures microscopiques (figure 3.50).



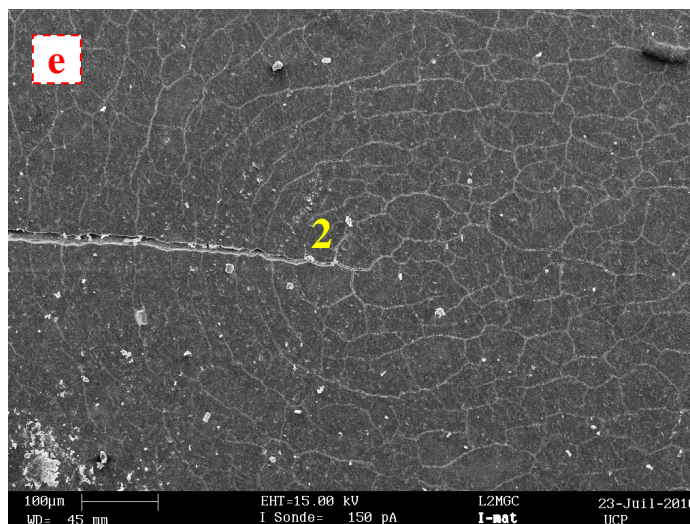


Figure 3.50 : Les deux échelles de fissures des silex après les traitements thermiques. Les macrofissures sont perpendiculaires aux microfissures et les recoupent la plupart (1), mais localement (2) la relation de recoupement n'est pas si évidente.

Les critères de recoupement suggèrent que les macrofissures sont généralement postérieures aux microfissures (cas 1). Dans certains cas, les microfissures ne sont pas observées de l'autre côté de la macrofissure (cas 2) ce qui suggère une chronologie inverse. La présence de ces deux critères chronologiques suggère une contemporanéité des deux échelles de fissuration. La fissuration en faïençage pourrait avoir lieu lors du chauffage de silex car la fissuration macroscopique est le responsable de l'écaillage des silex qui se produit lors de la montée de température d'après les mesures des thermocouples.

4.4.3. Relation entre fissuration et inclusions dans le silex

Dans les silex chauffés à 500°C et plus, nous avons observé des zones claires soulignées par des fissures et des zones sombres recoupées par des fissures. Ces deux types de zones se différencient par la taille des grains. Les zones claires, qui sont constituées de calcédoine et/ou calcite ou quartz, ont une porosité et une taille de grain inférieures à celles de la matrice (figure 3.51). Les zones « sombres » ont, à l'opposé, une taille de grain supérieure à celles de la matrice. Le faïençage semble contrôlé par les hétérogénéités de la roche. Il paraît important de savoir si la fissuration est causée par ces zones claires à cause de la modification de la texture granulaire due à la recristallisation des granulats car [Flen 1975] [Schi 1982] [Doma 2009] expliquent que la recristallisation des granulats influe sur leur ténacité. Partant de cette hypothèse, nous avons observé au MEB en électrons rétrodiffusés une lame mince de silex marron saturé après le cycle de chauffage/refroidissement à 600°C afin de le caractériser plus finement.

Contrairement à l'hypothèse émise, nos observations n'ont pas mis en évidence de recristallisation avec modification de la taille et de la structure des cristaux après chauffage des silex. Ils s'agit, en fait, des zones de calcédoine, calcite et quartz observées en lames minces par microscopie optique (figure 3.52) qui sont également observées dans les silex non chauffés (voir la partie 4.1.3).

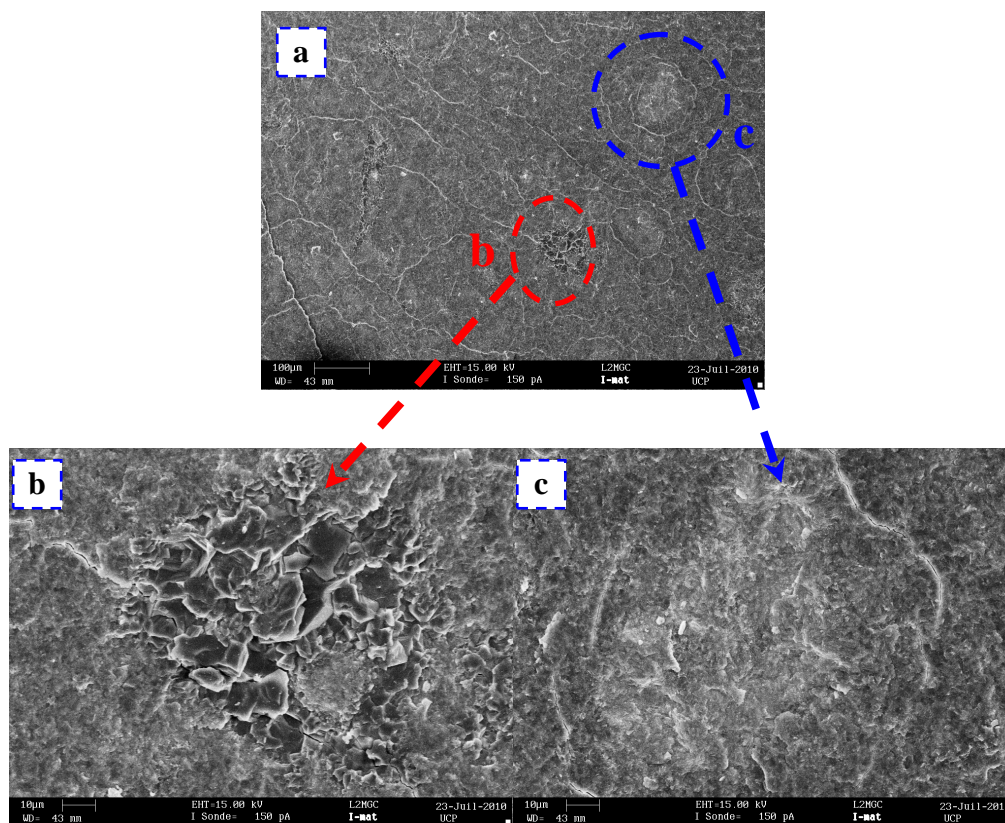
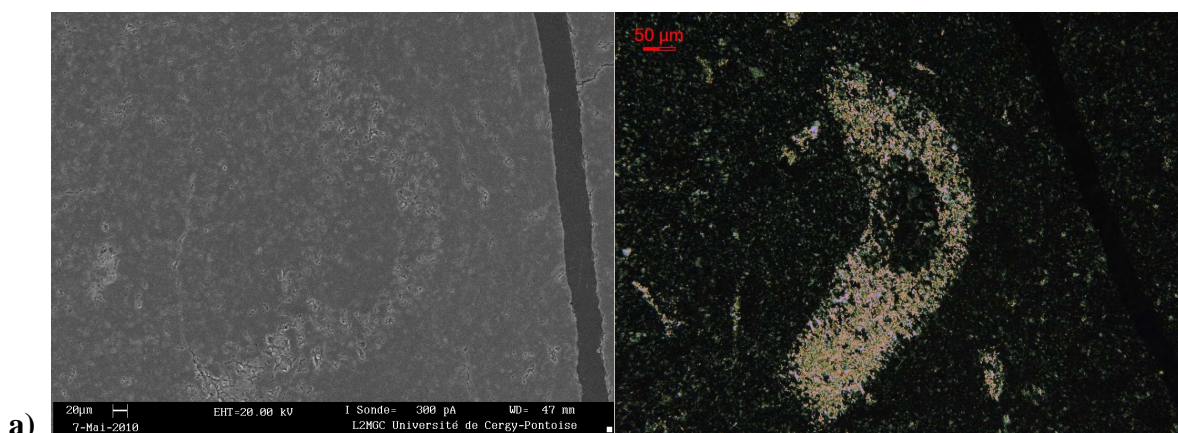


Figure 3.51 : Exemple de zones sombre (b) et claire (c) observées au MEB dans un silex marron chauffé à 500°C.



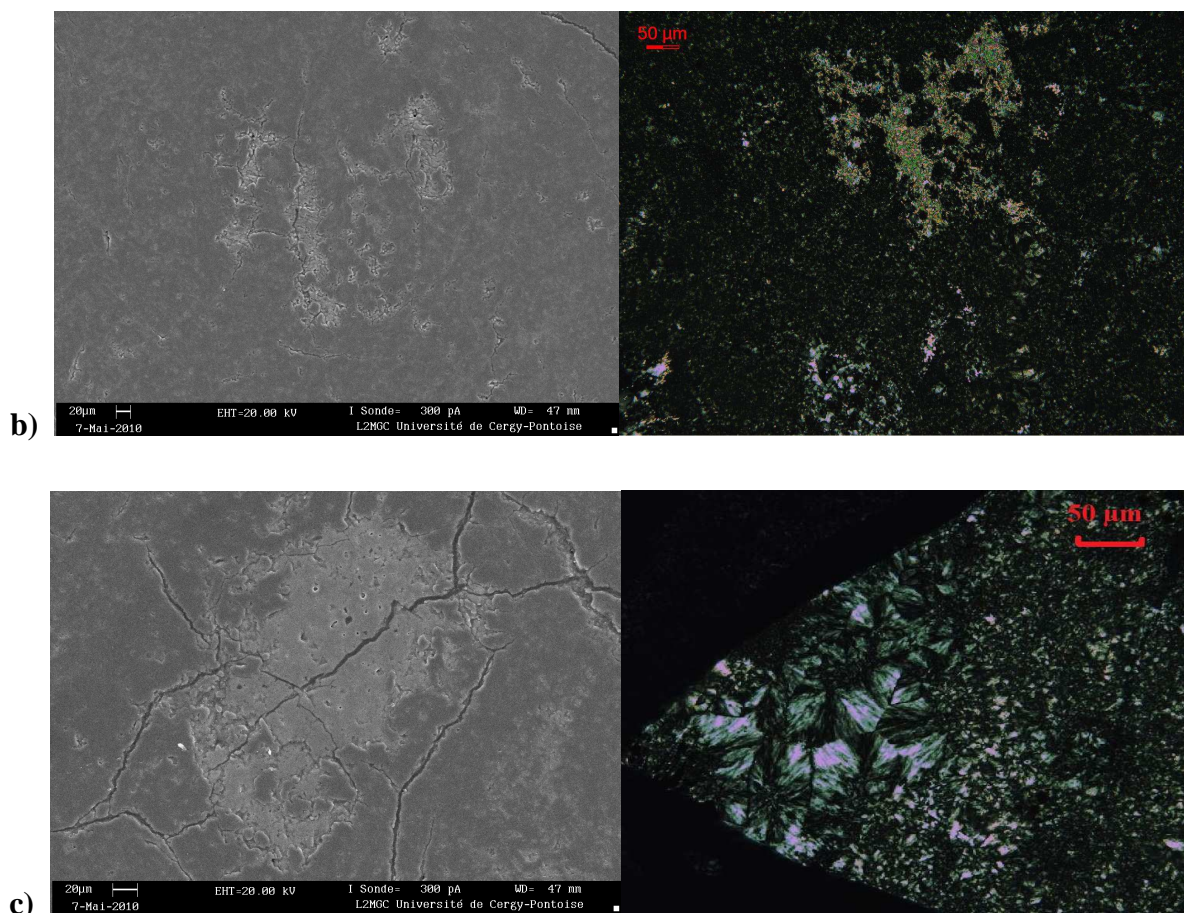


Figure 3.52 : Observations au MEB et en microscopie optique de zones claires d'une lame mince de silex chauffé à 600°C (silex marron saturé), a) calcédoine+calcite, b) calcite, c) quartz.

Nous observons donc deux échelles de fissuration dans les silex soumis à une sollicitation thermique. Les macrofissures sont à la fois radiales et parallèles à la surface des silex. Nous avons également observé des écaillages. L'endommagement des silex à cette échelle peut être supposée, comme pour l'éclatement du béton, due aux contraintes d'origine thermique ou/et au gradient hydrique due à l'eau contenue dans la structure des silex. En raison de la faible porosité des silex, l'eau vaporisée génère des surpressions qui induisent des contraintes de traction interne [Meyer 1972][Grif 1987].

Les microfissures observées sous forme de faïençage sans direction privilégiée sont supposées plutôt dues au retrait chimique lié au départ d'eau qu'à la contraction thermique car les microfissures sont apparues simultanément aux fissures de grande taille pendant le chauffage (voir la partie 4.4.2). Elles pourraient également être dues à la dilatation thermique des grains de quartz microcristallins du silex avant la température de transition $\alpha - \beta$ du quartz (573°C) puisqu'il y a peu

de différence entre les fissurations des silex à 550°C et à 600°C (figure 3.48). Néanmoins, on ne peut pas exclure l'apparition de phénomènes de fissuration au cours du refroidissement.

4.4.4. Observation microstructurale des endommagements des quartzites

Les quartzites présentent un comportement totalement différent des silex. La fissuration des quartzites est presque nulle après traitement thermique à 600°C (figure 3.53, même échelle d'observation pour les 2 granulats). On observe une fracturation très peu dense à partir de 600°C avec un grossissement plus important (figure 3.54).

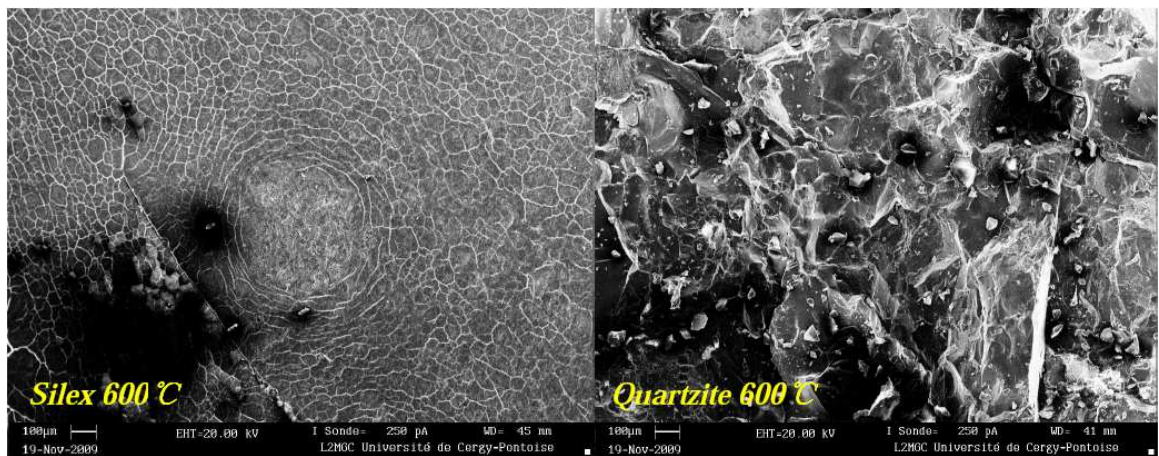


Figure 3.53 : Comparaison au MEB du silex et du quartzite après traitement thermique à 600°C.

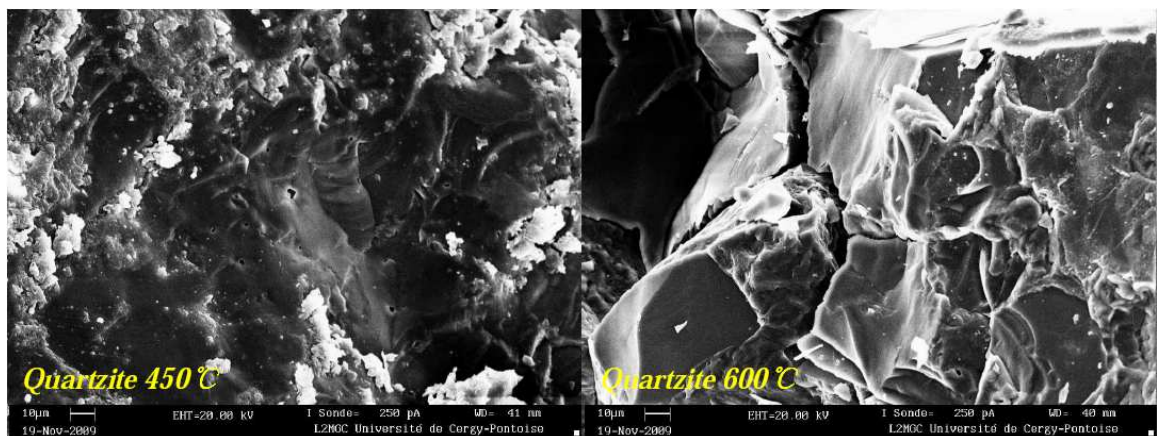


Figure 3.54 : Comparaison au MEB de quartzites après traitement thermique à 450°C et 600°C.

Cette différence d'endommagement des silex et quartzites est sans doute liée à la taille des grains et à la moindre quantité de silanols présents dans les quartzites. De plus, la faible conductivité

thermique des silex par rapport aux quartzites (voir partie 3, propriétés thermiques des granulats) induisant un gradient thermique plus élevé pourrait aussi contribuer à expliquer cette différence d'endommagement.

4.5. Caractérisation de la porosité des granulats par adsorption d'azote

La technique d'adsorption et désorption d'azote est utilisée ici pour analyser l'effet du traitement thermique sur les silex et quartzite sur la porosité à l'échelle nanométrique. Le mode opératoire et le principe de la méthode ont été décrits dans le chapitre 2. Nous avons fragmenté chaque silex et quartzite en morceaux de taille inférieure à 5 mm qui sont introduits dans le tube « porte-échantillon » de l'appareil d'adsorption BELSORP-mini. Une partie de ces morceaux est ensuite broyée en poudre fine (environ 100 μm). Nous effectuons séparément la mesure d'adsorption et désorption d'azote sur les échantillons de silex et quartzite en morceaux et poudre. Ils sont ensuite chauffés à 600°C dans le four en utilisant le même mode de chauffage que les bétons et granulats décrits dans le chapitre 2 avant de remesurer leurs capacités d'adsorption et désorption d'azote. On utilise 2 ml de silex ou quartzite en morceaux ou en poudre pour chaque mesure.

Deux graviers sont testés pour chaque couleur de silex. Les courbes d'adsorption-désorption présentent le volume d'azote absorbé en fonction de la pression relative (p/p_0) où p_0 est la pression de vapeur saturante de l'azote (figure 3.55). Nous notons qu'il y a une meilleure affinité avec l'azote pour les silex chauffés à 600°C que ceux non chauffés car les pentes des courbes d'adsorption sont plus fortes quand la pression relative est inférieure à 0.25 correspondant à une adsorption monocouche de l'azote sur les surfaces des pores du silex. C'est-à-dire, avec une même pression relative, l'adsorption monocouche de l'azote est plus rapide et facile pour les silex chauffés à 600°C. Suite au cycle à 600°C, la surface spécifique du silex a donc augmenté. Pour un quartzite blanc, les courbes d'adsorption-désorption sont presque identiques avant ou après chauffage à 600°C (figure 3.56). Ce résultat montre qu'il y a très peu d'ouverture de mésopores ou micropores générées par le traitement thermique dans ce type de granulat (quartzite) jusqu'à 600°C.

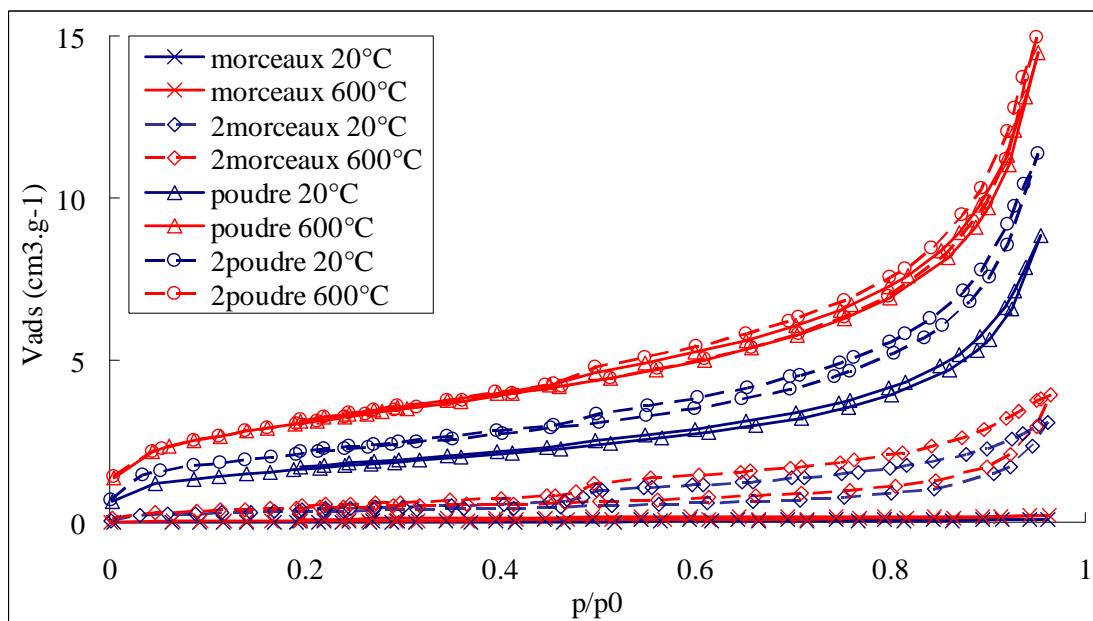


Figure 3.55 : Isothermes d'adsorption-désorption pour les deux silex avant et après le cycle de chauffage de 600°C. (La couleur bleue correspond au silex à 20°C et la couleur rouge correspond au silex à 600°C).

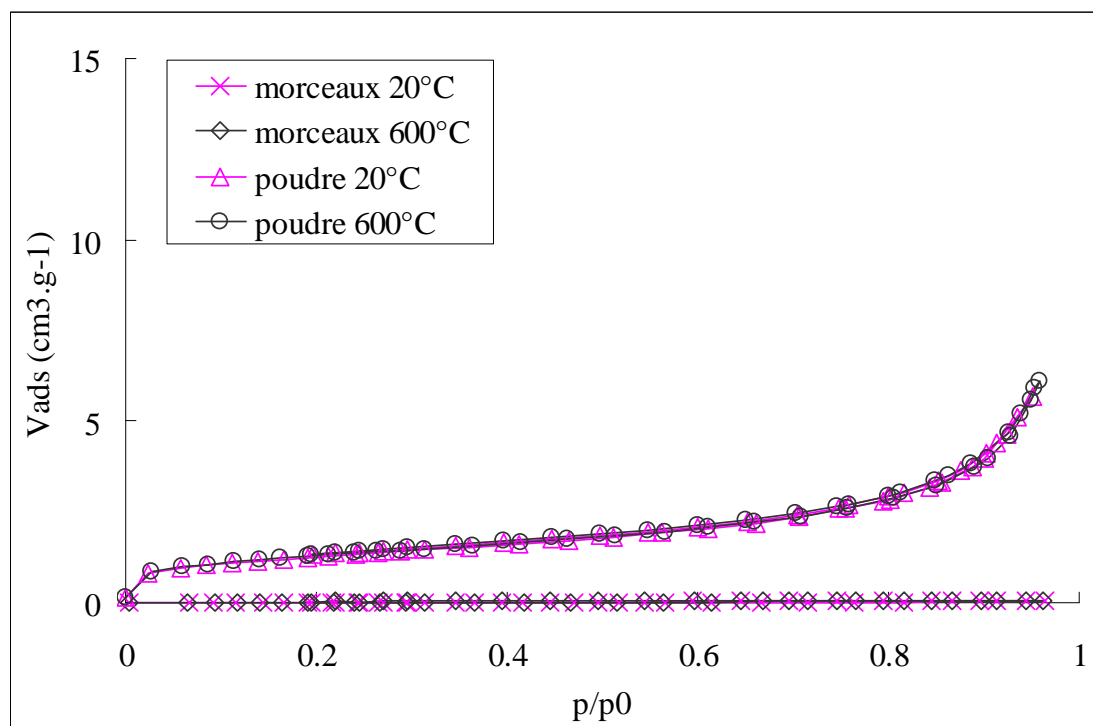


Figure 3.56 : Isothermes d'adsorption-désorption pour un quartzite avant et après le cycle de chauffage de 600°C. (La couleur violette correspond au quartzite à 20°C et la couleur noir correspond au quartzite à 600°C).

Nous avons calculé la surface de Brunauer-Emmett-Teller (BET) à partir des données d'adsorption d'azote de silex dans la zone de pression relative 0.05 à 0.25. Le tableau 3.5 donne les valeurs de surface spécifique des deux silex et du quartzite.

	Surface spécifique (BET) (m ² /g ⁻¹)		
	Silex 1	Silex 2	Quartzite
Morceaux 20°C	0.043	1.211	0.008
Morceaux 600°C	0.187	1.604	0.034
Poudre 20°C	5.933	7.649	4.514
Poudre 600°C	11.099	11.108	4.645

Tableau 3.5 : Evolution des surfaces spécifiques des silex en comparaison avec le quartzite.

Les mesures sur morceaux montrent que la surface spécifique du silex est supérieure à celle du quartzite, que ce soit avant ou après chauffage, pour les morceaux. Il y a moins de différences entre les deux granulats lorsque les essais sont faits sur poudre.

Nous notons que la surface spécifique des silex en morceaux pour une température donnée est très faible et varie d'un silex à l'autre. Les valeurs mesurées sur les silex en poudre sont logiquement plus élevées. Elles permettent ainsi d'analyser avec plus de précision les variations de surface spécifique. Après traitement thermique à 600°C, la surface spécifique est multipliée par 4 pour le silex 1 en morceaux et environ 2 pour le silex 1 en poudre. L'augmentation de la surface spécifique pour le silex 2 est d'environ 1.5 (morceaux et poudre). Il y aurait moins d'augmentation de la surface spécifique lorsque la valeur initiale de la surface des pores est plus élevée. La surface spécifique du quartzite n'a pratiquement pas augmenté. A l'échelle des méso et micropores, il n'y a pas eu de porosité générée par le traitement thermique.

La détermination de la distribution de la taille mésoporeuse a été effectuée à partir de la branche de désorption des isothermes en utilisant la méthode de Barret Joyner Halenda (BJH). La figure 3.57 représente la dérivée du volume des pores par rapport au rayon des pores en fonction du rayon des pores. Cette distribution est centrée sur les plus petits diamètres (4 nm). Nous distinguons ainsi la répartition des pores avant et après chauffage. Celle-ci est affectée par le traitement thermique. Les pores sont plus nombreux et l'on constate une ouverture de rayon des pores entre 12 et 16 nm (silex1). Avec les échantillons en morceaux, l'augmentation de la quantité de pores est moins significative. Les pores de rayon compris entre 10 et 15 nm sont les plus sujets à augmentation. La spectroscopie infra-rouge a montré la présence de silanols vicinaux et isolés dans la silice des silex. Les silanols possèdent des liaisons hydrogènes fortes avec les molécules d'eau adsorbées. Lors du traitement thermique les groupes silanols se condensent en libérant de l'eau. La spectroscopie

infra-rouge a de même montré la diminution des silanols vicinaux après chauffage à 600°C. Les travaux de Brodie-Linder (2008) ont montré sur des gels de silice que la disparition des silanols vicinaux induisait la formation de ponts siloxanes entraînant la fermeture de micropores [Brod 2008]. Si tel était le cas nous observerions une diminution de la surface spécifique. L'augmentation du nombre et de la taille de certains pores est peut-être liée aux pressions induites dans les pores par la vaporisation de l'eau couplée à la très faible dimension des pores.

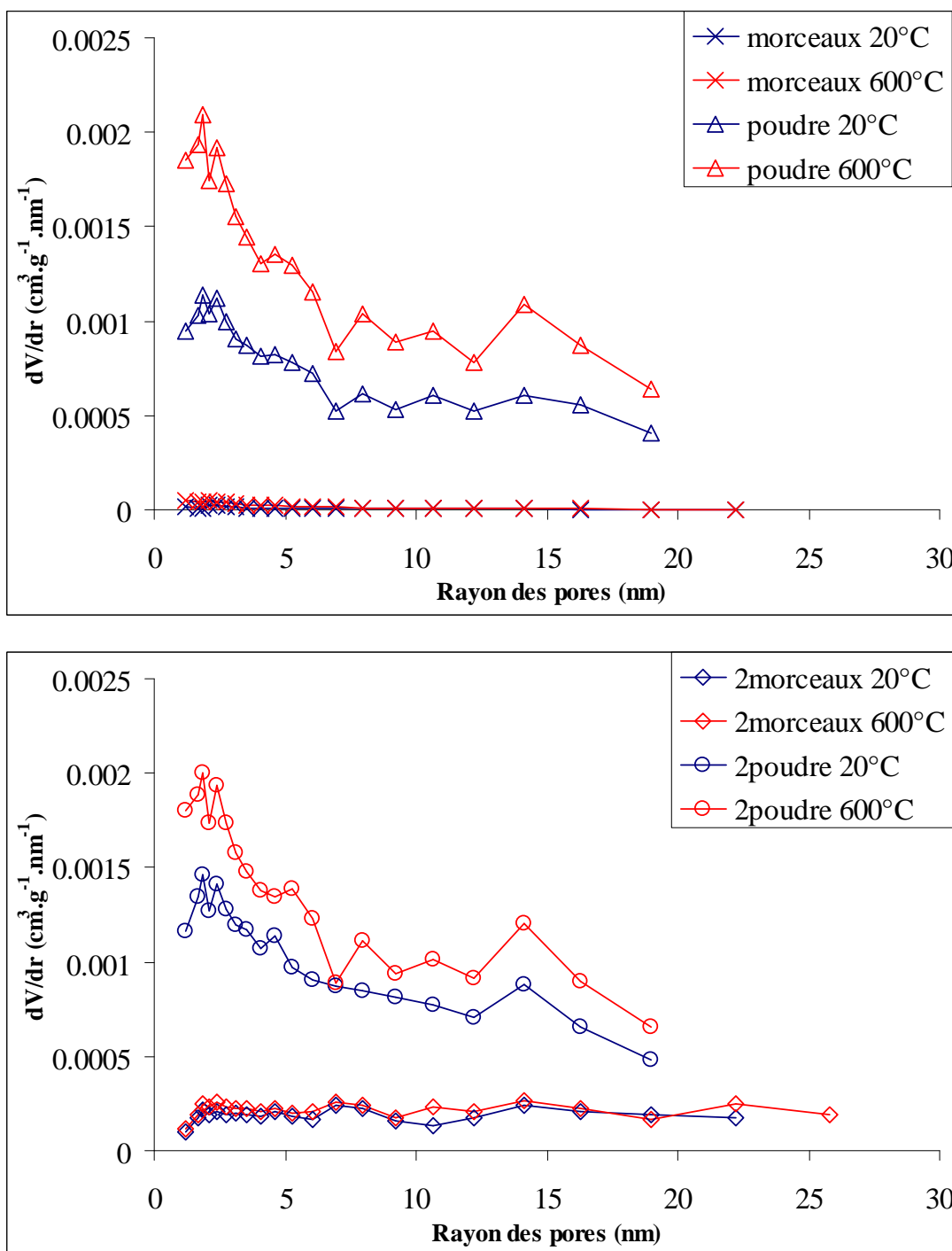


Figure 3.57 : Dérivée linéaire du volume des pores par rapport au rayon des pores de deux silix différents.

Cette étude montre que soumis aux mêmes sollicitations thermiques, les silex et quartzite qui ont à température ambiante une surface spécifique voisine, montrent suite au chauffage à 600°C des variations de surface spécifiques très différentes. On observe sur les silex chauffés un doublement de la surface spécifique avec une augmentation de la quantité de pores et de la taille des pores. L'endommagement observé à l'échelle du micron au MEB est noté aussi à une échelle plus petite avec l'augmentation des méso et micropores. Le quartzite est, par contre, peu affecté par le traitement thermique à cette échelle nanométrique.

Conclusion

Ce chapitre présente une analyse comparée des propriétés physico-chimiques, minéralogiques et microstructurales de trois natures de granulats exposés à des cycles de chauffage-refroidissement à 150°C, 300°C, 450°, 550°C, 600°C et 750°C. Le comportement thermique des granulats a montré l'importance de l'état hydrique des silex qui éclatent entre 150°C et 450°C quand ils sont saturés. Un préséchage des silex à 105°C pendant 15 jours en éliminant l'eau capillaire et une part de l'eau adsorbée permet de retarder leur éclatement.

Au MEB les silex préséchés montrent des endommagements importants au delà de 450°C (fissures, éclatement en fragments), tandis que les quartzites ne présentent un début d'endommagement qu'à partir de 600°C. Il apparaît que l'endommagement des silex a lieu lors de la phase de montée en température. Deux catégories de fissure se distinguent, des macrofissures visibles à l'œil nu qui sont soit perpendiculaires ou parallèles à la surface du granulat et un réseau de fissures plus fines en forme de mosaïque. De telles fissures n'apparaissent pas sur les quartzites.

L'apparition de cette fissuration en mosaïque peut-être due au retrait chimique consécutif au départ d'eau liée mise en évidence par ATG et par spectroscopie infra-rouge et non à la contraction thermique car les microfissures sont apparues simultanément aux macrofissures pendant le chauffage. Elle pourrait également être due à la dilatation thermique des silex car les petits grains de silex ont des orientations différentes qui peuvent générer des modifications anisotropes sous contrainte thermique, avant la température de transition $\alpha - \beta$ du quartz (573°C) puisqu'il y a peu de différence entre les fissurations des silex à 550°C et à 600°C.

L'analyse des courbes d'ATG des granulats de quartzite montre que leur comportement physique est relativement stable vis à vis de la température imposée. La perte de masse du granulat de quartzite est deux fois plus faible que celle du silex en raison de sa teneur plus faible en silanol (quartz macrocristallin). La présence de silanol est ensuite caractérisée par la spectroscopie infrarouge qui montre la déshydroxylation des groupes silanol après traitement thermique. Cette déshydroxylation des groupes silanols produit une partie de l'eau qui peut contribuer à l'endommagement du granulat de silex. D'après les désaimantations thermiques progressives des silex, il apparaît que les silex contiennent de la goethite qui permet une libération d'eau de 11% de sa masse totale au cours du chauffage. Ce départ d'eau peut également contribuer à la fragmentation des silex pendant le chauffage. Les eaux liées peuvent être responsables des endommagements des silex à cause du gradient hydrique, car l'eau contenue dans la structure des silex se vaporise et compte tenu de la faible porosité du silex engendre des pressions internes élevées. La microstructure du quartz joue donc un rôle important dans la stabilité thermique des granulats siliceux.

Les calcaires subissent des endommagements liés à la décarbonatation autour de 700°C. Seule la surface des granulats est endommagée. L'épaisseur de la zone décarbonatée atteint 3 mm après 6 heures d'exposition à 600°C. La dégradation des granulats calcaires s'accroît fortement quelques jours après le refroidissement suite à la réhydratation à l'humidité ambiante de la chaux libre.

Seuls trois granulats ont été testés dans notre étude. Il est donc difficile aujourd'hui de généraliser les résultats obtenus à l'ensemble des matériaux de nature pétrographique similaire. Par contre, il est certain que le regroupement des granulats dans des classes pétrographiques trop générales comme siliceux/calcaires peut conduire à des erreurs pour la définition de leur comportement à haute température.

Références :

- [Agui 2004]** B.O. Aguilar Reyes, Etude microstructurale des opales : application à la destabilisation par blanchissement, Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, 2004.
- [Brin 1980]** G.W. Brindley, G. Brown, Crystal Structures Of Clay Minerals and Their X-Ray Identification, Mineralogical Society, London, 495 pages, 1980
- [Brod 2008]** N. Brodie-Linder, Gilberte Dosseh, Christiane Alba-Simionesco, Fabrice Audonnet, Marianne Impéror-Clerc, SBA-15 synthesis: Are there lasting effects of temperature change within the first 10 min of TEOS polymerization? Materials chemistry and physics, 108 (2008) 73-81.
- [Brod 2010]** N. Brodie-Linder, Sophie Le Caër, Mohammad Shahdo Alam, Jean Philippe Renault, Christiane Alba-Simionesco, H₂ formation by electron irradiation of SBA-15 materials and the effect of Cu^{II} grafting, Physical chemistry chemical physics, 12 (2010) 14188-14195.
- [Deer 1992]** W.A. Deer, R.A. Howie, J. Zussman, An introduction to the rock forming minerals, 2nd ed., New York, Longman Scientific & Technical, 1992.
- [Doma 1994]** M. Domanski, J.A. Webb, J. Boland, «Mechanical properties of stone artefacts materials and the effect of heat treatment», Archaeometry, 36 (1994) 177-208.
- [Doma 2009]** M. Domanski, J.A. Webb, R. Glaisher, J. Gurba, J. Libera and A. Zakościelna, «Heat treatment of Polish flints», Journal of Archaeological Science, 36 (2009) 1400-1408.
- [Dunl 1997]** D. Dunlop, Ö. Özdemir, Rock magnetism: fundamentals and frontiers, Cambridge University Press, Cambridge, 1997.
- [Ek 2001]** S. Ek, Determination of the hydroxyl group content in silica by thermogravimetry and a comparison with ¹H MAS NMR results, Thermochemica Acta, 379 (2001) 201-212.
- [Flen 1975]** J.J. Flenniken, E.J. Garrison, «Thermally altered novaculite and stone tool manufacturing techniques », Journal of Field Archaeology, 2 (1975) 125-131.
- [Fron 1982]** Clifford Frondel, Structural hydroxyl in chalcedony (Type B quartz), American Mineralogist, 67 (1982) 1248-1257.

- [Fu 2004(a)]** Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.A. Tang, C.S. Poon, Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures—Part I: Thermal cracking around single inclusion, *Cement and Concrete Composites*, 26 (2004) 99-111.
- [Fu 2004(b)]** Y.F. Fu, Y.L. Wong, C.A. Tang, C.S. Poon, Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures—Part II: Thermal cracking around multiple inclusions, *Cement and Concrete Composites*, 26 (2004) 113-126.
- [Furl 1991]** K.P. Furlong, R.B. Hanson, J.R. Bowers, Modeling thermal regimes, in: D.M. Kerrick, *Contact Metamorphism, Reviews in mineralogy*, 26 (1991) 437-505.
- [Grif 1987]** D.R. Griffiths, C.A. Bergman, C.J. Clayton, K. Ohnuma, G.V. Robins and N.J. Seeley, «Experimental investigation of the heat treatment of flint», Cambridge University Press, (1987) 43–52.
- [Homa 1986]** F. Homand-Etienne, *Comportement mécanique des roches en fonction de la température*, Thèse de doctorat d'Etat des Sciences, INPL, Nancy, Mémoire Sciences de La Terre n°46, 261 pages, 1986.
- [Ingh 2009]** J.P. Ingham, Application of petrographic examination techniques to the assessment of fire-damaged concrete and masonry structures, *Materials characterization* 60 (2009) 700-709.
- [Joue 1980]** C.A. Jouenne, *Traité de céramiques et matériaux minéraux*, Septima, Paris, 1980.
- [Khou 1995]** G.A. Khoury, Effect of heat on concrete material, Imperial college report 73 (1995).
- [Meye 1972]** Meyer-Ottens C., The question of spalling of concrete structural elements under fire loading, PhD Thesis, Technical University of Braunschweig, Germany, 1972.
- [Mich 1966]** H. Micheelsen, The structure of dark flint from Stevns, Denmark, *Meddelelser Dansk Geoliska Forening*, 16 (1966) 285-368.
- [Mind 2010]** J-C. Mindeguia, P. Pimienta, A. Noumowé, M. Kanema, Temperature, pore pressure and mass variation of concrete subjected to high temperature, *Cement and Concrete Research* 40 (2010) 477-487.
- [Mura 1976]** K. J. Murata, M. B. Norman, An index of crystallinity for quartz, *American Journal of Science*, 276 (1976) 1120-1130.

- [Orei 1984]** W. O'Reilly, Rock and mineral magnetism, Blackie, New York, 1984.
- [Patt 1995]** L.W. Patterson, Thermal damage of chert, Lithic Technology 20 (1995) 72-80.
- [Pric 1982]** T.D. Price, S. Chappell, D.J. Ives, « Thermal Alteration in Mesolithic Assemblages, Proceedings of the Prehistoric Society London », 48 (1982) 467-485.
- [Purd 1974]** B.A. Purdy, Investigations concerning the thermal alteration of silica materials: an archaeological approach, Tebiwa 17 (1974) 37-66.
- [Rays 2009]** E. Rayssac, J.C. Auriol, D. deneele, F. Larrard, V. Ledee, G. Platret, Valorisation de laitiers d'aciérie LD pour les infrastructures routières, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 275 (2009) 27-38.
- [Robe 2009]** F. Robert, H. Colina, The influence of aggregates on the mechanical characteristics of concrete exposed to fire, Magazine of Concrete Research 61 (2009) 311-321.
- [Schi 1982]** D.L. Schindler, J.W. Hatch, C.A. Hay, R.C. Bradt, Aboriginal thermal alteration of a central Pennsylvania jasper: analytical and behavioural implications, American antiquity, 47 (1982) 526-544.
- [Souq 2002]** C. Souque, Magnétisme structural dans les chaînes de chevauchement-plissement : Développements analytiques et exemples d'utilisation dans les Corbières, Thèse de doctorat de l'Université de Cergy-Pontoise, 2002.
- [Vans 1995]** E.F. Vansant, P. Van Der Voort, K.C. Vrancken, Characterization and chemical modification of the silica surface, Elsevier, Amsterdam, 1995.
- [Vers 2005]** J. Verstraete, Approche multi-technique et multi-échelle d'étude des propriétés structurales des matériaux hétérogènes, Thèse de l'Université de Haute Alsace, 2005.
- [Zhur 1989]** L.T. Zhuravlev, Structurally bound water and surface characterization of amorphous silica, Pure & Appl.Chem., 61 (1989) 1969-1976.

CHAPITRE 4 :

COMPORTEMENT DES BETONS A HAUTE TEMPERATURE :

ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA NATURE DES GRANULATS

Ce chapitre porte sur l'étude de l'influence de la nature des granulats sur le comportement des bétons soumis aux différents cycles de chauffage-refroidissement présentés dans le chapitre 2. Trois natures minéralogiques de granulats sont testées : les granulats siliceux constitués de quartzite, les granulats calcaires et les granulats silico-calcaires constitués majoritairement de silex. Pour chaque nature de granulat, deux bétons sont réalisés : un ordinaire et un à hautes performances, avec des rapports eau/ciment (E/C) respectifs de 0.6 et 0.3. Ainsi six bétons différents sont soumis à des cycles thermiques de différentes amplitudes nous permettant de distinguer l'influence de la nature des granulats selon la qualité de la matrice cimentaire sur l'évolution de différentes propriétés avec la température. La fissuration de l'interface pâte/granulat après différentes sollicitations thermiques est étudiée. Nous présentons ensuite l'évolution de la porosité et de la perte de masse des bétons en fonction de la température de chauffage. Ces caractéristiques sont importantes pour comparer l'état de dégradation des bétons en fonction de la nature des granulats et la qualité de l'interface pâte/granulat. Les propriétés thermiques des bétons sont fortement influencées par celles des granulats. Nous étudions les différences induites sur la conductivité thermique et la chaleur spécifique par la nature des granulats, à température ambiante et au cours du chauffage. Les propriétés thermiques des bétons régissent les variations de température au sein de l'éprouvette et par conséquent l'intensité des contraintes dues au gradient thermique. Nous nous sommes aussi intéressés à l'évolution de la conductivité thermique après refroidissement, qui constitue un indicateur de l'endommagement de la microstructure.

Après les différents cycles thermiques, nous étudions le comportement des bétons sous sollicitation mécanique. Des essais de compression et traction sont menés où nous mesurons le module d'élasticité et la résistance à la rupture. L'influence des sollicitations thermiques sur l'endommagement mécanique des bétons est analysée en fonction de la nature du granulat et du rapport E/C, au regard des observations faites sur la fissuration des bétons.

1. Comparaison des dégradations de bétons de différents granulats

1.1. Evolution de la dégradation des éprouvettes de béton en fonction de la température de chauffage

Les photos présentées figure 4.1 montrent l'état des éprouvettes après les cycles de chauffage/refroidissement. Les premières fissurations de tous les bétons étudiés sont observées à l'œil nu après le cycle de chauffage-refroidissement de 300°C. Ce sont les bétons de granulat silico-calcaire qui présentent la fissuration la plus importante. Des écaillages en surface, (souvent près de gros granulats) sont observés sur les bétons ordinaires et à hautes performances de granulat silico-calcaire après le cycle de chauffage de 600°C et 750°C (figure 4.1). Les bétons de granulats siliceux et calcaires restent toujours beaucoup moins fissurés en surface.

Des éclatements explosifs sont observés sur certaines éprouvettes de dimensions Ø16x32cm de béton à hautes performances de granulat siliceux (BHP-S ; dans la proportion de 1/7) et de granulat silico-calcaire (BHP-SC ; dans la proportion de 2/9) au cours des cycles de 600°C et 750°C. Cette instabilité thermique parvient à pulvériser le cœur des éprouvettes. Des éclatements similaires sont rapportés par d'autres auteurs dans la bibliographie [Phan 2001] [Kane 2007] [Mind 2009] [Fare 2009].

Les valeurs enregistrées par les thermocouples rendent compte d'éclatements se produisant entre 300°C et 350°C pour les BHP-SC (figure 4.2). Ces observations ont aussi été faites par Kanéma [Kane 2007] et Fares [Fare 2009] pour une vitesse de chauffage de 1°C/min avec des bétons constitués des mêmes granulats. La température d'éclatements des BHP-S n'est pas connue car il n'y avait pas de thermocouple sur les éprouvettes de BHP-S éclatées.

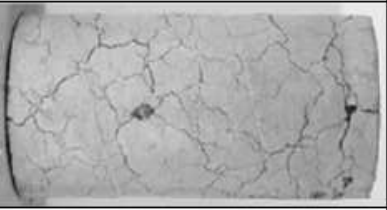
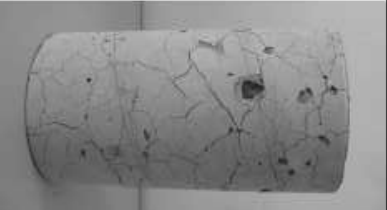

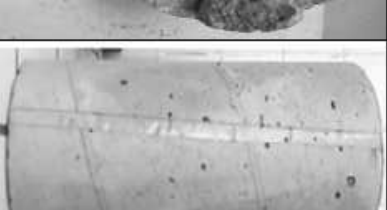
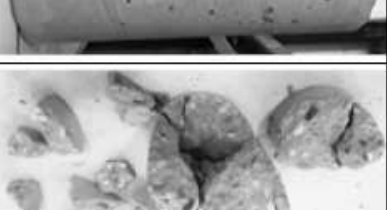
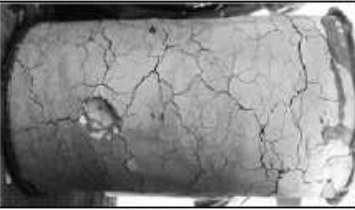


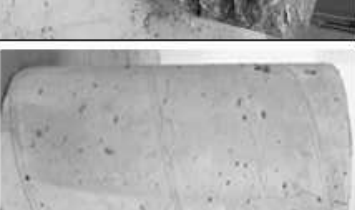
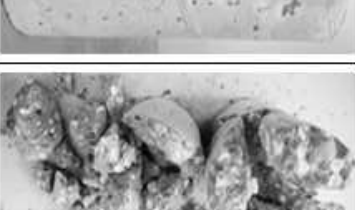
	<i>Eprouvettes BO-SC</i>	<i>Eprouvettes BHP-SC</i>		<i>Eprouvettes BHP-S</i>		<i>Eprouvettes BHP-C</i>	
		<i>Non éclatées (7/9)</i>	<i>Eclatées (2/9)</i>	<i>Non éclatées (6/7)</i>	<i>Eclatées (1/7)</i>	<i>A la sortie du four</i>	<i>Quelques jours après le refroidissement</i>
<i>600°C</i>						<i>Fissuration peu visible</i>	
<i>750°C</i>							

Figure 4.1 : Eprouvettes Ø16x32cm après les cycles de chauffage de 600°C et 750°C.

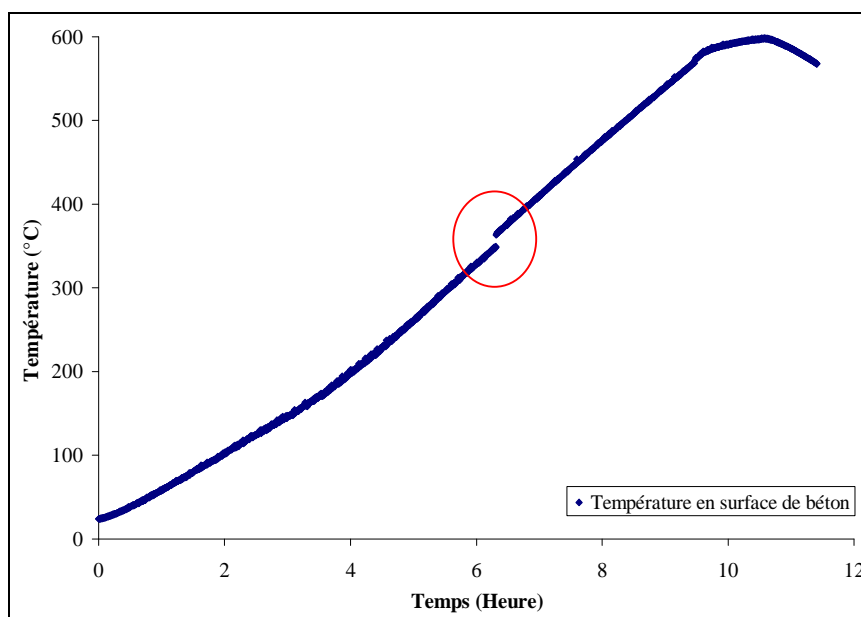


Figure 4.2 : Déplacement du thermocouple de surface de BHP-SC pendant le chauffage.

Les bétons de granulat calcaire chauffés à 750°C s’effritent plusieurs jours après le refroidissement suite à l’hydratation du CaO en Ca(OH)₂ dans le mortier et les granulats. La formation de portlandite est associée à une augmentation de volume et conduit à la désintégration de l’éprouvette. Les mêmes phénomènes sont également observés sur les BO-SC, BO-S, BHP-SC et BHP-S après le cycle de chauffage-refroidissement de 750°C. Mais ils sont beaucoup plus lents et de moindre ampleur que pour le béton de granulat calcaire du fait de la nature de ces granulats.

1.2. Evolution de la fissuration aux interfaces pâte/granulat en fonction de la température de chauffage

Après les cycles de chauffage-refroidissement de 300°C, 600°C et 750°C, nous avons observé l’évolution des dégradations à la surface d’une rondelle de béton de dimensions Ø16x5cm préalablement sciée avant chauffage. L’état des granulats et de leurs interfaces avec la pâte est observé tout d’abord sur l’ensemble de l’échantillon à l’œil nu puis à l’aide d’une loupe binoculaire.

1.2.1. Béton ordinaire

a) Béton de granulat calcaire (BO-C)

Sur les bétons de granulats calcaires, après le cycle de chauffage à 300°C, nous n'avons pas vu de fissures à l'œil nu, mais de petites fissures sont visibles à l'aide d'une loupe standard. On remarque que les granulats carbonatés sont intacts (figure 4.3). À la loupe binoculaire on observe une ouverture de fissure d'environ 10 à 30 µm. Les fissures sont notamment situées aux interfaces pâte/granat et se prolongent dans la pâte reliant deux granulats voisins (figure 4.6 a).

Après le cycle de chauffage à 600°C, nous notons à l'œil nu des fissures isolées de faible ouverture (figure 4.4). Certains granulats s'éclaircissent. L'ouverture des fissures est d'environ 10 à 80 µm. Deux types de fissures sont générés : des fissures tangentielles à l'interface pâte/granat et radiales au sein de la pâte entre granulats proches (figure 4.6 b).

Une forte dégradation de l'échantillon en périphérie est observée à l'œil nu après le cycle de chauffage à 750°C (figure 4.5). On remarque une décohésion des granulats avec la pâte. Certains granulats sont fragmentés et d'autres sont désintégrés. Leur couleur est devenue blanche. L'ouverture des fissures atteint 10 à 400 µm au sein de la pâte (observation à la loupe binoculaire). Les granulats présentent, eux, une fissuration fine et très dense (figure 4.6 c).

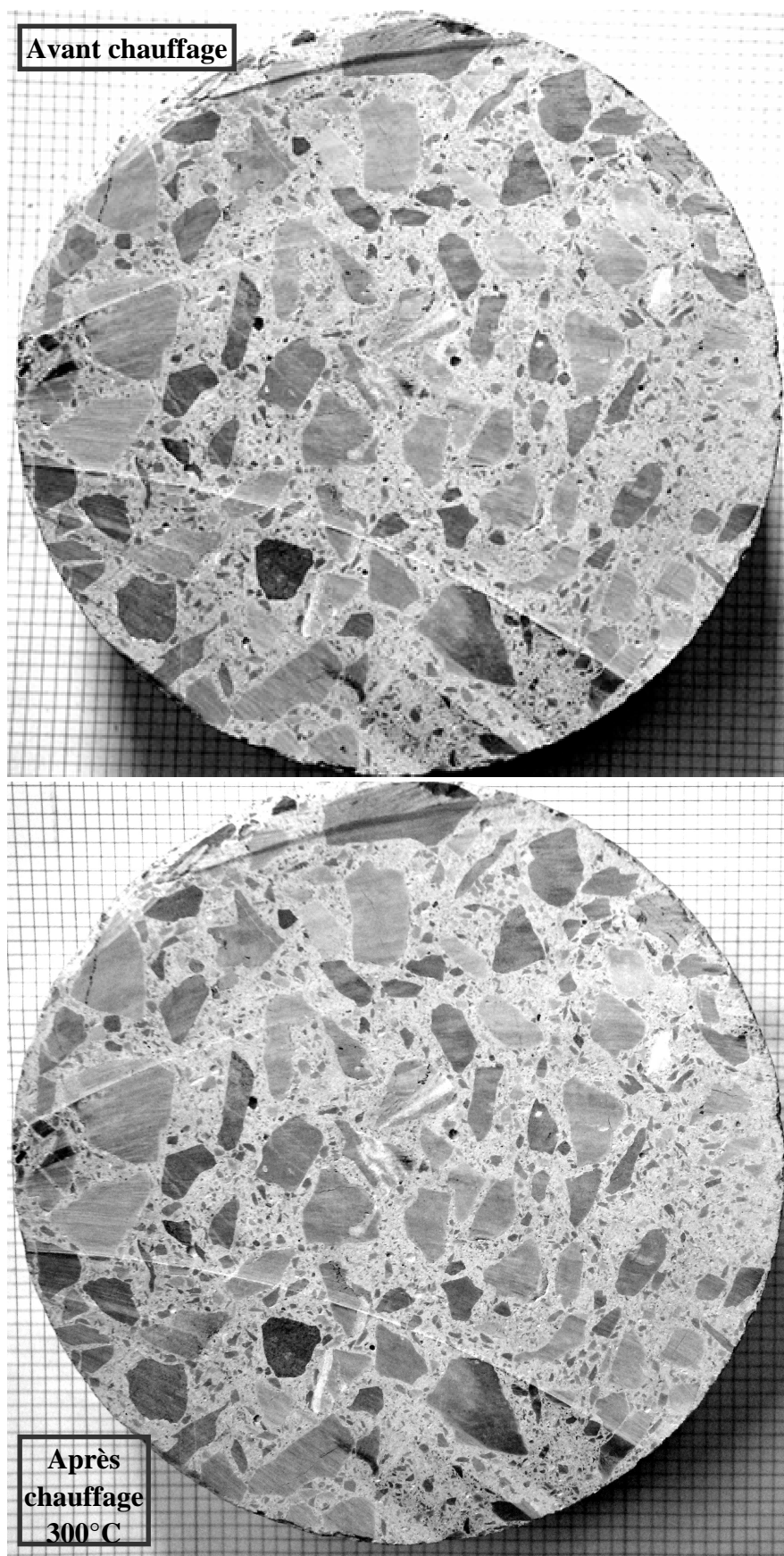


Figure 4.3 : Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 300°C. Pas de fissures à l'œil nu.

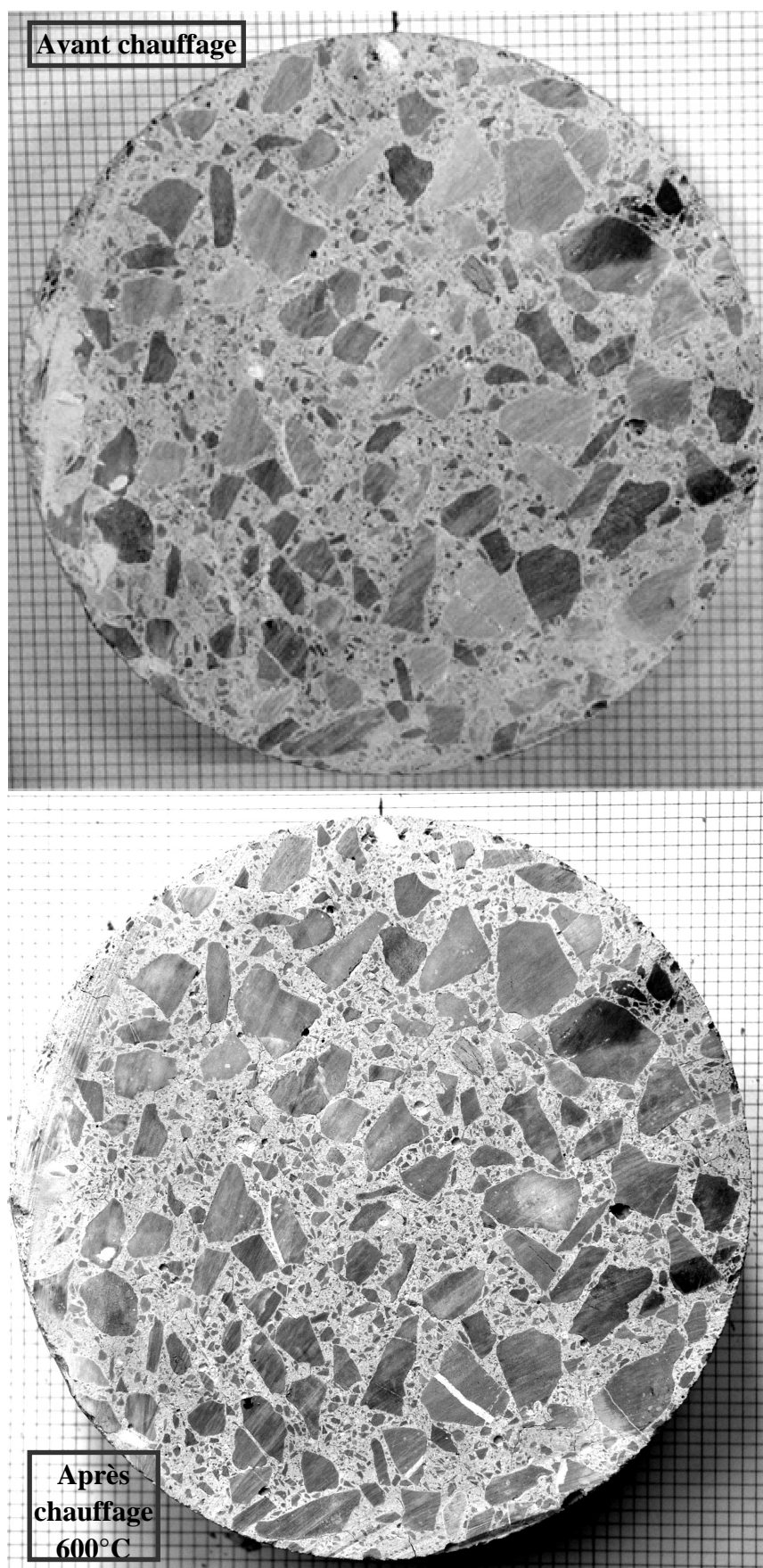


Figure 4.4 : Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 600°C. Des fissures isolées de faible ouverture (détails sur la figure 4.15).

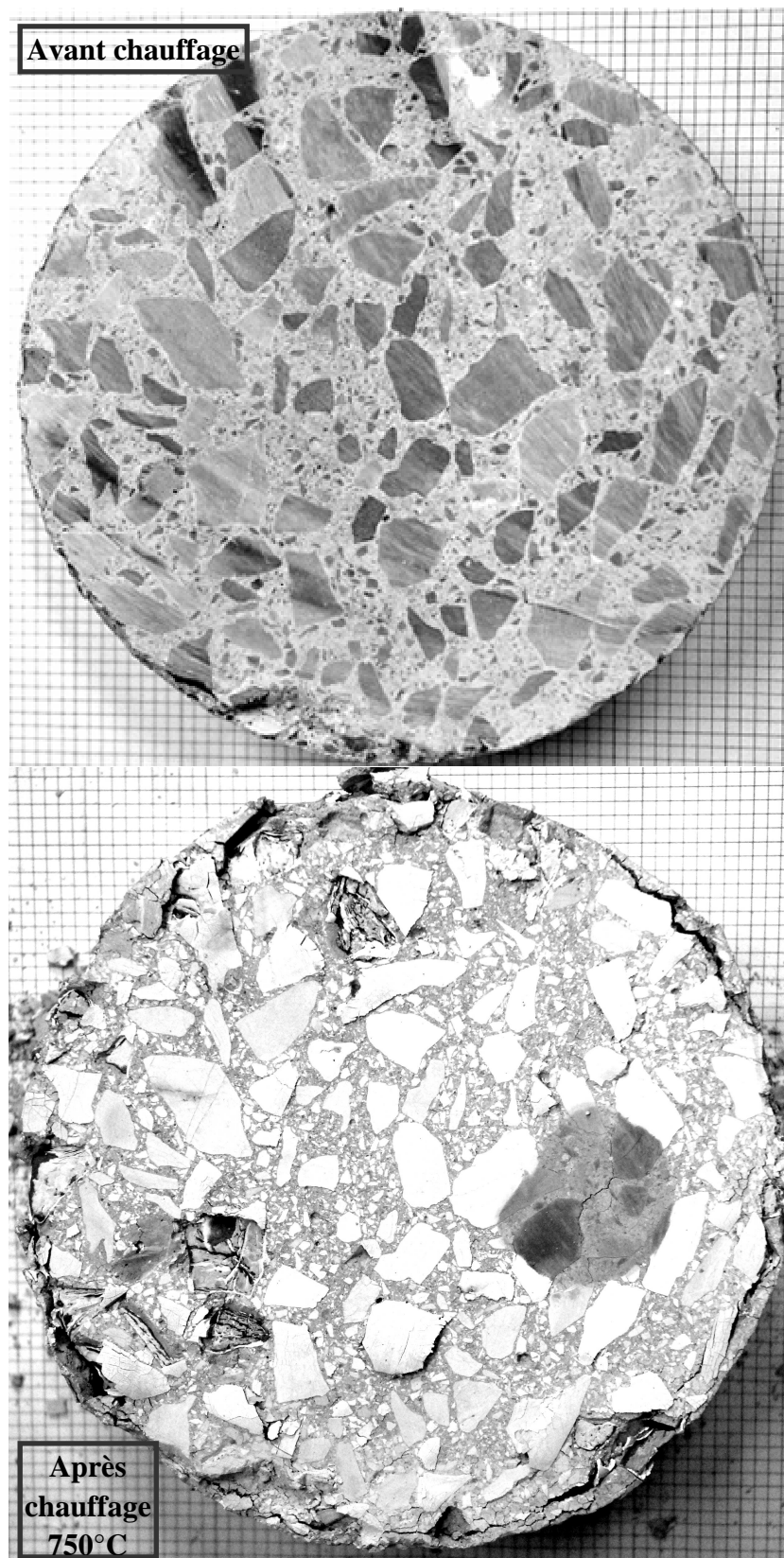


Figure 4.5 : Dégradation du BO-C après le cycle de chauffage à 750°C. Forte dégradation de l'échantillon en périphérie ; Décohésion des granulats avec la pâte ; Certains granulats sont fragmentés et d'autres sont désintégrés ; Blanchiment des granulats.

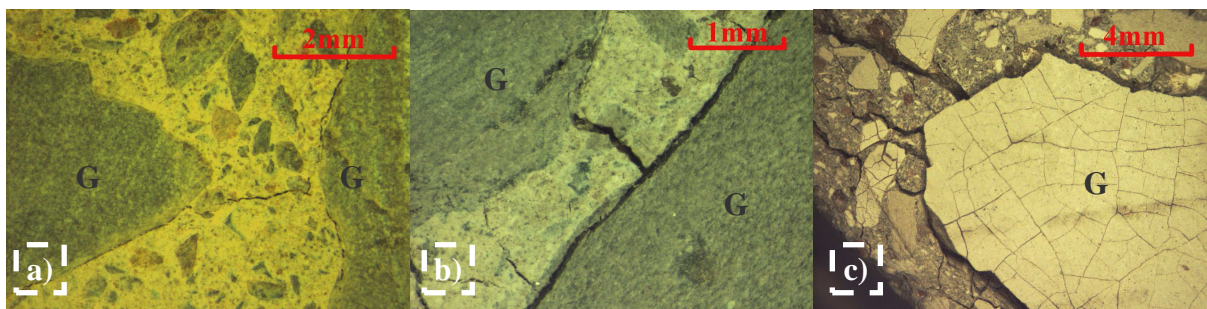


Figure 4.6 : Observations à la loupe binoculaire des zones d'interface pâte/granulat du BO-C après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C. (G : granulat)

b) Béton de granulat silico-calcaire (BO-SC)

Après le cycle de chauffage à 300°C, nous n'avons pas vu de fissure à l'œil nu, mais des petites fissures sont visibles à l'aide d'une loupe standard (figure 4.7). Les granulats carbonatés et les silex sont intacts. Les silex marrons rougissent. L'observation à la loupe binoculaire montre une ouverture de fissure d'environ 10 à 30 μm . Les fissures sont notamment situées aux interfaces pâte/granulat et se prolongent dans la pâte reliant deux granulats voisins (figure 4.10 a).

Après le cycle de chauffage à 600°C à l'œil nu, nous notons de nombreuses fissures dans la matrice, à l'interface et intragranulaire (silex) (figure 4.8). Les granulats calcaires sont intacts. Les silex marrons rougissent. Les silex noirs et gris blanchissent surtout en périphérie. La grande majorité des silex sont fissurés selon plusieurs directions. A la loupe binoculaire, des fissures larges d'environ 10 à 600 μm (figure 4.10 b) apparaissent au sein de la pâte (fissures radiales) et à l'interface (fissures tangentielles). Elles sont connectées en réseau. Les silex sont fragmentés par des fissures fines. L'interface des granulats calcaires apparaît moins fissurée.

Après le chauffage à 750°C, nous observons à l'œil nu une plus forte dégradation du béton avec une augmentation de l'ouverture de fissures (figure 4.9). Les granulats calcaires sont désintégrés et ont blanchi. Le blanchiment (silex noirs et gris) et le rougissement (silex marron) des silex s'accroissent, s'étendant à l'ensemble du grain. Le cortex des silex devient rouge. La grande majorité des silex est fissurée comme pour le BO-SC-600°C. A la loupe binoculaire, la fissuration apparaît plus marquée que pour le BO-SC-600°C (figure 4.10 c). Des fissures apparaissent dans les granulats calcaires et les fissures sont plus nombreuses dans la matrice. Les fissures précédentes se sont ramifiées et se sont dédoublées.

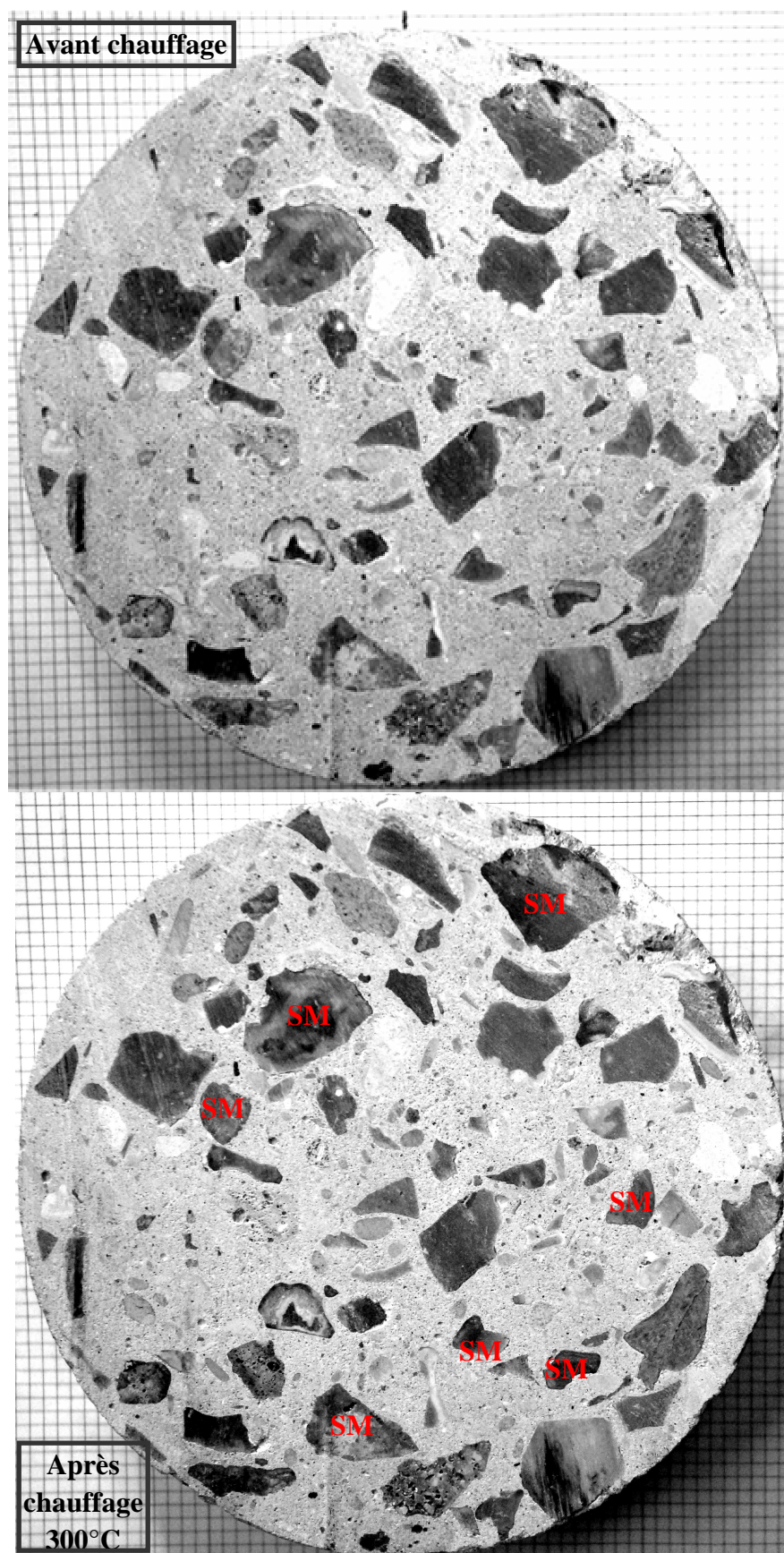


Figure 4.7 : Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 300°C. Pas de fissures à l'œil nu ; Les silex marrons rougissent. (SM : silex marron).

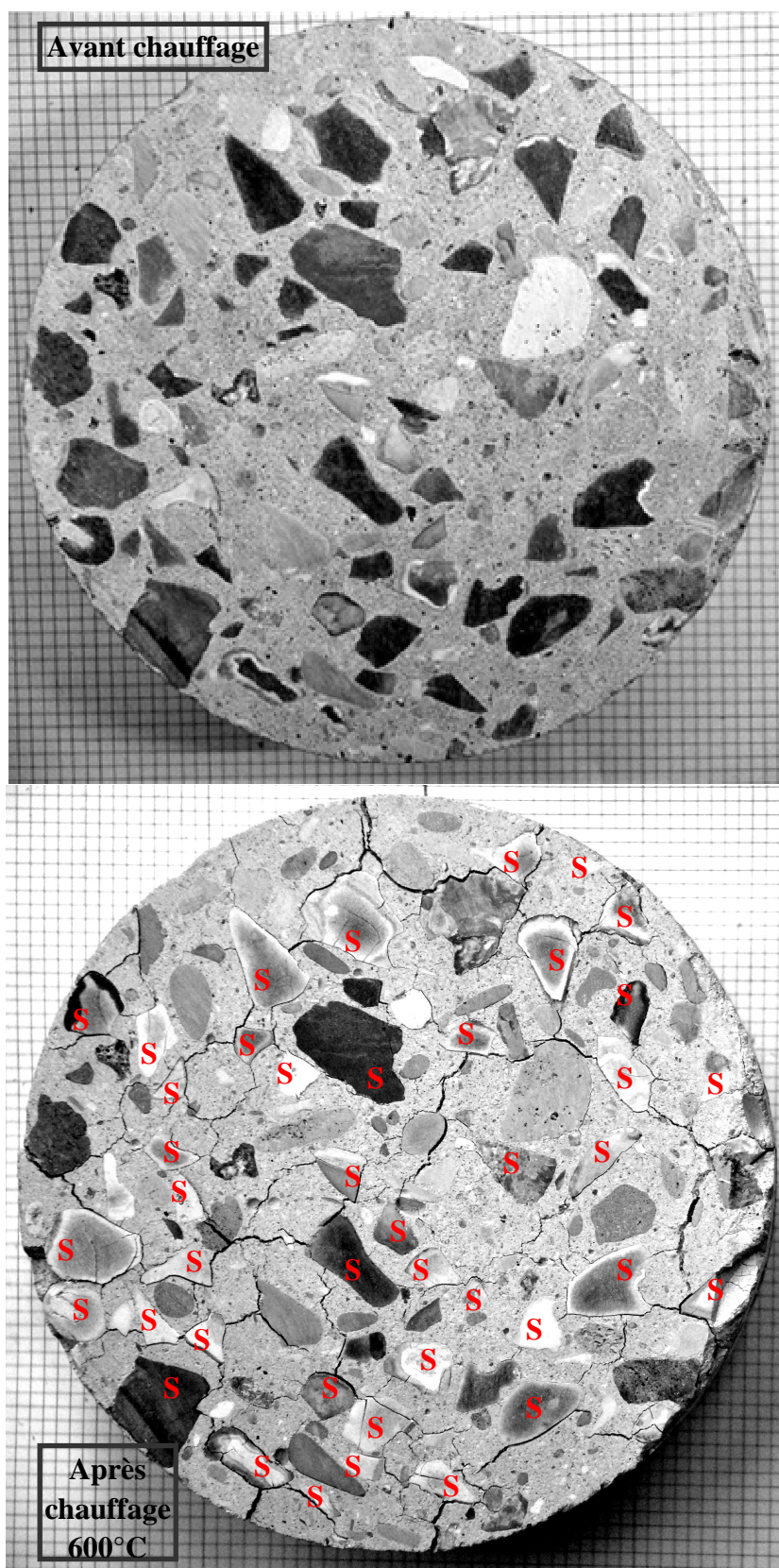


Figure 4.8 : Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 600°C. De nombreuses fissures dans la matrice, à l'interface et intragranulaire (silex) ; La grande majorité des silex sont fissurés selon plusieurs directions. (S : silex).

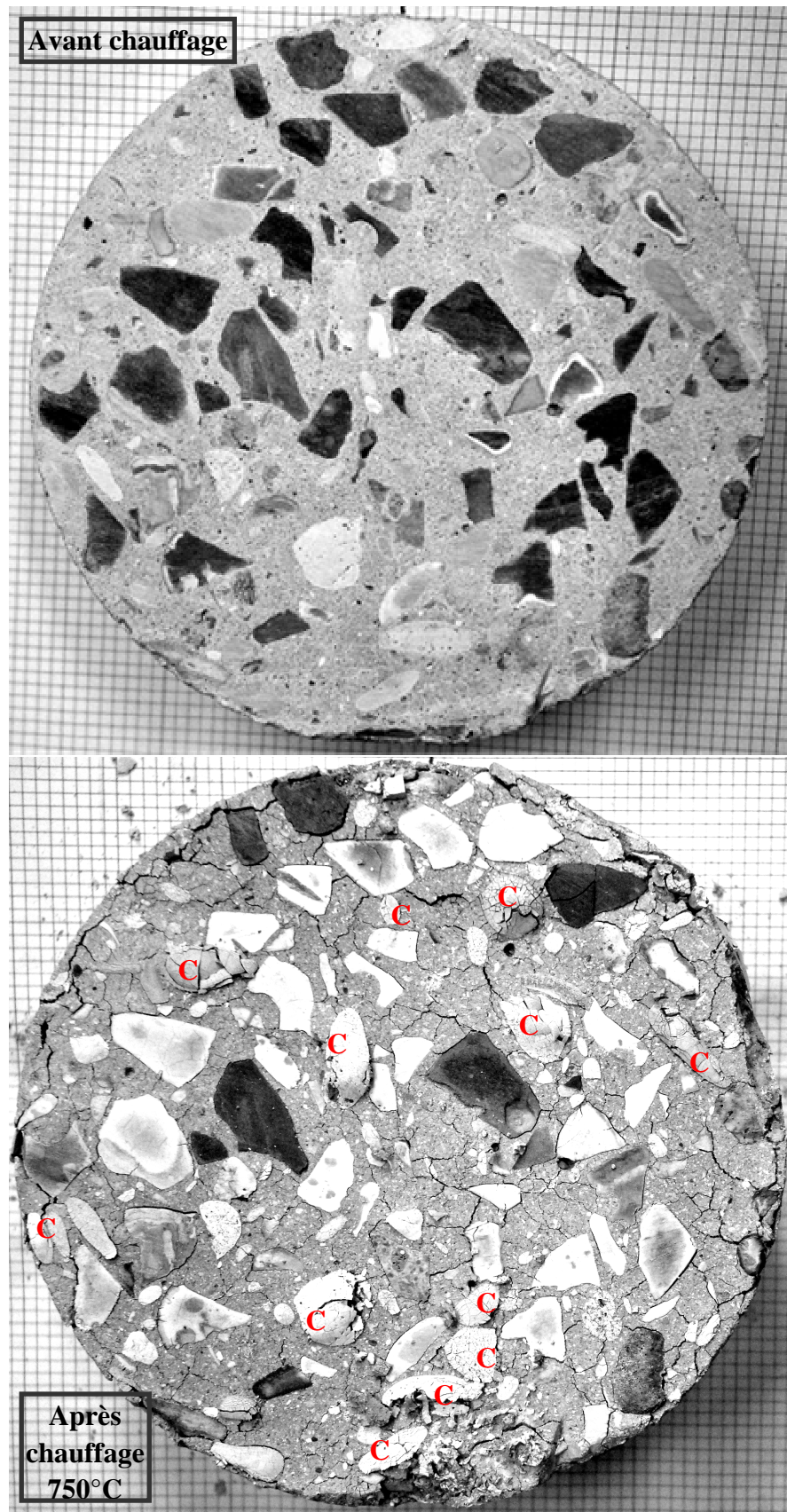


Figure 4.9 : Dégradation du BO-SC après le cycle de chauffage à 750°C. Une plus forte fissuration ; Les granulats calcaires sont désintégrés et ont blanchi. (C : calcaire)

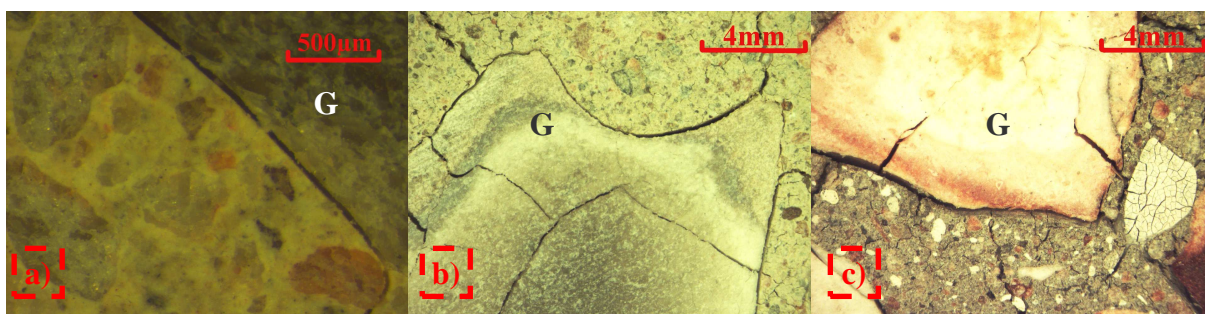


Figure 4.10 : Observations à la loupe binoculaire des zones d'interface pâte/granulat du BO-SC après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C. (G : granulat)

c) Béton de granulat siliceux (BO-S)

Après le cycle de chauffage à 300°C, nous n'avons pas observé de fissures à l'œil nu, mais des microfissures sont visibles à l'aide d'une loupe standard (figure 4.11). Les granulats de quartzite sont intacts. Le quartzite marron a rougi. A la loupe binoculaire quelques microfissures apparaissent à l'interface pâte/granulat (figure 4.14 a). L'ouverture des fissures est d'environ 10 à 20 μm.

Après le cycle de chauffage à 600°C, nous observons à l'œil nu des fissures plus nombreuses à la périphérie de l'échantillon qui forment un réseau connecté au sein de la pâte et à l'interface pâte/granulat (figure 4.12). Les granulats de quartzite ont rougi (tous les quartzites marrons et une partie des quartzites blancs et gris). Les fissures à l'interface s'ouvrent et se prolongent au sein de la pâte (figure 4.14 b). L'ouverture des fissures est d'environ 10 à 300 μm. On note aussi quelques fissures radiales.

Après le cycle de chauffage à 750°C, nous avons observé à l'œil nu la présence de fissures situées principalement à la périphérie de l'échantillon, qui forment un réseau connecté au sein de la pâte et à l'interface pâte/granulat (figure 4.13). On observe peu de différence avec l'état obtenu après le cycle à 600°C (figure 4.14 c) même si les fissures s'ouvrent d'avantage.

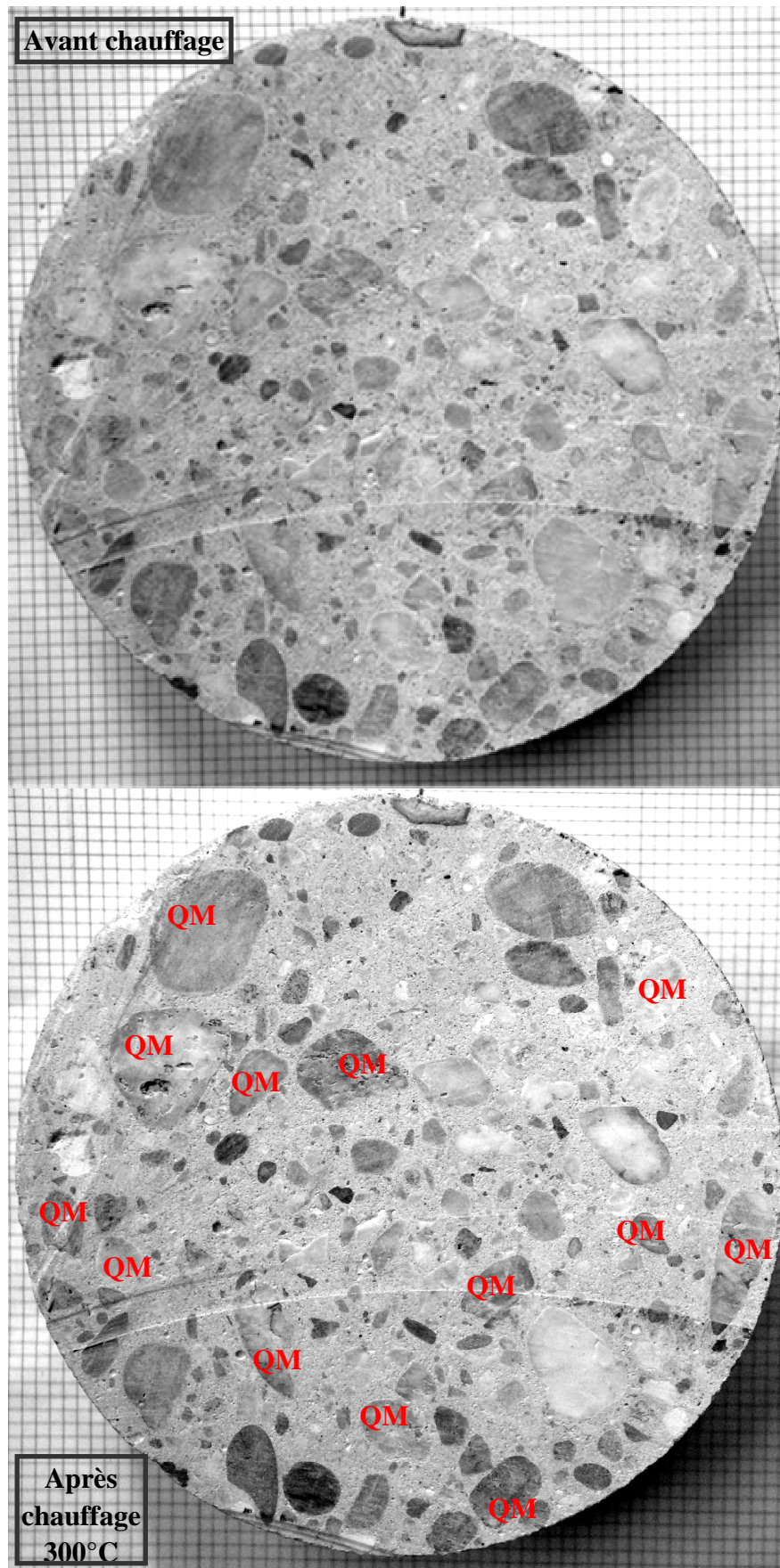


Figure 4.11 : Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 300°C. Pas de fissures ; Le quartzite marron a rougi. (QM : quartzite marron).

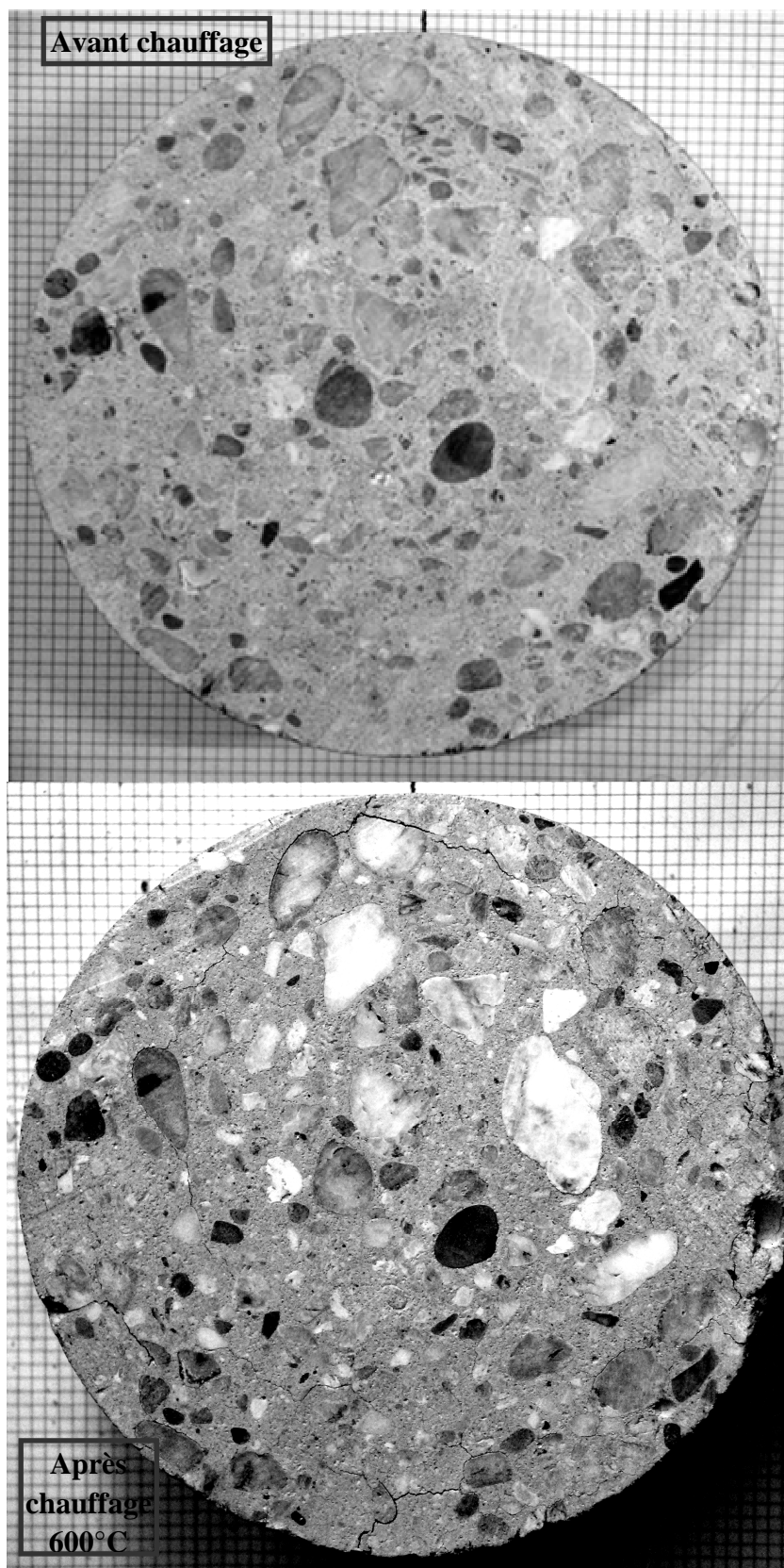


Figure 4.12 : Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 600°C. Des fissures plus nombreuses à la périphérie de l'échantillon qui forment un réseau connecté au sein de la pâte et à l'interface pâte/granulat.

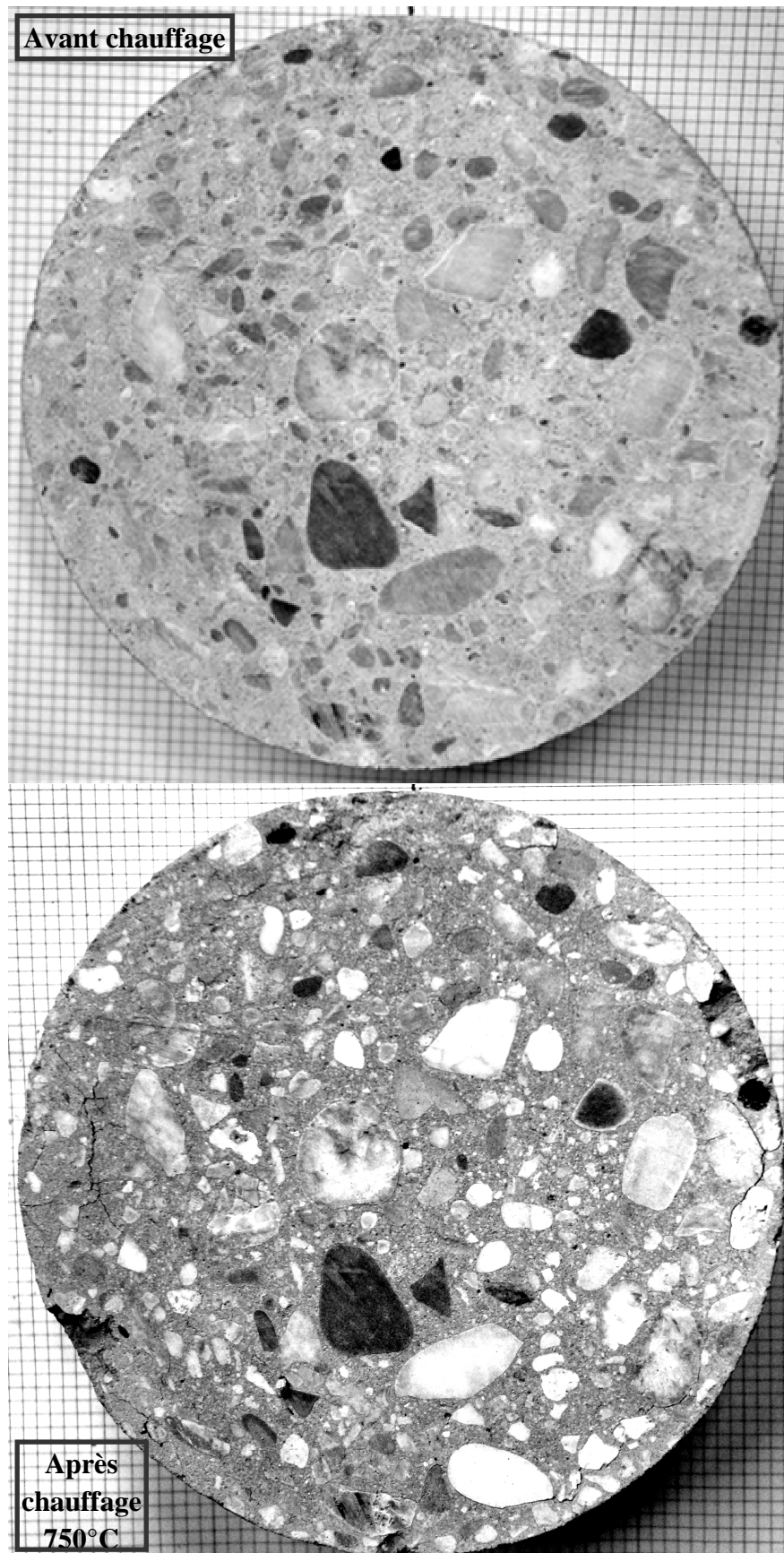


Figure 4.13 : Dégradation du BO-S après le cycle de chauffage à 750°C. Peu de différence avec l'état obtenu après le cycle à 600°C.

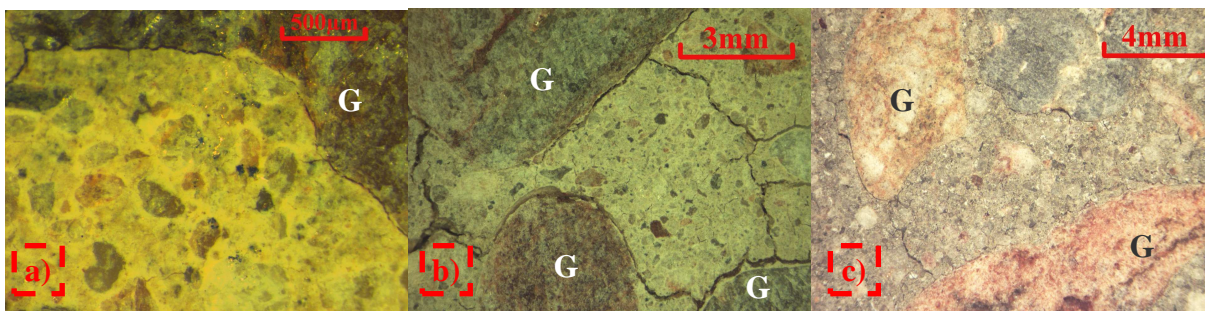


Figure 4.14 : Observations à la loupe binoculaire de la zone d'interface pâte/granulat du BO-S après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C. (G : granulat).

Les observations sur des bétons ordinaires confectionnés avec trois types de granulats différents nous montrent peu de dégradations après le cycle thermique de 300°C. Les fissures ne sont pas visibles à l'œil nu. On observe à la loupe binoculaire des microfissures de 10 à 30 µm, principalement situées à l'interface pâte/granulat.

L'état de dégradation des bétons est très différent après chauffage à 600°C selon la nature des granulats :

- Le béton de granulat silico-calcaire (silex) présente les fissures les plus longues et les plus ouvertes (jusqu'à 600 µm) s'organisant en réseau. Les fissures se situent à l'interface pâte/granulat et au sein de la pâte. Les silex sont aussi traversés de part en part par de fines fissures.
- Le béton de granulat calcaire présente les fissures les moins longues et les moins ouvertes (jusqu'à 80 µm).
- Le béton de granulat siliceux (quartzite) est surtout endommagé en périphérie. Les macro-fissures sont majoritairement situées à l'interface pâte/granulat. Elles se prolongent au sein de la pâte. Elles sont suffisamment longues pour se rejoindre et former un réseau connecté. On note une ouverture maximale de 300 µm.

Après chauffage à 750°C, les bétons contenant des granulats calcaires présentent un endommagement supplémentaire. Les carbonates sont fragmentés en petits morceaux. Ceci est dû à la réhydratation du CaO formé suite à la décarbonatation de la calcite (CaCO_3). Cette réhydratation par l'humidité ambiante conduit à la formation de portlandite qui s'accompagne d'un gonflement important. Cette augmentation de volume des carbonates s'accompagne d'une décohésion des granulats avec la pâte et d'une fissuration radiale.

L'évolution de la fissuration avec la température de chauffage dans le béton ordinaire montre que les fissures se situent à la fois à l'interface pâte/granulat et au sein de la pâte. A 300°C les fissures tangentielles prédominent. Les fissures radiales ont surtout été observées après le cycle à 600°C.

Les silex sont apparus fragmentés après le cycle de chauffage de 600°C. Ceci s'accompagne d'une forte fissuration du béton. Après le cycle de 750°C, les carbonates sont fragmentés en petits morceaux. Les bétons contenant ces granulats sont fortement endommagés. Afin de traduire ces observations qualitatives sous forme quantitative, nous avons utilisé le logiciel d'analyse d'image, Visilog. Celui-ci est utilisé pour cartographier les fissures et mesurer la largeur et la surface de fissures. La densité de fissures est quantifiée par la surface de fissures sur la surface totale du disque de béton. Nous présentons les résultats obtenus après le cycle de chauffage-refroidissement à 600°C dans le cas des bétons ordinaires sur la figure 4.15.

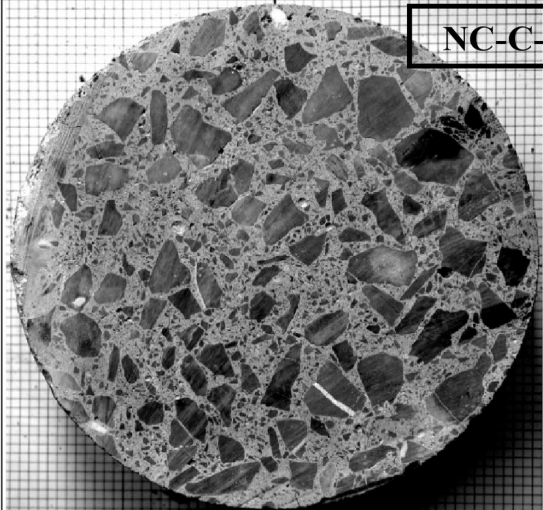

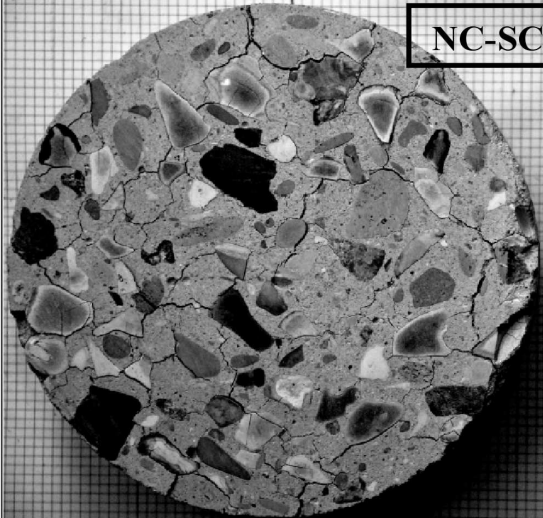
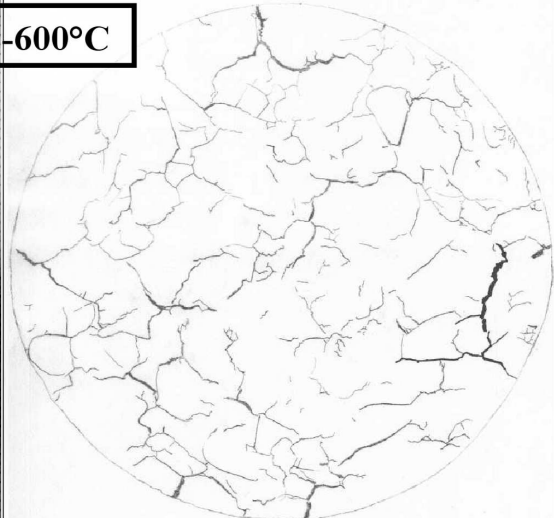
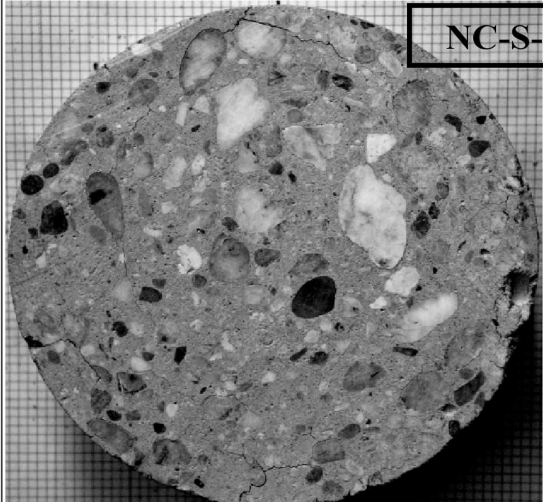
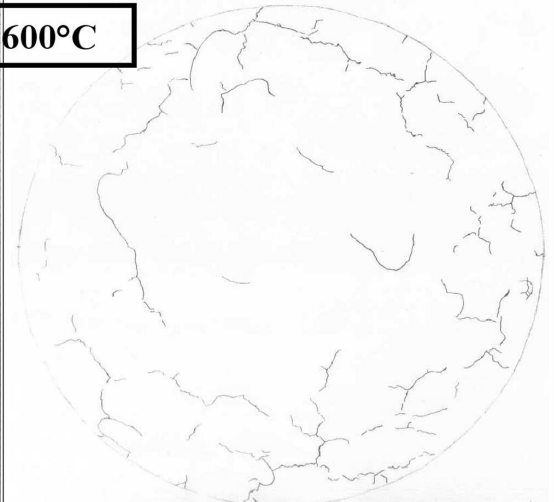
<i>Photographie after heating</i>	<i>Cracking map</i>	<i>Percentage of cracks area</i>
 <p data-bbox="635 297 906 360">NC-C-600°C</p>		<p data-bbox="1353 533 1426 562">0,99%</p>
 <p data-bbox="635 813 906 875">NC-SC-600°C</p>		<p data-bbox="1353 1048 1426 1077">5,44%</p>
 <p data-bbox="635 1335 906 1397">NC-S-600°C</p>		<p data-bbox="1353 1570 1426 1599">1,56%</p>

Figure 4.15 : Comparaison de la fissuration des BO-C, BO-SC et BO-S après le cycle de chauffage-refroidissement de 600°C. (NC : béton ordinaire ; C : calcaire ; SC : silico-calcaire ; S : siliceux).

Pour le béton de granulat silico-calcaire, les fissures forment un réseau réparti sur toute la surface de l'échantillon. La surface cumulée des fissures représente environ 5,44% de la surface totale de l'échantillon de béton. La largeur de fissure maximale est d'environ 600 μm .

Pour le béton de granulat siliceux, les fissures sont moins denses, principalement situées dans la périphérie de l'échantillon. La surface cumulée des fissures représente environ 1,56% de la surface totale de l'échantillon de béton. La largeur de la fissure maximale est d'environ 300 μm .

Pour le béton de granulat calcaire, des fissures sont isolées et ne forment pas un réseau. La surface cumulée des fissures représente environ 1% de la surface totale de l'échantillon de béton et la largeur de fissure maximale est d'environ 80 μm .

1.2.2. Béton à hautes performances

Pour les différents niveaux de sollicitation thermique, les bétons à hautes performances apparaissent moins endommagés que les bétons ordinaires. Les photos des rondelles de béton avant et après les différents cycles sont présentées dans l'annexe.

Pour les trois types de granulats, les fissures dans le béton à hautes performances ont de plus faibles ouvertures. Après le cycle à 600°C l'ouverture maximale des fissures des BHP-SC est de 400 μm (600 μm avec BO-SC). Après le cycle à 750°C, les fissures dans les BHP demeurent toujours moins larges que dans les BO. Les figures 4.16 et 4.17 montrent la différence de l'état de fissuration des BHP-C et BHP-SC par rapport aux BO-C et BO-SC après le cycle thermique à 750°C.

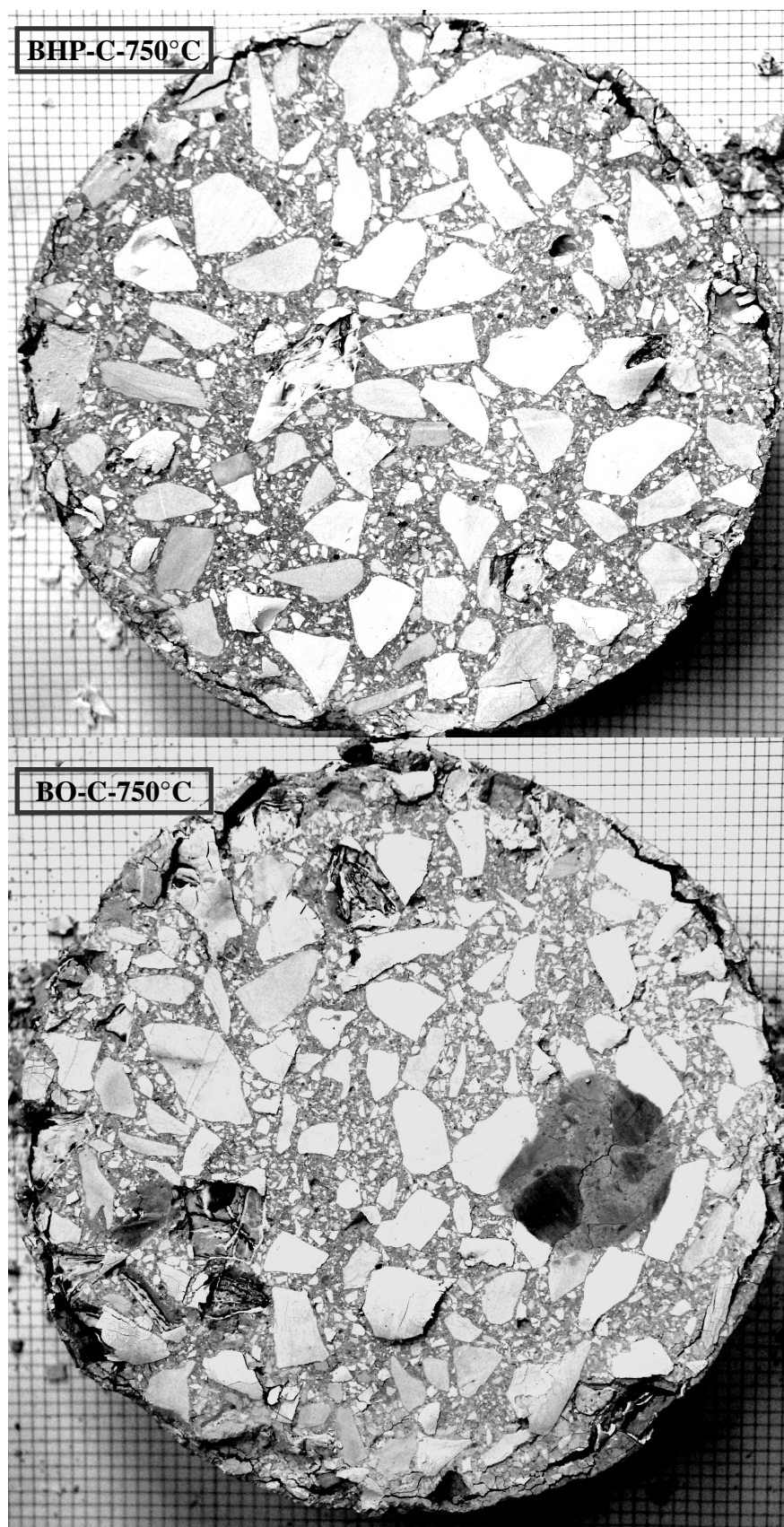


Figure 4.16 : Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-C et BO-C à 750°C. Dégradation de l'échantillon en périphérie ; Les fissures dans BHP-C-750°C ont de plus faibles ouvertures.

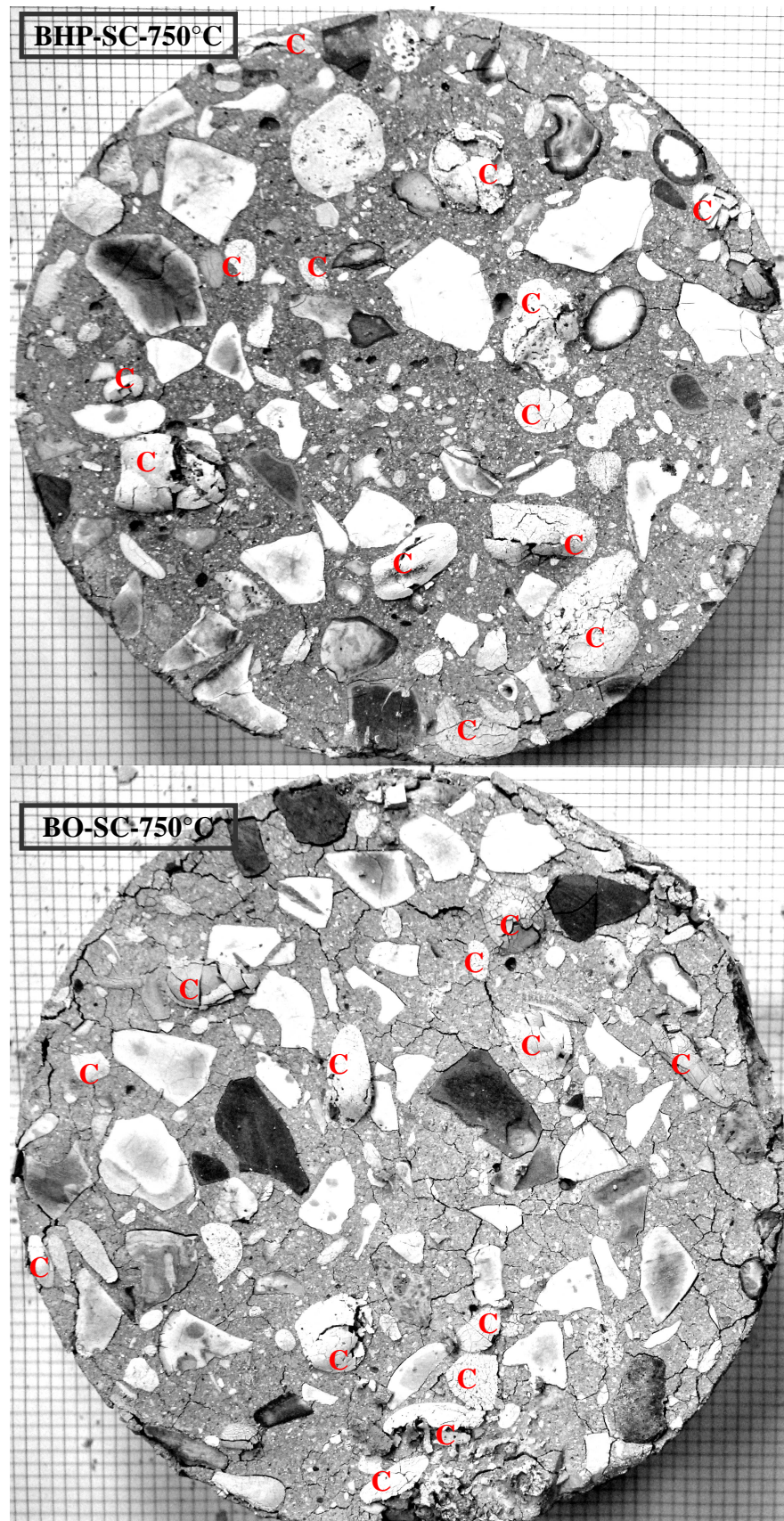


Figure 4.17 : Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-SC et BO-SC à 750°C.
(C : calcaire)

La différence de l'état de fissuration entre BO et BHP est particulièrement remarquable avec les granulats siliceux. L'ouverture maximale des fissures après chauffage à 600°C est dix fois moins élevée (30µm au lieu de 300µm) avec un rapport E/C plus faible. A la différence du béton ordinaire, on observe dans le béton à hautes performances des fissures transgranulaires (figure 4.18) et une moindre fissuration de l'interface pâte/granulat pour les trois types de granulat.

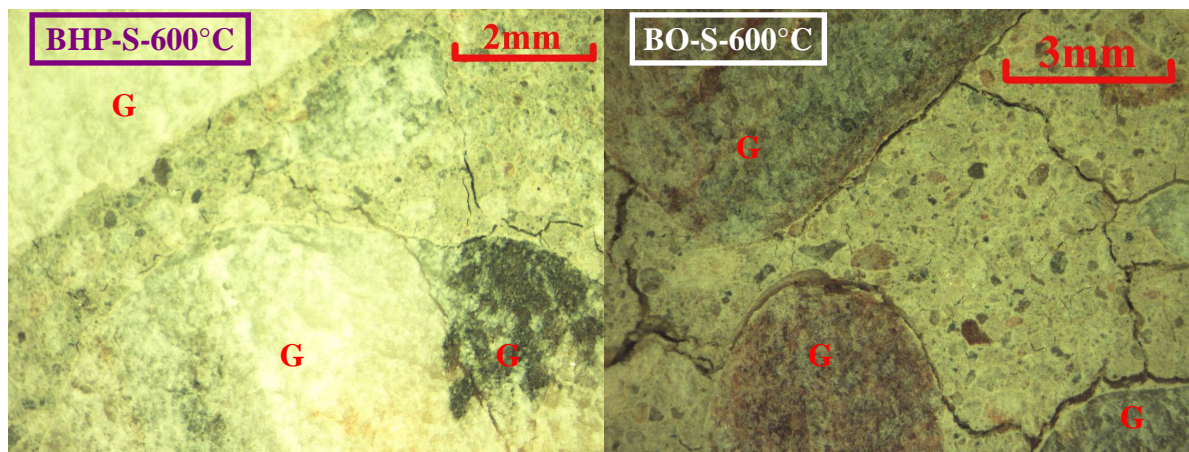


Figure 4.18 : Comparaison de la différence de l'état de fissuration de BHP-S et BO-S à 600°C. Fissure transgranulaire (le quartzite est fissuré) dans la photo de gauche ; Des fissures tangentielles à l'interface pâte/granulat dans la photo de droite (le quartzite n'est pas endommagé). (G : granulat).

Le faible rapport E/C explique la meilleure résistance de l'interface et par conséquent une fissuration de type transgranulaire. L'amélioration de la qualité de l'interface se fait particulièrement ressentir sur les bétons de granulats siliceux de quartzite. Leur forme roulée et leur surface lisse influence défavorablement leur adhérence avec la pâte de ciment et ce d'autant plus que la zone de transition est poreuse. Avec la diminution du rapport E/C de 0.6 à 0.3, la qualité de l'interface est améliorée ce qui a limité la rupture de l'interface des granulats de quartzite et de la pâte de ciment.

L'analyse de l'état de fissuration après les différents cycles thermiques a montré que la plupart des fissures sont en relation avec les granulats. Elles sont tangentielles à l'interface pâte/granulat, radiales entre granulats proches et transgranulaires dans le cas des BHP. Elles sont générées par les contraintes différentielles entre la pâte de ciment et les granulats liées à leur incompatibilité de déformation.

A 300°C, on observe essentiellement des fissures à l'interface puis à 600°C des fissures radiales apparaissent. Ces dernières sont notamment très nombreuses et ouvertes dans le béton de granulat silico-calcaire. La fragmentation des silex s'accompagne d'une augmentation de volume qui génère des fissures radiales se propageant à partir de l'interface dans la pâte.

2. Evolution des propriétés physiques des bétons

2.1. Perte de masse du béton chauffé

L'exposition des bétons aux hautes températures entraîne une dégradation des granulats et de la pâte de ciment dont l'une des conséquences est la diminution de la densité du béton. La perte de masse permet notamment de quantifier l'eau libre et liée présentes avant et après chauffage dans une éprouvette de béton. Cette eau se retrouve sous forme liée dans les hydrates, adsorbée à la surface des éléments solides et libre dans les pores. L'eau libre a la propriété d'être perdue facilement lors de variations thermiques [Baro 1994].

La valeur de perte de masse est une moyenne des mesures effectuées sur 4 éprouvettes de dimensions Ø16x32cm pour chaque type de béton. La valeur moyenne et l'écart type de la perte de masse des bétons de granulat calcaire, des bétons de granulat silico-calcaire et des bétons de granulat siliceux sont listés dans le tableau suivant (tableau 4.1).

		300°C		600°C		750°C	
		<i>Perte de masse moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Perte de masse moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>	<i>Perte de masse moyenne</i>	<i>Ecart-type</i>
	<i>C</i>	6.6%	0.122	8.8%	0.094	10.3%	0.317
<i>BO</i>	<i>SC</i>	6.2%	0.025	9.5%	0.027	9.9%	0.079
	<i>S</i>	5.9%	0.192	7.8%	0.239	7.7%	0.130

	<i>C</i>	4.1%	0.136	6.1%	0.117	7.4%	0.143
<i>BHP</i>	<i>SC</i>	4.9%	0.098	7.1%	0.051	7.5%	0.017
	<i>S</i>	3.0%	0.158	5.3%	0.014	5.7%	0.010

Tableau 4.1 : Perte de masse moyenne des bétons étudiés après chauffage.

Pour une matrice donnée (ordinaire ou à hautes performances), le volume de pâte était constant pour les trois natures de granulats utilisés dans les bétons (Calcaire, Silico-calcaire et Siliceux). La

différence de perte de masse après chauffage entre les bétons est donc seulement liée à la nature des granulats utilisés.

Conformément à ce qui est attendu, les bétons à hautes performances perdent moins d'eau que les bétons ordinaires. On constate que l'influence du granulats sur la perte de masse diffère selon le rapport E/C de la pâte. Pour un rapport E/C de 0.6, la perte de masse des différents bétons est très similaire jusqu'à 300°C. Au-delà de cette température, la nature minéralogique des granulats influence la perte de masse des bétons (figure 4.19). Tandis que pour un rapport E/C de 0.3, les différences de pertes de masse apparaissent dès 300°C.

Sur la totalité de l'eau qui part des bétons à hautes performances une proportion plus importante est contenue dans les granulats, compte tenu du faible rapport E/C de la pâte. Ceci explique pourquoi dès 300°C des différences de pertes de masse apparaissent en fonction de la nature du granulats. Les différences de perte de masse entre les trois types de bétons à hautes performances à 300°C peuvent donc être expliquées par l'eau libre dans les granulats. Les résultats de perte de masse des bétons sont conformes aux pertes de masse mesurées sur les granulats (voir chapitre 3). Les bétons de granulats de quartzite (BO-S et BHP-S) présentent la plus faible perte de masse. Les granulats de quartzite, très peu poreux, perdent peu d'eau lors du chauffage. La plus grande perte de masse des bétons de granulats silico-calcaire peut s'expliquer en partie par la quantité importante d'eau absorbée par les carbonates poreux présents dans ce granulats (tableau 3.2) et le départ d'eau liée du silex après 450°C.

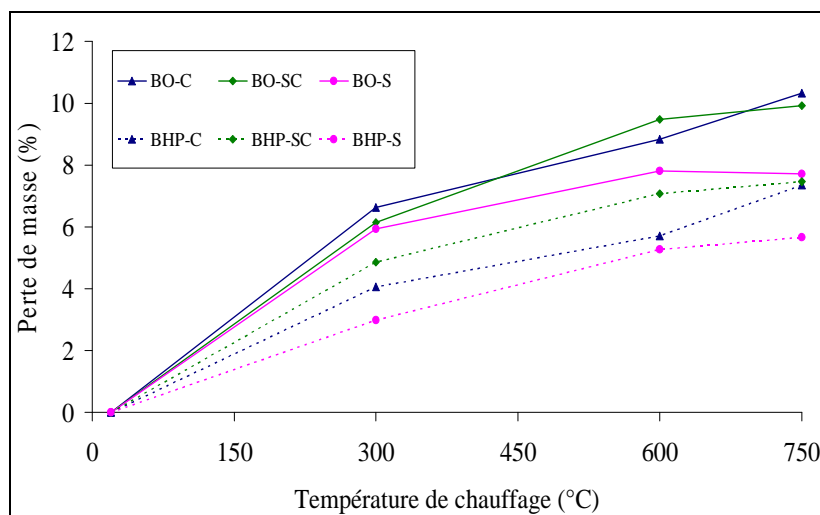


Figure 4.19 : Perte de masse des bétons testés en fonction de la température de chauffage. La plus faible perte de masse pour les BHP que les BO.

La perte de masse des bétons de granulats silico-calcaire et de granulats siliceux se stabilise à partir de 600°C. A l'inverse, le départ de CO₂ provenant des carbonates de calcium entraîne une nouvelle

augmentation de la perte de masse après 600°C pour les bétons gâchés avec le granulat calcaire (BO-C et BHP-C).

2.2. Porosité et densité apparente des bétons

La mesure de la porosité à l'eau sous vide permet de caractériser la microstructure poreuse des bétons testés. Les tableaux 4.2 et 4.3 présentent les valeurs de porosité à l'eau sous vide des bétons étudiés. A 80°C, nous distinguons, selon le rapport E/C, deux plages de valeurs : 15% à 16% pour le béton ordinaire et environ 9.5% à 11% pour le béton à hautes performances.

Type de matrice	Type de granulat	Eprouvettes	80°C	150°C	300°C	450°C	600°C
BO	C	ép. 1	14.90%	17.64%	20.82%	20.02%	23.95%
		ép. 2	14.89%	16.64%	16.78%	20.10%	22.76%
		ép. 3	15.40%	15.44%	18.45%	17.96%	23.14%
		moy.	15.06%	16.57%	18.68%	19.36%	23.28%
		écart type	0.003	0.011	0.020	0.012	0.006
	SC	ép. 1	15.82%	16.99%	19.94%	22.35%	24.81%
		ép. 2	15.20%	19.28%	18.29%	22.17%	24.50%
		ép. 3	16.96%	17.82%	21.66%	21.85%	23.69%
		moy.	15.99%	18.03%	19.96%	22.12%	24.33%
		écart type	0.009	0.012	0.017	0.003	0.006
	S	ép. 1	15.21%	15.11%	21.02%	17.45%	22.55%
		ép. 2	15.10%	14.49%	17.04%	22.00%	22.11%
		ép. 3	15.22%	18.66%	17.40%	19.08%	20.96%
		moy.	15.18%	16.09%	18.49%	19.51%	21.87%
		écart type	0.001	0.023	0.022	0.023	0.008

Tableau 4.2 : Porosité à l'eau des bétons ordinaires testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.

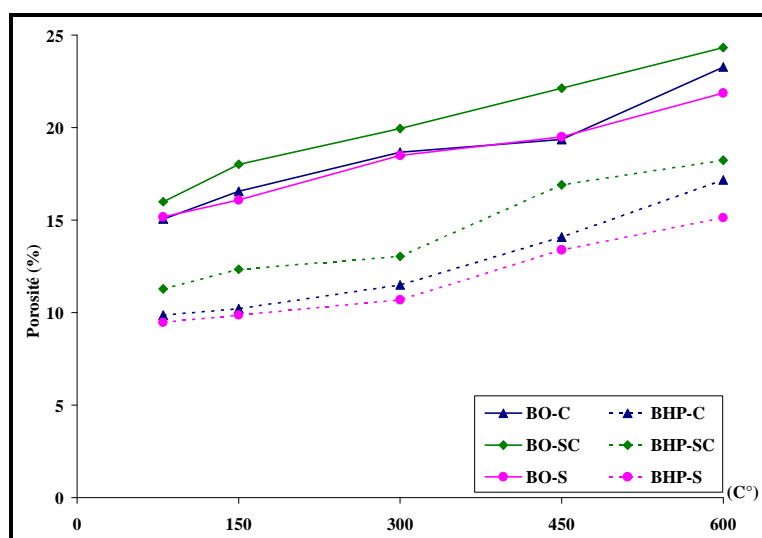
Type de matrice	Type de granulat	Eprouvettes	80°C	150°C	300°C	450°C	600°C
BHP	C	ép. 1	9.94%	9.87%	11.12%	14.36%	17.33%
		ép. 2	9.63%	11.16%	11.65%	14.62%	17.44%
		ép. 3	10.08%	9.64%	11.77%	13.25%	16.75%
		moy.	9.88%	10.22%	11.51%	14.08%	17.17%
		écart type	0.002	0.008	0.003	0.007	0.004
	SC	ép. 1	11.19%	12.13%	13.30%	16.71%	18.55%
		ép. 2	11.64%	12.05%	12.58%	17.10%	18.35%
		ép. 3	11.04%	12.88%	13.25%	16.96%	17.86%
		moy.	11.29%	12.35%	13.04%	16.92%	18.25%
		écart type	0.003	0.005	0.004	0.002	0.004
	S	ép. 1	9.34%	10.21%	10.28%	13.76%	14.64%
		ép. 2	9.30%	9.63%	11.65%	13.77%	14.68%
		ép. 3	9.80%	9.74%	10.17%	12.65%	16.03%
		moy.	9.48%	9.86%	10.70%	13.39%	15.12%
		écart type	0.003	0.003	0.008	0.006	0.008

Tableau 4.3 : Porosité à l'eau des bétons à hautes performances testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.

La figure 4.20 présente l'évolution de porosité à l'eau absolue et relative des bétons testés en fonction du cycle de chauffage. La valeur relative de la porosité est déterminée par rapport à la valeur mesurée à 80°C. La figure 4.20 montre une augmentation de la porosité en fonction de la température. Cette augmentation de la porosité des bétons est due au départ de l'eau adsorbée dans les pores capillaires et de l'eau liée des hydrates de la pâte de ciment [Gall 2001] [Kali 1998] [Noum 1995], et aussi à la fissuration engendrée par la dilatation différentielle entre la pâte et les granulats [Kali 1998][Noum 1995].

L'augmentation relative de la porosité est d'environ 44% à 55% pour les trois types de bétons ordinaires à 600°C et d'environ 60% à 75% pour les bétons à hautes performances. La porosité relative des BHP augmente plus fortement que celle des BO après 300°C. Elle reste toutefois inférieure, en valeur absolue, à celle des bétons ordinaires. Il semble que la microstructure des bétons plus compacts soit plus affectée par le chauffage [Mind 2010] [Pliy 2010].

La porosité des bétons gâchés avec le granulat silico-calcaire est toujours plus forte que celle des autres bétons parce que les carbonates dans le granulat silico-calcaire ont une porosité deux fois plus grande que celle des carbonates du granulat calcaire. La comparaison de l'évolution de la porosité relative entre les bétons de granulats différents montre que la porosité du béton SC augmente plus vite entre 300°C et 450°C que celle des autres bétons. Cette augmentation de porosité à 450°C est à mettre en parallèle de l'instabilité thermique observée sur les silex. Les silex chauffés à 450°C ont soit éclaté soit été fortement fissurés. La plus forte augmentation de porosité des bétons SC à 450°C serait le fait de l'endommagement thermique des silex et de la fissuration de l'interface pâte/granulat. A 450°C, la porosité relative des bétons de quartzite (S) et de calcaire (C) est identique. Entre 450°C et 600°C, la porosité du béton de granulat calcaire présente une augmentation plus importante que celle du béton de granulat siliceux ou silico-calcaire que l'on peut imputer au début de la dégradation du granulat calcaire par décarbonatation.



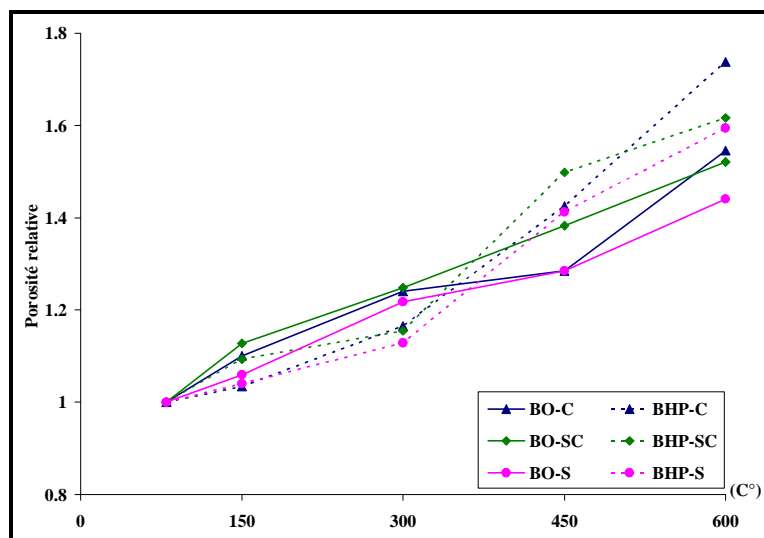


Figure 4.20 : Evolution de la porosité à l'eau sous vide des bétons en fonction de la température, a) valeur absolue, en haut ; b) valeur relative, en bas.

Les tableaux 4.4 et 4.5 présentent les valeurs de densités apparentes obtenues sur les bétons testés en fonction du cycle de chauffage. A 80°C, la densité des bétons ordinaires varie de 2.15 à 2.22 et celles des BHP de 2.33 à 2.42.

Type de matrice	Type de granulat	Eprouvettes	80°C	150°C	300°C	450°C	600°C
BO	C	ép. 1	2.21	2.18	2.12	2.17	2.11
		ép. 2	2.23	2.23	2.27	2.15	2.13
		ép. 3	2.21	2.21	2.22	2.24	2.13
		moy.	2.22	2.20	2.20	2.19	2.13
		écart type	0.008	0.023	0.081	0.047	0.011
	SC	ép. 1	2.15	2.15	2.16	2.07	2.00
		ép. 2	2.19	2.11	2.16	2.07	1.97
		ép. 3	2.11	2.14	2.09	2.07	2.00
		moy.	2.15	2.13	2.14	2.07	1.99
		écart type	0.039	0.025	0.039	0.005	0.016
	S	ép. 1	2.21	2.22	2.10	2.22	2.08
		ép. 2	2.21	2.23	2.21	2.10	2.09

		ép. 3	2.17	2.13	2.20	2.18	2.14
		moy.	2.19	2.20	2.17	2.17	2.10
		écart type	0.022	0.055	0.060	0.057	0.029

Tableau 4.4 : Densité apparente des bétons ordinaires testés en fonction du type de granulat et du cycle de traitement thermique.

Type de matrice	Type de granulat	Eprouvettes	80°C	150°C	300°C	450°C	600°C
BHP	C	ép. 1	2.42	2.38	2.32	2.35	2.31
		ép. 2	2.42	2.36	2.37	2.33	2.31
		ép. 3	2.42	2.42	2.38	2.33	2.32
		moy.	2.42	2.39	2.36	2.33	2.31
		écart type	0.003	0.032	0.033	0.010	0.005
	SC	ép. 1	2.35	2.30	2.29	2.29	2.06
		ép. 2	2.30	2.27	2.26	2.22	2.09
		ép. 3	2.34	2.26	2.26	2.26	2.07
		moy.	2.33	2.28	2.27	2.26	2.07
		écart type	0.024	0.019	0.017	0.033	0.019
	S	ép. 1	2.38	2.37	2.28	2.31	2.30
		ép. 2	2.38	2.34	2.37	2.32	2.31
		ép. 3	2.35	2.34	2.34	2.37	2.28
		moy.	2.37	2.35	2.33	2.33	2.30
		écart type	0.013	0.016	0.045	0.033	0.019

Tableau 4.5 : Densité apparente des bétons à hautes performances testés en fonction du type de granulat et du cycle de traitement thermique.

La figure 4.21 présente l'évolution de la densité moyenne des bétons en fonction de la température. Nous observons une diminution de la densité apparente avec les cycles de chauffage. La diminution

de densité du béton de granulat calcaire et du béton de granulat siliceux est similaire, entre 3% et 4% à 600°C. La densité du béton de granulat silico-calcaire par contre diminue de 8% avec la matrice ordinaire et de 11% avec la matrice à hautes performances. Ces diminutions de la densité apparente sont dues au départ de l'eau durant le chauffage suite à la décomposition des hydrates comme les C-S-H et la portandite [Kali 1998] [Hage 2004]. L'évolution de la densité est en effet corrélée à celle de la porosité. En outre, Bazant remarque que la diminution de la densité est associée à l'expansion thermique du béton, et plus particulièrement à celle des granulats [Baza 1996]. Comme nos silex sont tous fissurés à partir de 450°C créant des expansions macroscopiques additionnelles, nous avons une plus forte diminution de la densité apparente pour le béton de granulat silico-calcaire par rapport aux bétons de granulats calcaire et siliceux.

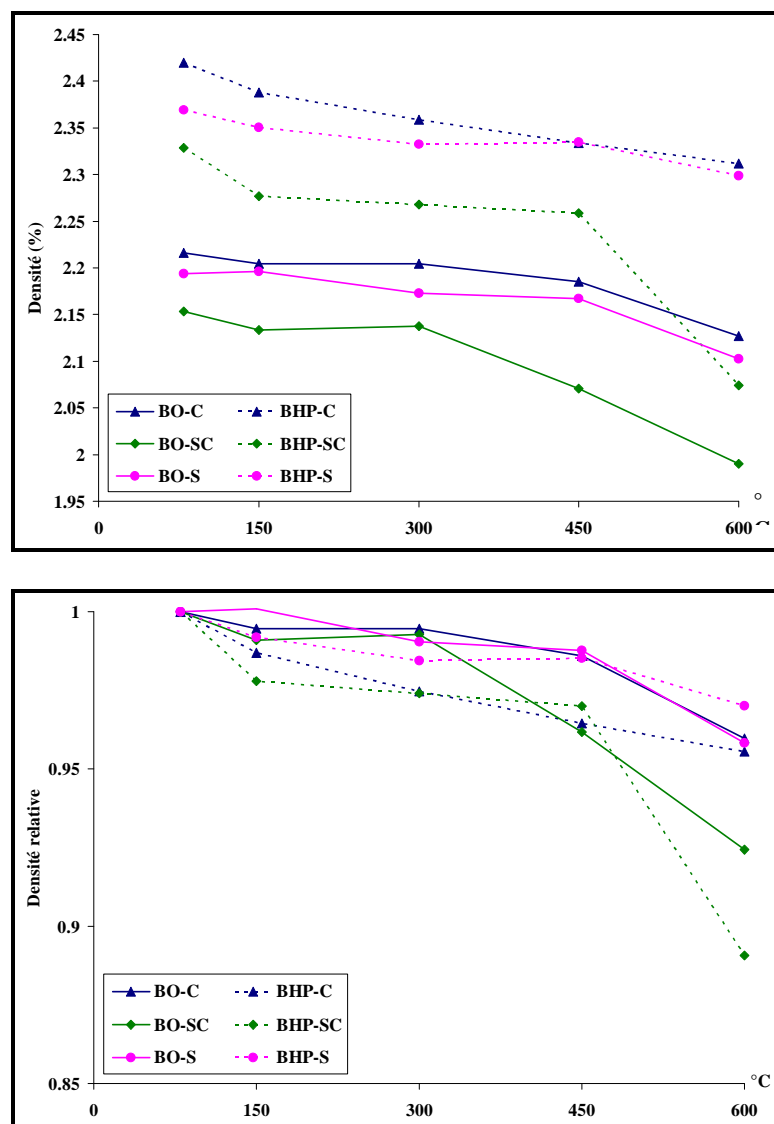


Figure 4.21 : Evolution de la densité des bétons testés en fonction de la température, a) valeur absolue, en haut ; b) valeur relative, en bas. On note une baisse de la densité des bétons avec l'augmentation de température.

3. Evolution des propriétés thermiques des bétons

L'étude des propriétés thermiques des bétons est primordiale pour l'étude du comportement des bétons à température élevée. Dans cette partie, nous déterminons d'abord l'évolution de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique des différents bétons au cours du chauffage et après refroidissement en tenant compte de la nature minéralogique des granulats. Nous mesurons ensuite la différence de température entre la surface et le centre des éprouvettes afin d'analyser la diffusion de la chaleur au sein de ces bétons au cours de chauffage.

3.1. Evolution de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique des bétons

La connaissance de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique est nécessaire pour évaluer l'importance des flux thermiques, et également indispensable pour connaître la distribution de température dans le béton et par la suite la distribution des contraintes et l'instabilité thermique qui peuvent en résulter. Les caractéristiques thermiques des bétons sont mesurées à chaud et après refroidissement. Les valeurs de conductivités «résiduelles» sont utiles comme indicateurs de l'endommagement de la microstructure. Elles nous permettent d'analyser l'évolution «volumique» de la fissuration des bétons en fonction de la température de chauffage.

3.1.1. Propriétés thermiques des bétons après refroidissement

Les mesures des caractéristiques thermiques des bétons étudiés après les cycles de chauffage/refroidissement sont présentées dans les tableaux 4.6 (béton ordinaire) et 4.7 (béton à hautes performances). Les valeurs présentées sont les moyennes obtenues sur cinq mesures réalisées en déplaçant la sonde Hotdisk sur l'échantillon de béton. Les chaleurs spécifiques sont calculées en utilisant les densités apparentes présentées dans les tableaux 4.4 (béton ordinaire) et 4.5 (béton à hautes performances). La valeur de la densité calculée pour le niveau de chauffage de 20°C est prise égale à celle de 80°C après séchage. Celle de 750°C est mesurée en utilisant une balance d'une précision de 0.5g et un pied à coulisse après le refroidissement du béton afin d'éviter la réhydratation de CaO.

	20°C		300°C		600°C		750°C	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)								
BO-C	1.63	0.11	1.54	0.13	1.01	0.07	0.84	0.16
BO-SC	1.86	0.08	1.78	0.1	0.99	0.07	0.70	0.17
BO-S	3.13	0.1	2.66	0.07	1.25	0.13	1.21	0.15
Diffusivité thermique ($mm^2.s^{-1}$)								
BO-C	0.94	0.07	0.91	0.07	0.65	0.03	0.64	0.10
BO-SC	1.05	0.15	1.02	0.06	0.77	0.17	0.62	0.13
BO-S	1.83	0.21	1.72	0.09	1.33	0.29	1.06	0.23
Chaleur spécifique volumique ($MJ.m^{-3}.K^{-1}$)								
BO-C	1.80	0.10	1.64	0.10	1.56	0.12	1.32	0.38
BO-SC	1.79	0.22	1.75	0.08	1.34	0.37	1.14	0.18
BO-S	1.72	0.18	1.54	0.09	1.21	0.17	0.93	0.13
Densité apparente ($g.cm^{-3}$)								
BO-C	2.22		2.20		2.13		2.06	
BO-SC	2.15		2.14		1.99		1.85	
BO-S	2.19		2.17		2.10		2.09	
Chaleur spécifique ($kJ.kg^{-1}.K^{-1}$)								
BO-C	0.81		0.75		0.73		0.64	
BO-SC	0.83		0.82		0.67		0.62	
BO-S	0.79		0.71		0.58		0.44	

Tableau 4.6 : Propriétés thermiques des bétons ordinaires après les différents cycles de chauffage-refroidissement.

	20°C		300°C		600°C		750°C	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)								
BHP-C	1.85	0.12	1.68	0.08	1.16	0.05	1.12	0.1
BHP-SC	2.06	0.18	1.98	0.11	1.18	0.1	1.16	0.27
BHP-S	3.33	0.14	2.88	0.17	2.06	0.18	1.60	0.18
Diffusivité thermique ($mm^2.s^{-1}$)								
BHP-C	0.96	0.14	0.85	0.13	0.68	0.03	0.68	0.07
BHP-SC	1.21	0.18	1.14	0.13	1	0.25	0.97	0.27
BHP-S	1.76	0.12	1.59	0.25	1.26	0.3	1.04	0.21
Chaleur spécifique volumique ($MJ.m^{-3}.K^{-1}$)								
BHP-C	1.94	0.27	2.01	0.24	1.70	0.06	1.66	0.21
BHP-SC	1.72	0.11	1.75	0.11	1.23	0.27	0.97	0.24
BHP-S	1.92	0.07	1.85	0.33	1.72	0.39	1.56	0.20
Densité apparente ($g.cm^{-3}$)								
BHP-C	2.42		2.36		2.31		2.29	
BHP-SC	2.33		2.27		2.07		2.06	
BHP-S	2.37		2.33		2.30		2.28	
Chaleur spécifique ($kJ.kg^{-1}.K^{-1}$)								
BHP-C	0.80		0.85		0.74		0.72	
BHP-SC	0.74		0.77		0.59		0.47	
BHP-S	0.81		0.79		0.75		0.68	

Tableau 4.7 : Propriétés thermiques des bétons à hautes performances après les différents cycles de chauffage-refroidissement.

Les valeurs moyennes et d'écart types de conductivité thermique des bétons ordinaires et à hautes performances de différents granulats sont listées dans les tableaux 4.6 et 4.7. Les écarts types sont

inférieurs à 10%, à l'exception du cycle de chauffage-refroidissement à 750°C. A cette température, une importante fissuration du béton conduit à une forte hétérogénéité de l'échantillon à l'origine de l'écart type plus élevé. Les courbes de conductivité thermique sont tracées avec des barres d'erreur représentant les écarts-types ce qui permet d'évaluer la pertinence des différences entre bétons (figure 4.22).

On observe sur la figure 4.22, qu'à 20°C, les bétons gâchés avec le granulat de quartzite (siliceux) ont une conductivité thermique plus élevée (3,13 W/m°C pour le BO et 3,33 W/m°C pour le BHP) que le béton de granulat calcaire (1,63 W/m°C pour le BO et 1,85W/m°C pour le BHP) et le béton de granulat silico-calcaire (1,86 W/m°C pour le BO et 2,06 W/m°C pour le BHP). Ces résultats sont expliqués par la plus grande conductivité thermique du quartz (7,7 W/m°C) par rapport à celle du calcaire (2 à 3 W/m°C) [CFMR 2000]. La conductivité thermique du béton de granulat silico-calcaire est, par contre, proche de celle du béton de granulat calcaire même si le granulat silico-calcaire contient 70% de granulat siliceux (silex). La silice du silex est cryptocristalline, et possède plus de défauts que le quartz macrocristallin du quartzite. Plus le minéral est bien cristallisé avec une structure périodique ordonnée, meilleure est, en effet, la propagation des ondes.

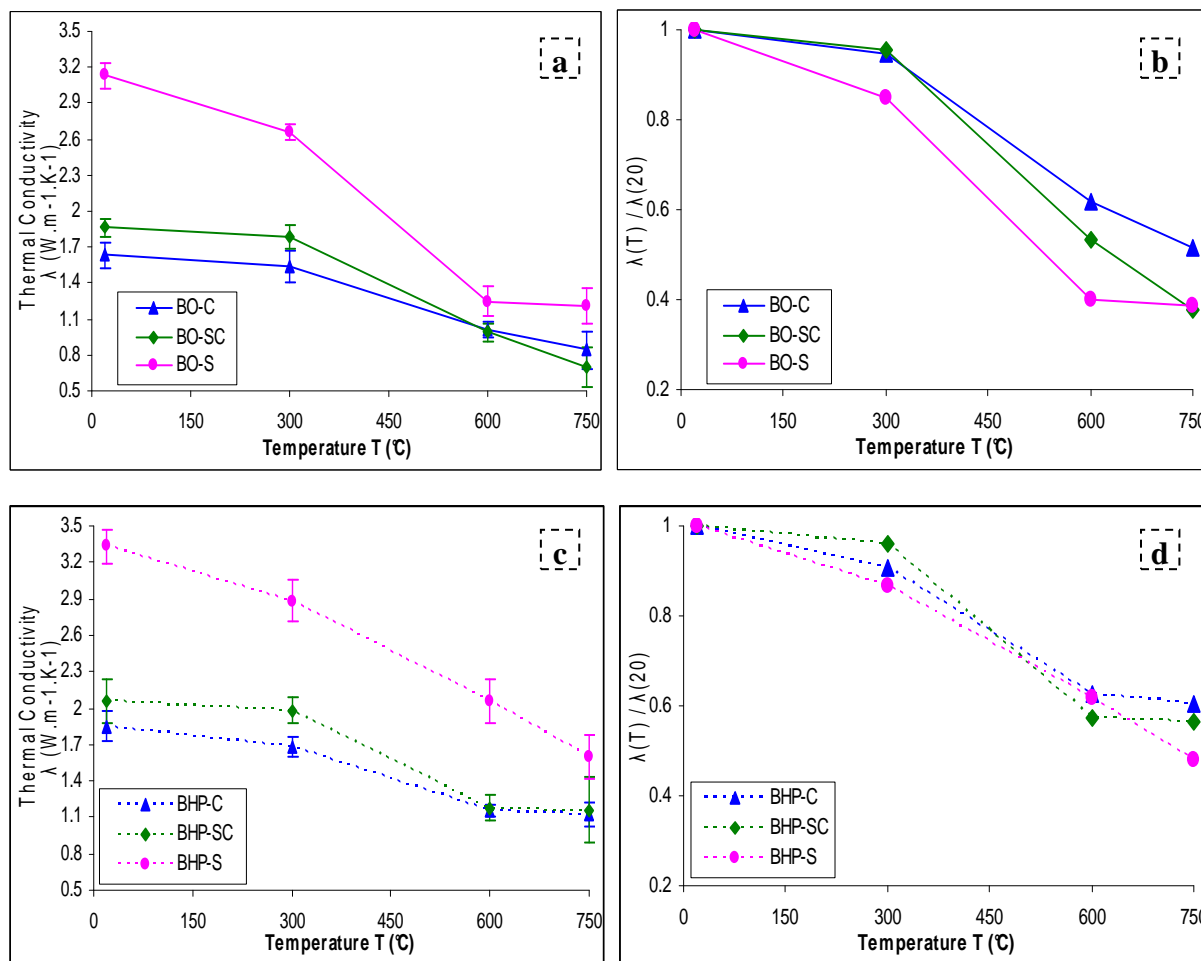


Figure 4.22 : Evolution de la conductivité thermique des bétons après les cycles de chauffage/refroidissement, (a) valeurs absolues des bétons ordinaires, (b) valeurs relatives des bétons ordinaires, (c) valeurs absolues des bétons à hautes performances, (d) valeurs relatives des bétons à hautes performances. On note la diminution de conductivité thermique des bétons lorsque la température de chauffage augmente.

La conductivité thermique a été mesurée après le refroidissement à température ambiante. La figure 4.22 montre que la conductivité thermique diminue lorsque la température de chauffage augmente. Ceci est lié à la détérioration de la microstructure des bétons. Les vides limitent le transfert de chaleur. En effet, la perte de conductivité thermique est plus élevée pour les bétons ordinaires (50%) que pour les bétons à hautes performances (40%). Avec l'augmentation de la température, les écarts de conductivité thermique entre les différents bétons décroissent. La conductivité thermique du béton ordinaire de granulat de quartzite (BO-S) diminue plus rapidement que celle des bétons avec des silex ou de granulat calcaire (Fig. 4.22 b et Fig. 4.22 d).

Lorsque le rapport E/C des bétons diminue (BHP), cette différence s'atténue. La plus forte diminution relative de conductivité thermique des BO-S peut être attribuée en partie à la forte fissuration de l'interface pâte de ciment/granulat observée à 600°C (figure 4.12). La faible fissuration de l'interface des BHP-S peut expliquer une diminution plus modérée de la conductivité relative. En effet, à 600°C, des trois bétons c'est le béton de granulat siliceux qui présente l'augmentation de conductivité thermique la plus importante suite à la diminution du rapport E/C. La forme « roulée » et la surface lisse des granulats de quartzite fragilisent leur adhérence avec la pâte. Par ailleurs, la dépendance en température de la conductivité thermique est liée à la cristallinité des minéraux. La conductivité thermique diminue plus avec l'élévation de la température pour une structure bien cristallisée que pour une structure mal cristallisée [Merc 1999]. Ceci peut aussi expliquer la perte plus rapide de conductivité thermique des bétons de granulat de quartzite. La baisse de conductivité thermique relative est plus faible pour les bétons à hautes performances que pour les bétons ordinaires. L'augmentation de conductivité thermique apportée par la diminution du rapport E/C varie selon les différents types de granulat. Elle est plus importante pour les bétons de granulats siliceux et silico-calcaire que pour les bétons de granulat calcaire. Ceci traduit une moindre différence d'endommagement entre les bétons de différents granulats lorsque le rapport E/C de la pâte diminue.

La diminution de la conductivité thermique après chauffage est liée à la fissuration de l'interface pâte/granulat, à la déshydratation de la pâte et à la rupture des liaisons intercrystallines dans les granulats en raison d'une expansion thermique excessive [Lamo 2006]. En résumé, l'évolution de la conductivité thermique mesurée après refroidissement révèle une fissuration plus importante du béton entre 300 et 600°C. Cet endommagement apparaît moins important dans le cas des BHP. Les bétons de quartzite ont une conductivité initiale beaucoup plus élevée que les autres bétons (3 W/m°C au lieu de 2 W/m°C) mais qui diminue plus rapidement avec la température.

Les évolutions des chaleurs spécifiques des bétons après les différents cycles thermiques sont présentées sur la figure 4.23. Nous avons observé que la chaleur spécifique des bétons décroît légèrement avec l'élévation de la température jusqu'à 750°C. Cette diminution de la chaleur spécifique est aussi observée par Mindeguia [Mind 2009] après chauffage à 600°C d'un béton de granulat calcaire. On remarque que la perte de chaleur spécifique est plus élevée pour les bétons de granulat de quartzite quand le rapport E/C est élevé (BO-S). Pour les bétons à hautes performances, l'évolution de la chaleur spécifique des bétons de granulat calcaire (BHP-C) et de granulat siliceux de quartzite (BHP-S) est similaire. On observe une très faible diminution de la chaleur spécifique après chauffage jusqu'à 750°C. Par contre, le béton BHP-SC présente une diminution de chaleur spécifique plus grande que celle de BHP-C et BHP-S à partir de 600°C.

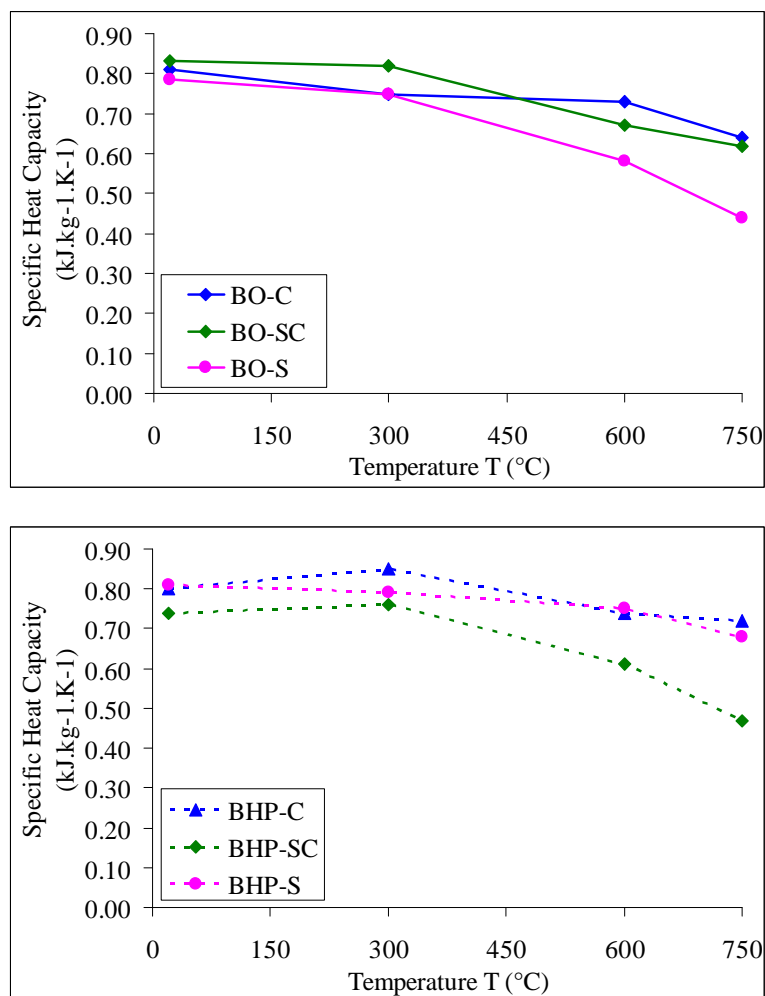


Figure 4.23 : Evolution de la chaleur spécifique des bétons après les cycles de chauffage/refroidissement, (a) valeurs absolues des bétons ordinaires, en haut, (b) valeurs absolues des bétons à hautes performances, en bas.

A température ambiante, la nature du granulat a peu d'influence sur la chaleur spécifique. Sur les bétons ordinaires soumis aux cycles thermiques, la chaleur spécifique diminue un peu avec la température de chauffage. Pour les bétons à hautes performances, la chaleur spécifique conserve sa valeur initiale jusqu'à 750°C, excepté pour le béton de granulat silico-calcaire où l'on constate une baisse sensible.

3.1.2. Propriétés thermiques à chaud des bétons

Les valeurs des propriétés thermiques des bétons mesurées pendant le chauffage sont présentées dans les tableaux 4.8 et 4.9. Ces valeurs sont des moyennes obtenues sur trois mesures espacées chacune d'une heure. Nous calculons les chaleurs spécifiques de la même façon que pour les

essais après refroidissement. Les mesures sont effectuées à trois niveaux de chauffage 150°C, 225°C et 300°C. Au-delà de 300°C la sonde ne peut être réutilisée. Les échantillons sont préalablement séchés à 80°C dans une étuve afin d'atteindre un état hydrique identique des bétons avant leur chauffage dans le four. Les mesures à 20°C sont les valeurs mesurées précédemment sur échantillons secs. Les densités apparentes utilisées pour calculer la chaleur spécifique sont celles mesurées après refroidissement (la valeur pour le niveau de chauffage de 225°C est considérée égale à celle mesurée à 150°C).

	20°C		150°C		225°C		300°C	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)								
BO-C	1.63	0.110	1.55	0.024	1.42	0.006	1.40	0.001
BO-SC	1.86	0.080	1.76	0.001	1.59	0.004	1.46	0.007
BO-S	3.13	0.100	2.20	0.004	1.98	0.004	1.76	0.007
Chaleur spécifique volumique ($MJ.m^{-3}.K^{-1}$)								
BO-C	1.80	0.100	2.71	0.034	2.73	0.073	2.67	0.002
BO-SC	1.79	0.220	2.41	0.009	2.54	0.007	2.59	0.008
BO-S	1.72	0.180	1.65	0.023	1.81	0.011	1.93	0.015
Densité apparente ($g.cm^{-3}$)								
BO-C	2.22		2.20		2.20		2.20	
BO-SC	2.15		2.13		2.13		2.14	
BO-S	2.19		2.20		2.20		2.17	
Chaleur spécifique ($kJ.kg^{-1}.K^{-1}$)								
BO-C	0.81		1.23		1.24		1.21	
BO-SC	0.83		1.13		1.19		1.21	
BO-S	0.79		0.75		0.82		0.89	

Tableau 4.8 : Propriétés thermiques à chaud des bétons ordinaires en fonction de la température.

	20°C		150°C		225°C		300°C	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Conductivité thermique λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)								
BHP-C	1.85	0.120	1.69	0.004	1.59	0.002	1.49	0.009
BHP-SC	2.06	0.180	2.07	0.001	1.92	0.001	1.79	0.010
BHP-S	3.33	0.140	2.84	0.022	2.50	0.002	2.19	0.007
Chaleur spécifique volumique ($MJ.m^{-3}.K^{-1}$)								
BHP-C	1.94	0.270	2.18	0.034	2.31	0.013	2.40	0.033
BHP-SC	1.72	0.110	2.08	0.039	2.15	0.004	2.37	0.030
BHP-S	1.92	0.070	2.16	0.068	2.41	0.014	2.51	0.050
Densité apparente ($g.cm^{-3}$)								
BHP-C	2.42		2.39		2.39		2.36	
BHP-SC	2.33		2.28		2.28		2.27	
BHP-S	2.37		2.35		2.35		2.33	
Chaleur spécifique ($kJ.kg^{-1}.K^{-1}$)								
BHP-C	0.80		0.91		0.97		1.02	
BHP-SC	0.74		0.91		0.94		1.04	
BHP-S	0.81		0.92		1.03		1.08	

Tableau 4.9 : Propriétés thermiques à chaud des bétons à hautes performances étudiés en fonction de la température.

Si nous examinons les figures 4.24 a1 et a2, nous constatons que les conductivités thermiques des bétons ordinaires et à hautes performances diminuent avec la température dès 150°C. Les valeurs à 300°C sont toutes inférieures à celles mesurées après refroidissement. L'évolution des conductivités est toutefois la même pour les deux types d'essai. On relève en effet une très faible diminution des conductivités des bétons de granulats SC et C et une réduction de plus de 30% de la conductivité des bétons de granulat de quartzite à 300°C. La diminution de la conductivité suite au chauffage correspond tout d'abord au départ de l'eau capillaire et adsorbée (matériau à forte conductivité

thermique) et à la diminution du nombre de liaisons conductives par décomposition des hydrates (ettringite puis CSH). Les valeurs de conductivité mesurées après refroidissement sont plus élevées. Les échantillons ont été préalablement séchés en étuve. Il n'est pas certain que l'augmentation de conductivité après refroidissement soit due uniquement à une reprise d'humidité après la sortie de l'étuve. Pour les deux types de béton ordinaire et à hautes performances le béton de granulats de quartzite se distingue des deux autres séries de béton par une diminution beaucoup plus importante de conductivité. A 300°C, l'interface pâte/granat des BO-S et BHP-S ne présentant pas plus de fissuration que les autres bétons (paragraphe 1), leur différence de comportement semble inhérente aux granulats. Les quartzites sont des roches entièrement cristallisées, constituées de quartz macrocristallin. Les silex qui composent 70% du granulats silico-calcaire sont eux aussi composés de silice mais celle-ci possède un plus faible degré de cristallinité et plus de défauts que le quartz. Selon plusieurs auteurs, plus un matériau est bien cristallisé, plus les diminutions de conductivité avec la température sont importantes [Harm 1973] [Merc 1999]. Nos résultats vont bien dans ce sens.

La chaleur spécifique augmente jusqu'à 300°C. L'augmentation est plus importante que celle observée sur les mesures après refroidissement. La part la plus importante de l'augmentation a lieu entre 20 et 150°C. Ces observations rejoignent les résultats de Mindeguia qui a comparé les mesures de chaleur spécifique à chaud et après refroidissement à 300°C et 600°C [Mind 2009]. Les réactions de changement de phase avec le départ de l'eau libre et l'eau adsorbée puis de l'eau liée sont endothermiques et mènent donc à une augmentation de la chaleur spécifique.

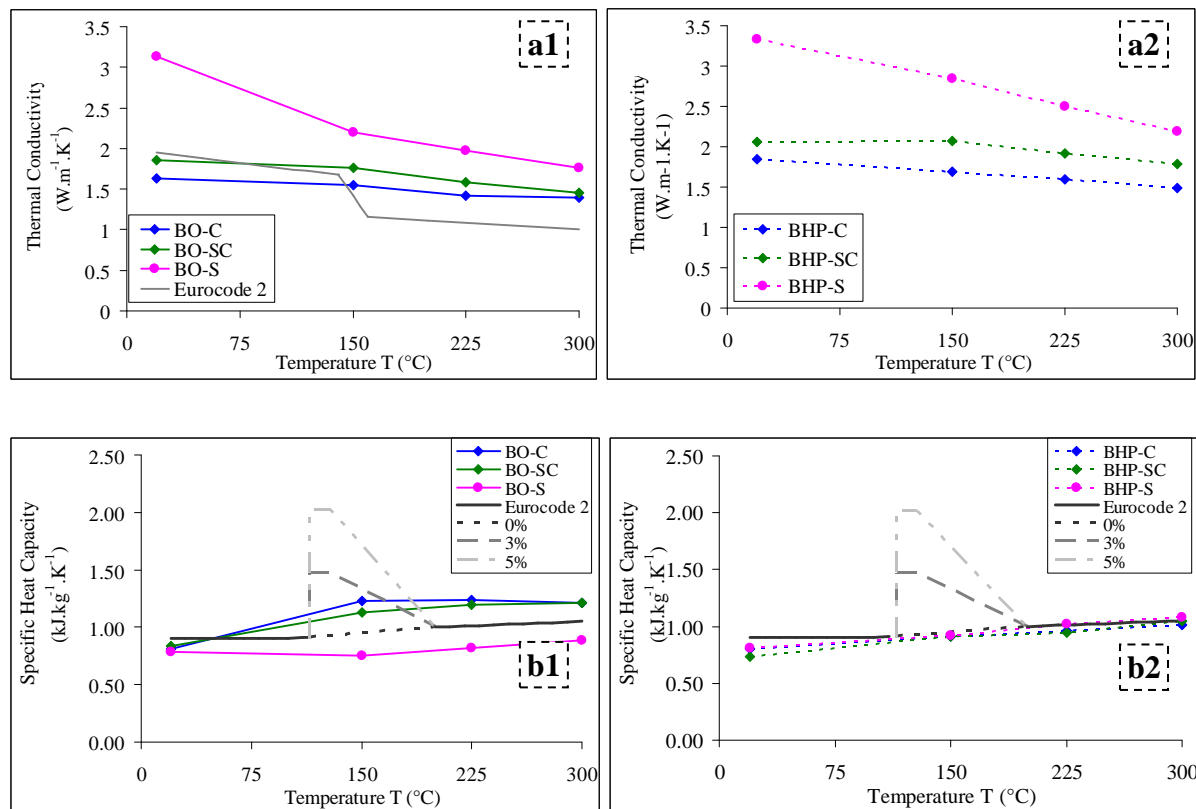


Figure 4.24 : Evolution des propriétés thermiques des bétons pendant le chauffage, (a) Conductivité thermique pour BO (1) et BHP (2), en haut, (b) Chaleur spécifique pour BO (1) et BHP (2), en bas.

On remarquera sur les figures 4.24 b1 et b2 que l'augmentation de chaleur spécifique est plus élevée dans les bétons ordinaires que dans les bétons à hautes performances. Les bétons ordinaires contiennent en effet plus d'eau libre. La chaleur spécifique des bétons ordinaires de granulat de quartzite (BO-S) augmente peu par rapport à celle des bétons de granulats calcaire (BO-C) et silico-calcaire (BO-SC). Les bétons ont été préalablement séchés à l'étuve à 80°C. Théoriquement, ils ne contiennent pratiquement plus d'eau libre. L'augmentation de chaleur spécifique des BO-C et BO-SC montre toutefois la présence d'une petite quantité d'eau qui n'est pas partie pendant le pré séchage. Les courbes proposées par l'Eurocode 2 pour différentes teneurs en eau indiquent un moyen de prendre en compte la teneur en eau initiale du béton. Nos courbes rejoignent celles de l'Eurocode 2.

La conductivité thermique des bétons est fortement influencée par la nature des granulats. Plus que la composition chimique des granulats testés, c'est le degré de cristallinité de leurs minéraux qui régit cette propriété thermique et son évolution avec la température. A température ambiante, la conductivité des bétons de quartzite atteint 3.3 W.m⁻¹.K⁻¹ au lieu de de 1,8 à 2 W.m⁻¹.K⁻¹ pour les autres bétons. La compacité de la pâte de ciment influe un peu sur les valeurs de conductivité

thermique. Les conductivités des bétons à hautes performances sont supérieures de 7 à 65% environ à celles des bétons ordinaires. Nos mesures montrent une faible diminution de la conductivité à 150°C et 300°C. La baisse est cependant plus prononcée pour les bétons de granulats siliceux de quartzite mais ceux-ci conservent toutefois une valeur de conductivité plus élevée que les bétons de granulats calcaire et silico-calcaire (silex). Nous ne disposons pas de mesures de conductivité thermique à chaud à des températures supérieures à 300°C. Nous n'avons que des valeurs de conductivité thermique après refroidissement du béton. La diminution de la conductivité thermique des bétons s'accélère entre 300 et 600°C quelle que soit la nature des granulats. Ceci est notamment dû au développement de la fissuration dans les bétons dans cette plage de température. Il faut souligner que les valeurs de conductivité après refroidissement sont plus élevées d'environ 10 à 50% que les valeurs de conductivité à chaud.

La chaleur spécifique des bétons non chauffés ne dépend pas de la nature des granulats mais paraît plus influencée par l'état d'humidité de l'échantillon. On note une augmentation de la chaleur spécifique entre 20°C et 300°C. Cette augmentation est plus sensible sur les essais à chaud qu'après refroidissement. Après 300°C, la chaleur spécifique des bétons diminue (mesures après refroidissement).

3.2. Différence de température entre la surface et le centre de l'éprouvette de béton

Lors de la confection des éprouvettes de béton, un thermocouple est noyé au centre des éprouvettes cylindriques de dimensions 16x32cm. Un autre thermocouple est positionné sur la surface des éprouvettes. La mesure des températures de surface (T_{surface}) et au centre des éprouvettes (T_{centre}) a permis de déterminer la différence de température (ΔT) entre le centre et la surface de l'éprouvette en fonction de la température de surface.

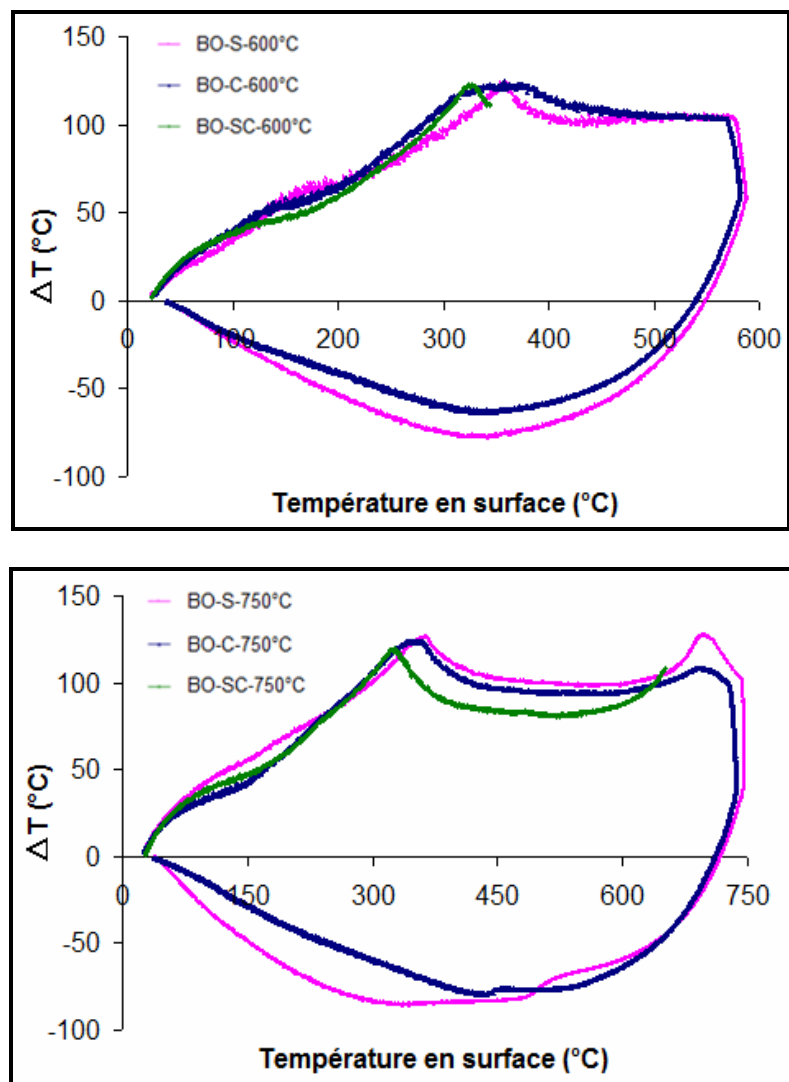


Figure 4.25 : Variation de la différence de température entre le centre et la surface des éprouvettes de bétons ordinaires de granulats calcaire, silico-calcaire et siliceux en fonction de la température de surface pour différents cycles de chauffage, a) 600°C, en haut ; b) 750°C, en bas.

La figure 4.25 montre que la différence de température entre le centre et la surface de l'éprouvette augmente jusqu'à un pic entre 300°C et 450°C, puis diminue légèrement entre 450°C et 600°C. Pour un cycle de chauffage à 750°C, la différence de température augmente de nouveau et atteint un second pic entre 650°C et 700°C. La différence de température entre la surface et le centre ne varie presque pas entre les cycles 600°C et 750°C. Cette différence de température est d'environ 120 à 125°C pour les BO et 100 à 120°C pour les BHP. Ce pic est atteint à une température de surface comprise entre 330°C et 370°C (1^{er} pic) et entre 650°C et 700°C (2nd pic) pour les bétons ordinaires (tableau 4.10 et 4.11). Pour les bétons à hautes performances le 1^{er} pic apparaît à des températures un peu plus élevées, entre 335°C et 390°C. A l'inverse, le 2nd pic se déplace vers une température plus basse. Ces résultats sont similaires à ceux relevés dans les travaux de Kanéma et Pliya pour des bétons de granulats silico-calcaire [Kane 2007] [Pliy 2010].

BO	Cycle 600°C		Cycle 750°C	
	ΔT (°C)	T_{surface} (°C)	ΔT (°C)	T_{surface} (°C)
C	124	358	124	355
			108	693
SC	123	328	119	327
			Thermocouple cassé	
S	124	354	127	367
			127	698

Tableau 4.10 : Différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette (ΔT) et température de surface (T_{surface}) à l'apparition des pics pour les différents bétons ordinaires.

BHP	Cycle 600°C		Cycle 750°C	
	ΔT (°C)	T_{surface} (°C)	ΔT (°C)	T_{surface} (°C)
C	98	389	97	376
			81	644
SC	110	337	109	345
			Thermocouple cassé	
S	118	366	119	370
			105	669

Tableau 4.11 : Différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette (ΔT) et température de surface (T_{surface}) à l'apparition des pics pour les différents bétons à hautes performances.

La plage de température où apparaissent les différences maximales de température correspond au point d'inflexion de la courbe de perte de masse. A partir de cette température (300°C), la vitesse de perte de masse diminue, la majeure partie de l'eau libre et l'eau liée est partie. Or la consommation de chaleur sous forme latente due à l'évaporation de l'eau retarde le transfert de chaleur de la surface vers le centre de l'éprouvette. Le départ de la plupart de l'eau entre 100°C et 300°C par vaporisation entraîne une augmentation de la différence de température entre la surface et le centre, qui atteint sa valeur maximale vers 300°C. Cette différence de température est plus élevée pour les BO (120°C) que pour les BHP (110°C) car les BO contiennent plus d'eau libre. Les températures d'apparition du pic sont plus basses pour les BO que pour les BHP. Leur plus grande porosité favorise la migration et l'évacuation de l'eau.

Les bétons de quartzite ayant une conductivité plus élevée, on aurait pu s'attendre à ce que la différence de température entre la surface et le centre soit plus faible. Or les trois bétons ont des gradients thermiques identiques. Il est possible que l'augmentation de la chaleur spécifique entre 20°C et 300°C de 800 à 1100 J/kg.K mesurée paragraphe 3.1.2 masque l'influence des différences de conductivité thermique.

A partir des valeurs du tableau 4.10, on note un léger décalage du premier pic de différence de température vers une température plus basse pour les bétons de granulat silico-calcaire. La porosité de fissuration ouverte, plus marquée dans le BO-SC, facilite le transfert de l'eau sous forme liquide ou vapeur. La différence de température maximale arrive plus tôt que pour les bétons non fissurés. L'apparition du deuxième pic de différence de température entre 650 et 700°C peut s'expliquer par la deuxième phase de la décomposition du gel C-S-H et la formation de β -C₂S [Noum 1995]. On s'aperçoit que le deuxième pic est plus élevé pour le BO-S que pour le BO-C.

Si nous comparons la courbe d'évolution de température au centre des bétons BO-S et BO-C, nous observons pour le béton de quartzite un changement de pente entre 550°C et 650°C qui correspond à l'apparition du second pic soit à une température de surface entre 650°C et 750°C (figure 4.26). Dans cette plage de température, l'augmentation de température au sein du béton de quartzite est ralentie. Ceci peut-être lié à la transformation allotropique du quartz α en quartz β qui est faiblement endothermique et qui se produit vers 570°C.

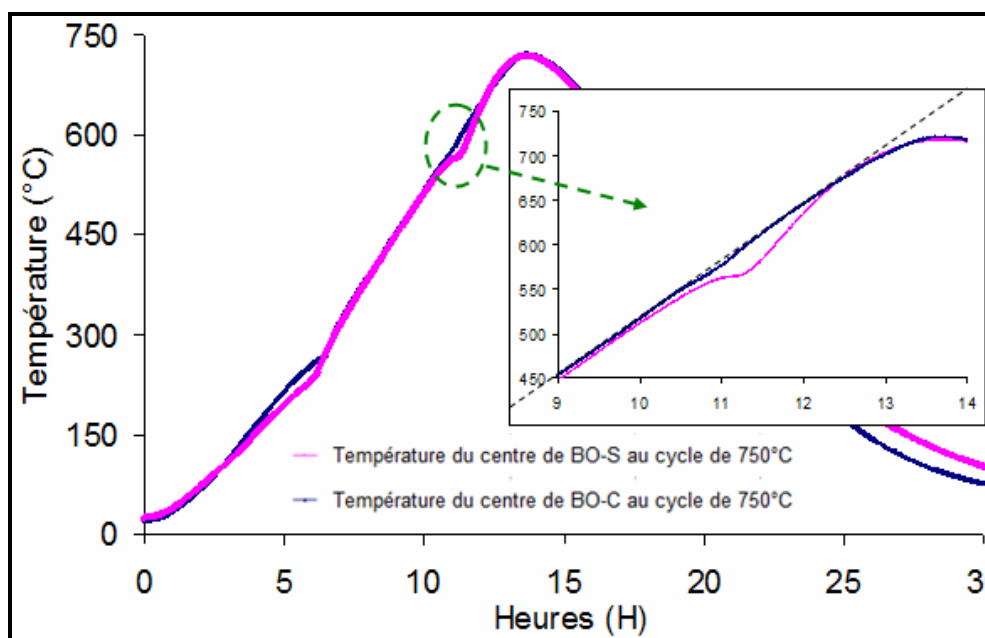


Figure 4.26 : Evolution de température au centre des éprouvettes de bétons de granulats calcaire et siliceux pendant le cycle de chauffage de 750°C.

4. Evolution des propriétés mécaniques des bétons

Les propriétés mécaniques comme la résistance en compression, la résistance en traction et le module d'élasticité sont déterminées selon les modes opératoires décrits chapitre 2 avant et après les sollicitations thermiques. Ces essais permettent d'analyser l'influence des différentes minéralogies des granulats sur le comportement mécanique résiduel des deux séries de béton ordinaire et à hautes performances.

4.1. Résistance résiduelle en compression

Le tableau 4.12 présente les résistances résiduelles en compression obtenues à 20°C et après les différents traitements thermiques pour l'ensemble des bétons testés. La résistance en compression du béton à 90 jours est la résistance initiale de référence. Elle permet de calculer les résistances résiduelles relatives des $f_{c(T)}/f_{c(20)}$.

Type de Béton		20°C	300°C	600°C	750°C
BO-C	$f_{c(T)}$ [MPa]	38.1	32.7	22.2	10.8
	Ecart-type	1.29	0.78	0.46	0.85
	$f_{c(T)}/f_{c(20)}$	1.0	0.86	0.58	0.28
BO-SC	$f_{c(T)}$ [MPa]	35.9	34.4	4.2	3
	Ecart-type	0.88	2.19	0.11	0.10
	$f_{c(T)}/f_{c(20)}$	1.0	0.96	0.12	0.08
BO-S	$f_{c(T)}$ [MPa]	38.8	36	16.5	11.1
	Ecart-type	1.84	0.78	0.99	0.77
	$f_{c(T)}/f_{c(20)}$	1.0	0.93	0.43	0.29
BHP-C	$f_{c(T)}$ [MPa]	76.3	71.6	44.2	23.6
	Ecart-type	2.98	5.34	3.29	0.88
	$f_{c(T)}/f_{c(20)}$	1.0	0.94	0.58	0.31
BHP-SC	$f_{c(T)}$ [MPa]	81.2	75.7	9.5*	7.1*
	Ecart-type	0.60	2.02	0.25	0.04
	$f_{c(T)}/f_{c(20)}$	1.0	0.93	0.12	0.09

	$f_{c(T)}$ [MPa]	72.8	75.2	55.6*	37.2*
BHP-S	Ecart-type	1.14	2.95	1.82	0.29
	$f_{c(T)} / f_{c(20)}$	1.0	1.03	0.76	0.51

Tableau 4.12 : Résistances résiduelles à la compression du béton (* indique quand une partie des éprouvettes a éclaté)

Certaines valeurs sont notées avec «*» ce qui signifie que certaines éprouvettes ont éclaté pendant le chauffage. La résistance résiduelle en compression est alors déterminée sur les éprouvettes intactes soit au minimum 3 éprouvettes pour BHP-SC et BHP-S à 600°C et 750°C

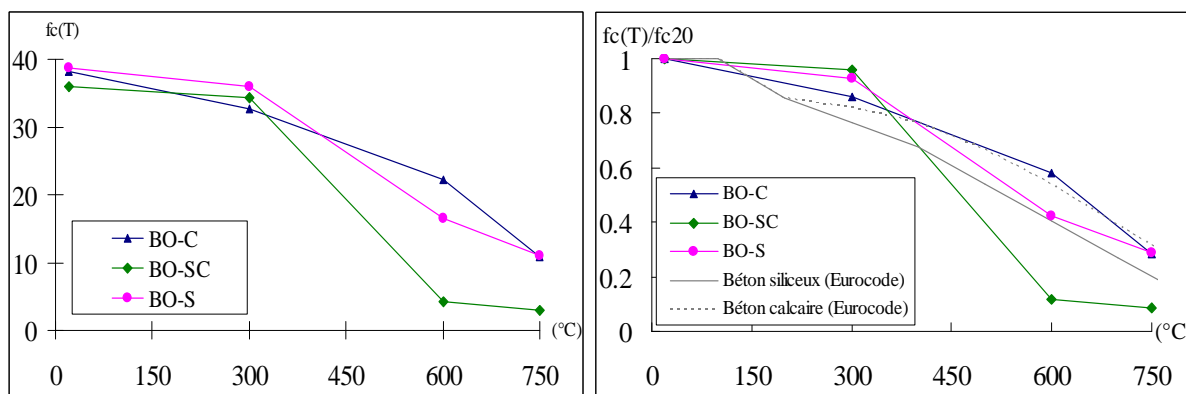


Figure 4.27 : Résistance résiduelle en compression des bétons ordinaires en fonction de la température de chauffage, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.

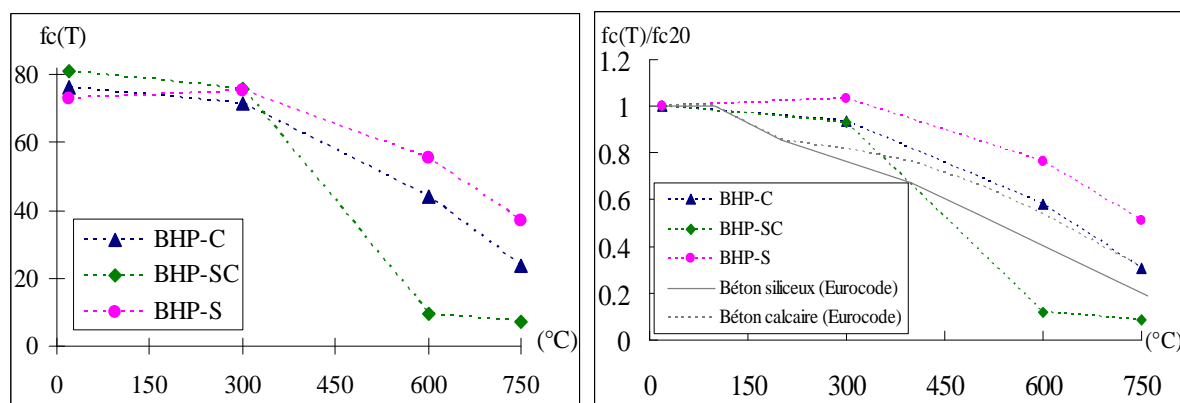


Figure 4.28 : Résistance résiduelle en compression des bétons à hautes performances en fonction de la température de chauffage a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.

A température ambiante, la résistance ne varie pratiquement pas avec la nature des granulats. Elle est d'environ 38 MPa pour les bétons ordinaires et varie entre 70 et 80 MPa pour les bétons à hautes

performances. Les figures 4.27 et 4.28 représentent l'évolution des résistances résiduelles absolues et relatives en fonction de la température de chauffage

On observe sur ces figures deux zones d'évolution différentes selon la température de chauffage ; un maintien de la résistance en compression jusqu'à 300°C puis une diminution continue avec l'augmentation de la température. Ceci rejoint les observations faites par d'autres chercheurs comme Dias [Dias 1990], Khoury [Khou 1995], Noumowé [Noum 1995], Phan [Phan 2003], Savva [Savv 2005] et Kanéma [Kane 2007].

Concernant les bétons ordinaires (figure 4.27), l'évolution de la résistance résiduelle en compression est similaire pour les trois bétons BO-C, BO-SC, BO-S jusqu'à 300°C. En effet, la plupart des dommages à cette étape viennent de l'élimination de l'eau libre et de la déshydratation des CSH de la pâte de ciment. Au-delà, la nature minéralogique du granulat influe sur la dégradation du béton. On observe une perte de résistance en compression beaucoup plus importante pour le BO-SC tandis que les évolutions de perte de résistance en compression de BO-S et BO-C sont plus proches de celles de l'Eurocode du béton de granulat siliceux et du béton de granulat calcaire. Le granulat SC est constitué très majoritairement de silex qui présentent une forte instabilité thermique. Le chapitre 3 a en effet mis en évidence les phénomènes d'écaillage et d'éclatement des silex entre 150°C et 600°C selon l'état hydrique de ceux-ci. L'observation des interfaces pâte/granulat réalisée paragraphe 1 de ce chapitre a, par ailleurs, montré une fissuration beaucoup plus forte des bétons de granulat silico-calcaire par rapport aux bétons réalisés avec d'autres granulats. A 600°C, la résistance du BO-SC n'est plus égale qu'à 10% de sa résistance initiale. Les BO-S et BO-C ont respectivement une résistance résiduelle relative de 40% et 60%. Au delà de 600°C les résistances des bétons BO-C et BO-S diminuent encore jusqu'à 30% de leur résistance initiale. Entre 600 et 750°C la diminution du béton de granulat calcaire est plus marquée que celle du béton de granulat siliceux de quartzite.

Pour les bétons à hautes performances les pertes de résistance relative en compression sont moins élevées que celles notées pour les bétons ordinaires, à l'exception du BHP-SC dont la résistance relative résiduelle reste toujours la même (10% environ). A 600°C les bétons BHP-S et BHP-C conservent respectivement 75% et 60% de leur résistance initiale. Le béton de granulat silico-calcaire présente toujours la plus grande perte de résistance en compression, mais à l'inverse des bétons ordinaires c'est le béton de granulat siliceux (quartzite) qui se comporte mieux que le béton de granulat calcaire (figure 4.28). Comme pour le BO-SC, l'évolution de résistance en compression du BHP-SC présente une baisse de résistance plus importante que celles des BHP-S et BHP-C et sa courbe se situe en dessous de la limite de résistance résiduelle en compression de l'Eurocode des bétons de granulats siliceux et calcaire. La différence entre la perte de la résistance de BHP-S et BHP-SC est de 65% à 600°C et 42% à 750°C. En comparaison avec les bétons

ordinaires, la perte de résistance en compression des bétons de granulat siliceux à hautes performances reste modérée jusqu'à 600°C et s'accélère au-delà de cette température. Le BHP-S conserve à 750°C la moitié de sa résistance initiale tandis que la résistance relative du BHP-C n'est plus que de 30%. Le meilleur comportement en compression de BHP-S par rapport au BO-S peut être expliqué par une amélioration de la résistance de l'adhérence à l'interface pâte-granulat. Le faible rapport eau/ciment de la pâte conduit en effet à une diminution de la porosité de la zone de transition d'interface. On peut noter que l'augmentation du volume total des granulats siliceux (quartzite) avec la transformation du quartz α en quartz β à 573°C ne conduit pas à une diminution de performances des bétons de granulat siliceux par rapport aux bétons de granulat calcaire. La perte de résistance en compression du béton à hautes performances avec des granulats silico-calcaires entre 300 et 600°C est due à l'écaillage et l'éclatement des silex.

4.2. Résistance résiduelle en traction par fendage

Bien que le béton ne soit pas normalement conçu pour résister à des efforts de traction directe, la connaissance de la résistance en traction permet d'estimer la charge qui entraînera la fissuration. L'évolution de la résistance en traction après les différents chargements thermiques permet d'estimer l'endommagement de l'interface pâte-granulat en fonction de la température de chauffage. Le tableau 4.13 présente les résistances résiduelles en traction obtenues par fendage des bétons.

Type de Béton		20°C	300°C	600°C	750°C
BO-C	$f_{t(T)}$ [MPa]	3.2	2.6	1.8	0.9
	Ecart-type	0.13	0.24	0.10	0.08
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.81	0.56	0.28
BO-SC	$f_{t(T)}$ [MPa]	3.7	3	0.4	0.2
	Ecart-type	0.33	0.21	0.04	0.02
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.81	0.11	0.05
BO-S	$f_{t(T)}$ [MPa]	4	3.8	0.8	0.6
	Ecart-type	0.39	0.09	0.01	0.05
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.95	0.2	0.15
BHP-C	$f_{t(T)}$ [MPa]	4.6	4.5	2.2	1.5

	Ecart-type	0.18	0.63	0.06	0.2
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.98	0.48	0.33
	$f_{t(T)}$ [MPa]	5.2	4.6	0.8	0.4
BHP-SC	Ecart-type	0.76	0.52	0.03	0.07
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.89	0.15	0.08
	$f_{t(T)}$ [MPa]	5.9	5.8	2.3	1.7
BHP-S	Ecart-type	0.41	1.20	0.14	0.23
	$f_{t(T)} / f_{t(20)}$	1.0	0.98	0.39	0.29

Tableau 4.13 : Résistances résiduelles à la traction par fendage des bétons étudiés

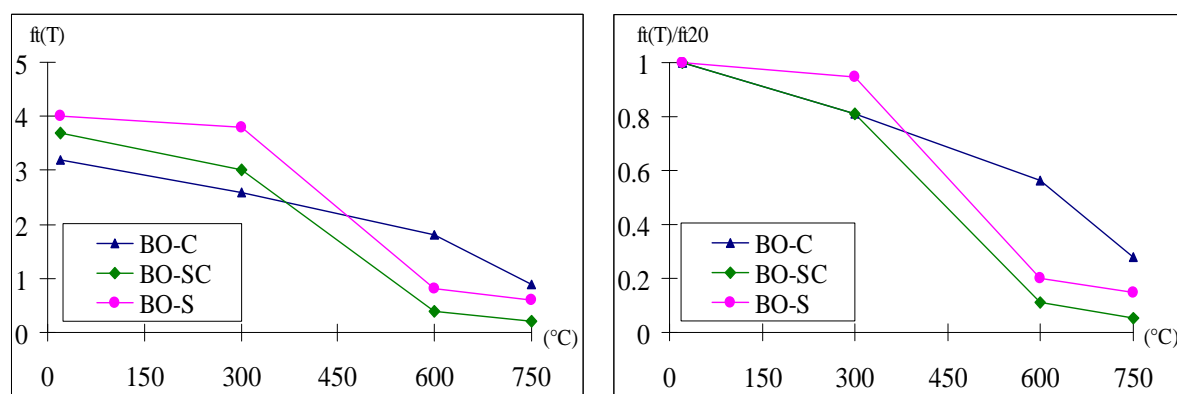


Figure 4.29 : Résistance résiduelle à la traction par fendage de bétons ordinaires chauffés suivant des cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.

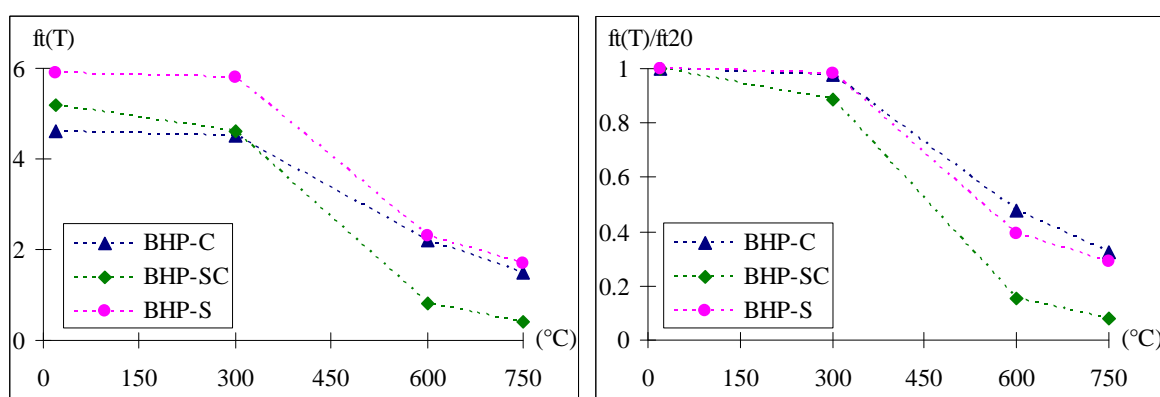


Figure 4.30 : Résistance résiduelle à la traction par fendage de bétons à hautes performances chauffés suivant des cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite.

Les figures 4.29 et 4.30 présentent les variations de la résistance en traction résiduelle et relative par fendage en fonction de la température des bétons ordinaires et à hautes performances gâchés avec

les granulats calcaire, silico-calcaire et siliceux. Les résistances en traction des bétons testés diminuent de manière continue avec l'augmentation de la température de chauffage. Les bétons de granulats siliceux et silico-calcaire montrent une accélération de la perte de résistance entre 300 et 600°C. Les bétons à hautes performances maintiennent leur performance initiale plus longtemps, jusqu'à 300°C environ.

Si l'on compare le comportement des bétons ordinaires de différents granulats on remarque que le comportement résiduel en traction du béton BO-C est nettement meilleur que celle du BO-SC et de BO-S après le chauffage à 600°C. Après le chauffage à 600°C, la résistance en traction résiduelle du béton de granulat calcaire est de 56% par rapport à la résistance initiale à 20°C au lieu de 20% et 11% respectivement pour les BO-S et BO-SC. La perte de la résistance en traction du béton BO-S est plus élevée que sa perte de résistance en compression. Ceci peut être expliqué par la fissuration de l'interface pâte-granat mise en évidence au paragraphe 1 lors de l'étude de la fissuration. La meilleure performance du BO-C par rapport au BO-S est probablement due à une meilleure liaison entre le granulat calcaire et la pâte. Les granulats de quartzite sont ronds et ont une surface lisse à l'inverse des granulats calcaires qui sont concassés et ont une texture rugueuse. En outre, il y a des réactions chimiques entre les granulats calcaires et la pâte qui améliorent l'adhérence. Au-delà de 600°C, la perte de résistance en traction du BO-C devient plus importante en raison de la dissociation du carbonate de calcium. Comme pour la résistance en compression, le béton de granulat silico-calcaire ne conserve à 600°C que 10% environ de sa résistance initiale.

Pour les BHP, la résistance relative en traction des bétons de granulats silico-calcaire, siliceux et calcaire est respectivement de 10%, 40% et 50% à 600°C. A 750°C seuls 30% de la résistance initiale sont conservés dans le cas des bétons siliceux et calcaire, tandis que la résistance résiduelle du BHP-SC est pratiquement nulle. Lorsque le rapport E/C est plus faible, les pertes de résistance résiduelle ne sont pas plus faibles pour les bétons de granulats calcaire ou silico-calcaire. Par contre la résistance en traction relative à 600°C du béton à hautes performances de granulat siliceux est deux fois plus élevée que celle du béton ordinaire avec le même granulat. Ceci va dans le sens des résultats des essais de compression : un plus faible rapport E/C améliore le comportement mécanique résiduel du béton de granulat siliceux. La meilleure adhérence des quartzites avec la pâte limite la fissuration et améliore les résistances à la rupture.

4.3. Module d'élasticité résiduel

Le tableau 4.14 présente les valeurs des modules d'élasticité résiduels obtenus à 20°C et après les différents cycles de sollicitation thermique. Ces modules d'élasticité expriment l'évolution de la rigidité du matériau en fonction de la température de chauffage.

Type de Béton		20°C	300°C	600°C	750°C
BO-GC	$E_{(T)}$ [GPa]	31.5	21.4	11.5	4.9
	Ecart-type	0.04	0.68	0.65	0.21
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.68	0.37	0.16
BO-GSC	$E_{(T)}$ [GPa]	35.6	21.8	1.2	1.1
	Ecart-type	0.04	1.45	0.03	0.02
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.61	0.03	0.03
BO-GS	$E_{(T)}$ [GPa]	36.6	26.2	6.8	3.7
	Ecart-type	0.02	0.91	0.17	0.02
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.72	0.19	0.1
BHP-GC	$E_{(T)}$ [GPa]	43.4	31.1	15.6	7.5
	Ecart-type	0.75	0.43	0.47	0.56
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.72	0.36	0.17
BHP-GSC	$E_{(T)}$ [GPa]	45.2	31.2	1.6*	0.5*
	Ecart-type	0.76	0.65	0.08	0.10
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.69	0.04	0.01
BHP-GS	$E_{(T)}$ [GPa]	44.2	36.1	15.1*	8.9*
	Ecart-type	1.24	0.87	0.13	0.21
	$E_{(T)} / E_{(20)}$	1.0	0.82	0.34	0.2

Tableau 4.14 : Module d'élasticité résiduel du béton (* signifie qu'il y a éclatement)

Certaines valeurs sont notées avec un «*» dans le tableau 4.14 montrant l'éclatement d'éprouvettes pendant le chauffage. Les modules d'élasticité résiduels ne sont alors déterminés que sur 2 éprouvettes pour BHP-GSC et BHP-GS à 600°C et 750°C.

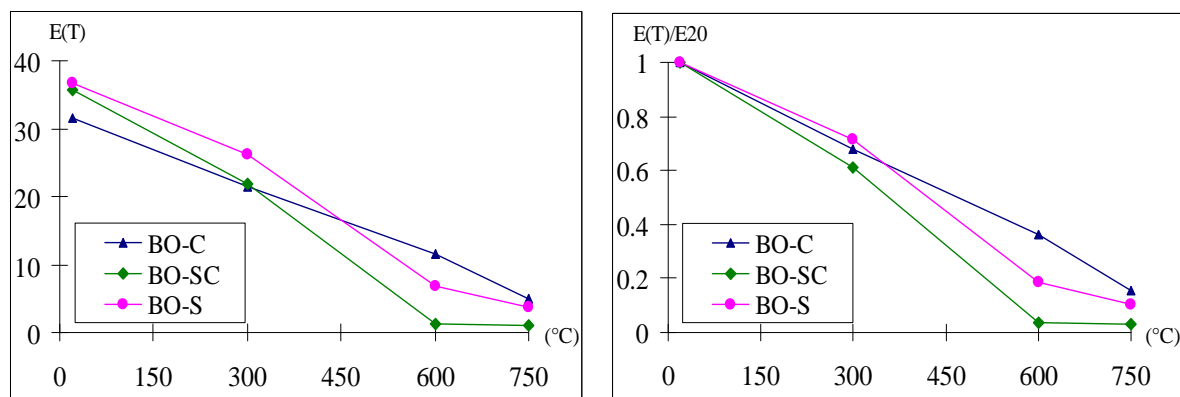


Figure 4.31 : Module d'élasticité résiduel de bétons ordinaires chauffés selon les différents cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite. Le module d'élasticité décroît régulièrement avec l'augmentation de température de chauffage.

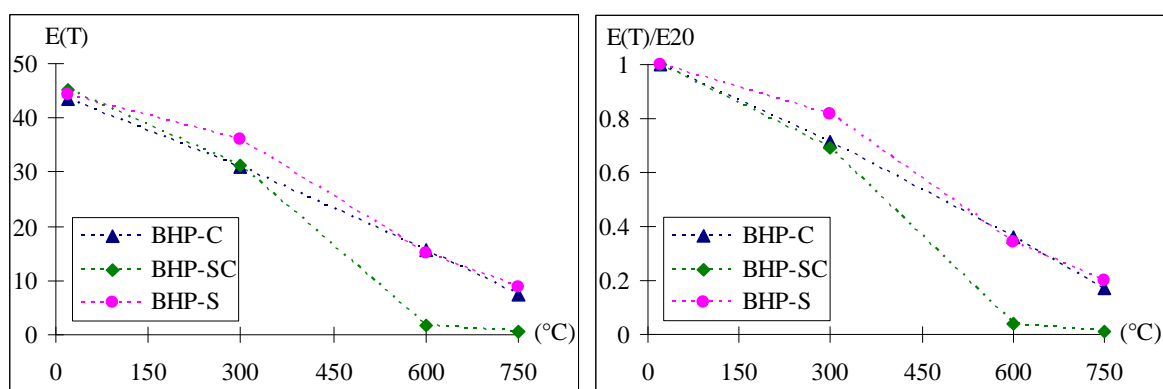


Figure 4.32 : Module d'élasticité résiduel des bétons à hautes performances chauffés selon les différents cycles thermiques, a) valeur absolue, à gauche ; b) valeur relative, à droite. Le module d'élasticité décroît régulièrement avec l'augmentation de température de chauffage.

A partir des figures 4.31 et figure 4.32, on observe les évolutions des modules d'élasticité des bétons ordinaires et des bétons à hautes performances gâchés avec les granulats calcaire, silico-calcaire et siliceux après les différents cycles thermiques. Le module d'élasticité décroît régulièrement avec l'augmentation de la température de chauffage.

Si l'on compare les trois bétons ordinaires composés de granulats différents on remarque qu'entre 300 et 600°C le module d'élasticité du béton calcaire diminue moins vite que celui des bétons de granulats siliceux et silico-calcaire. Le module résiduel des bétons de granulat silico-calcaire est pratiquement nul à 600°C. L'évolution et les valeurs des modules d'élasticité résiduels relatifs sont comparables à celles des résistances en traction. Après chauffage à 600°C les BO-C, BO-S et BO-SC ont un module résiduel respectif égal à 40%, 20% et 5% de leur module initial.

Pour les bétons à hautes performances, comme pour la résistance en traction, il n'y a plus de différence de module résiduel entre les bétons de granulats calcaire et siliceux. Ce module résiduel

est égal à environ 35% de la valeur initiale. Un rapport E/C plus faible limite l'endommagement thermique des bétons de granulat de quartzite (siliceux). Les bétons de granulat silico-calcaire présentent un endommagement beaucoup plus important que les deux autres bétons. Ceci est lié à l'instabilité thermique des silex qui génère au sein du béton une forte fissuration comme l'a montré le premier paragraphe de ce chapitre. L'endommagement thermique du béton est bien sûr lié aux transformations physico-chimiques de la pâte mais dépend aussi fortement de la nature minéralogique des granulats. Cette étude a montré qu'après 300°C la nature du granulat est déterminante sur les pertes de performances mécaniques. L'incompatibilité des déformations thermiques entre la pâte et les granulats, l'endommagement propre des granulats sont à l'origine d'une fissuration importante initiée à l'interface pâte/granulat et se propageant au sein de la pâte. La qualité de cette interface joue un rôle prépondérant dans la résistance des bétons aux sollicitations thermiques comme l'a montré l'influence du rapport E/C sur le comportement résiduel des bétons composés de quartzite roulé. La classification usuelle des granulats en deux catégories siliceux et calcaire apparaît peu pertinente. Les quartzites (S) et les silex (composante S du SC) sont tous deux des granulats siliceux mais conduisent à des comportements mécaniques résiduels des bétons très différents. Les bétons composés de silex ont une très mauvaise résistance aux températures élevées. Ils s'endommagent plus tôt et plus fortement que les deux autres bétons testés. L'étude du comportement des granulats à haute température a, en effet, montré l'instabilité thermique des silex observée entre 150°C et 600°C selon leur état hydrique. Les performances mécaniques résiduelles des bétons de granulat siliceux de quartzite sont inférieures à celles des bétons de granulat calcaire lorsque le rapport E/C est élevé. A l'inverse lorsque le rapport E/C est égal à 0.3 les bétons de granulat siliceux de quartzite perdent moins de résistance que les bétons de granulat calcaire. En simplifiant le comportement des bétons en deux catégories selon la nature siliceuse ou calcaire des granulats, on occulte des phénomènes d'interaction plus complexes entre la pâte et les granulats. Ceci explique l'absence de consensus et les résultats contradictoires des études comparant les performances des bétons de granulats siliceux et calcaire. Par ailleurs les essais mécaniques ont été réalisés immédiatement après le refroidissement. Les performances résiduelles après chauffage à 750°C auraient été plus faibles pour les bétons de granulat calcaire si les éprouvettes avaient été testées plusieurs heures après leur sortie du four. En effet, l'hydratation de CaO en Ca(OH)₂ est associée à une augmentation de volume et conduit à la désintégration de l'éprouvette. Ainsi les bétons de granulat de quartzite apparaissent présenter la meilleure résistance aux températures élevées.

Conclusion

Ce chapitre présente une analyse comparée des propriétés physiques, thermiques et mécaniques, de bétons de différents granulats exposés à des cycles de chauffage-refroidissement de 300°C, 600°C, 750°C à une vitesse de chauffage de 1°C/min. Trois types de granulats sont testés : un granulats siliceux roulé composé de quartzite, un granulats semi-concassé silico-calcaire contenant 70% de silex et un granulats concassé calcaire. Pour chaque granulats deux bétons sont confectionnés : un béton ordinaire et un béton à hautes performances.

L'analyse de l'état de fissuration après les différents cycles thermiques a montré que la plupart des fissures sont en relation avec les granulats. Elles sont tangentielles à l'interface pâte/grulats, radiales entre granulats proches et transgranulaires dans le cas des bétons à hautes performances. Elles sont générées par les contraintes différentielles entre la pâte de ciment et les granulats à cause de leur incompatibilité de déformation.

A 300°C, pour tous les bétons, les fissures sont peu visibles à l'œil nu. Elles sont isolées et situées essentiellement à l'interface pâte/grulats. A 600°C, l'état de dégradation des bétons est très différent selon la nature du granulats. Le rapport des surfaces de fissure par rapport à la surface de l'échantillon est respectivement de 5,4%, 1,5% et 1% pour les BO-SC, BO-S et BO-C. Les fissures sont très nombreuses et ouvertes (jusqu'à 600 µm) dans le béton ordinaire de granulats silico-calcaire. Les silex apparaissent eux-mêmes fissurés. L'éclatement et la fragmentation des silex observés au chapitre 3 se sont accompagnés d'une augmentation de volume qui a généré à l'interface pâte-grulats des fissures radiales se propageant ensuite dans la pâte. Les fissures du béton ordinaire de granulats siliceux (quartzite) sont moins ouvertes (jusqu'à 300 µm) et moins nombreuses. Les fissures sont majoritairement situées à l'interface pâte/grulats et sont suffisamment longues pour se rejoindre et former un réseau connecté. Le béton ordinaire de granulats calcaire présente les fissures les moins longues et les moins ouvertes (jusqu'à 80 µm). Après chauffage à 750°C, ces bétons présentent par contre un endommagement supplémentaire plusieurs jours après leur sortie du four. Les carbonates se sont fragmentés en petits morceaux. Ceci est dû à la réhydratation du CaO formé par décarbonatation de la calcite. Cette réhydratation par l'humidité ambiante s'accompagne d'un gonflement important. Cette augmentation de volume est très probablement responsable de la décohésion des granulats avec la pâte et de la fissuration radiale observés.

Pour les trois types de granulats, les fissures dans le béton à hautes performances ont de plus faibles ouvertures. La différence de l'état de fissuration entre BO et BHP est particulièrement remarquable avec les granulats siliceux de quartzite. L'ouverture maximale des fissures après chauffage à 600°C est dix fois moins élevée (30 µm au lieu de 300 µm) avec un rapport E/C plus faible. La forme roulée et la surface lisse des granulats siliceux de quartzite influence défavorablement leur

adhérence avec la pâte de ciment et ce d'autant plus que la zone de transition est poreuse. Avec la diminution du rapport E/C de 0.6 à 0.3, la qualité de l'interface est améliorée ce qui a limité la rupture de l'interface du granulats de quartzite et de la pâte de ciment.

L'analyse des propriétés physiques des bétons montre que, pour un rapport E/C de 0.6, la perte de masse des différents bétons est très similaire jusqu'à 300°C. Au-delà de cette température, la nature minéralogique des granulats influence la perte de masse des bétons. Pour un rapport E/C de 0.3, les différences de perte de masse selon la nature des granulats apparaissent déjà à 300°C. La porosité du béton augmente avec la température. La porosité du béton de granulats silico-calcaire est toujours plus forte que celles des autres bétons parce que d'une part les carbonates dans le granulats silico-calcaire ont une porosité deux fois plus grande que celle des carbonates du granulats calcaire et d'autre part en raison de l'importante fissuration de ce béton. Nous observons aussi une diminution de la densité apparente du béton de granulats silico-calcaire deux fois plus élevée que celle du béton de granulats calcaire et du béton de granulats siliceux. Ces diminutions de la densité apparente sont dues au départ de l'eau durant le chauffage à cause de la décomposition des hydrates comme les C-S-H et la portlandite et de l'augmentation de porosité. Contrairement aux bétons de granulats siliceux, la perte de masse des bétons de granulats calcaire augmente après 600°C, suite au départ de CO₂ dû à la décarbonatation de la calcite.

La conductivité thermique du béton est fortement liée à celle du granulats. Ainsi la nature du granulats a une influence sur la variation de température au sein du béton et sur les contraintes thermiques qui en découlent. Ces contraintes thermiques sont une des origines de la dégradation du béton à température élevée. La conductivité thermique du granulats est d'autant plus importante qu'il a un degré de cristallinité élevé. Les bétons de quartzite ont ainsi une conductivité thermique supérieure à 3 W.m⁻¹.K⁻¹ tandis que celle des deux autres bétons varie entre 1.8 et 2 W.m⁻¹.K⁻¹. La conductivité thermique des bétons de granulats siliceux de quartzite diminue avec la température plus que celles des autres bétons, notamment avant 300°C. Ces bétons de granulats siliceux de quartzite ne présentant pas une plus forte fissuration que les deux autres, ceci est probablement lié à la structure cristalline du quartz dans les quartzites. Dans un réseau cristallin ordonné la conductivité thermique diminue en effet plus fortement avec la température. La conductivité thermique des bétons de granulats de quartzite reste toutefois supérieure à celles des bétons d'autres granulats. La forte diminution de conductivité thermique après 300°C pour tous les bétons est en accord aux observations faites sur la fissuration des bétons. La chaleur spécifique des bétons ne dépend pas de la nature des granulats mais paraît plus influencée par l'état d'humidité de l'échantillon. On note une augmentation de la chaleur spécifique entre 20°C et 300°C. Cette augmentation est plus

sensible sur les essais à chaud qu'après refroidissement. Après 300°C la chaleur spécifique des bétons diminue (mesures après refroidissement).

La différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette de béton ne dépend pas de la nature des granulats. Deux pics sont observés, le premier à une température de surface comprise entre 330°C et 370°C, le deuxième à une température variant entre 650°C et 700°C. Ces pics correspondent à l'évaporation de l'eau libre et de l'eau liée. Le premier pic correspond à la fin de la première phase de décomposition des CSH et le second pic à la deuxième phase de décomposition des CSH. La différence de température correspondant au premier pic est plus élevée pour les BO que pour les BHP, les bétons ordinaires contenant plus d'eau libre. La température d'apparition du pic est liée aux possibilités de migration et d'évacuation de l'eau. Elle est moins élevée pour les bétons ordinaires que pour les bétons à hautes performances. Pour un même rapport E/C, le pic apparaît 20 à 30°C plus tôt pour les bétons de granulat silico-calcaire. Leur plus importante fissuration favorise le déplacement de matière. Malgré leur conductivité thermique plus élevée, les bétons de granulat de quartzite n'ont pas de pics de température de plus faible amplitude. Les phénomènes physiques liés à l'eau apparaissent avoir une influence prépondérante sur ceux propres aux gradients thermiques.

Nous constatons que pour de mêmes volume et composition de pâte, les performances mécaniques résiduelles varient selon la nature du granulat après 300°C. Les bétons de granulat silico-calcaire contenant des silex présentent la fissuration la plus marquée, des écaillages localisés au droit de gros granulats et une importante perte de résistance mécanique entre 300 et 600°C. Certaines éprouvettes de BHP de granulat silico-calcaire ont éclaté (2/9) au cours des cycles de chauffage à 600°C et 750°C. Une perte importante de résistance mécanique est notée entre 300 et 600°C. La résistance résiduelle à la compression du béton BO-SC à 600°C est de 4,2 MPa, ce qui est 3 à 5 fois plus faible que celle des bétons BO-S et BO-C. L'instabilité thermique des silex contenus dans le granulat silico-calcaire explique l'endommagement plus important du béton de granulat silico-calcaire soumis à une température élevée.

Pour le béton de granulat calcaire, la chaux provenant de la décarbonatation de la calcite (entre 600°C et 750°C) réagit avec l'humidité ambiante et forme la portlandite en multipliant son volume par un coefficient de 2. Cette augmentation de volume conduit à la désintégration du béton. Les résistances mécaniques après le chauffage à 750°C seraient plus faibles pour le béton de granulat calcaire plusieurs heures après le refroidissement. Aucune éprouvette de béton à hautes performances de granulat calcaire n'a éclaté. Pour un rapport E/C élevé, les performances mécaniques résiduelles (résistances à la rupture en compression et traction, module d'élasticité) du

béton de granulats calcaires sont meilleures que celles des autres bétons notamment entre 300 et 600°C. Lorsque le rapport E/C est plus faible, ce sont les bétons de granulats siliceux de quartzite qui perdent le moins de résistance en compression avec la température. Les résistances en traction et modules d'élasticité résiduels sont similaires pour les BHP-S et BHP-C.

L'influence des granulats dépend donc également de la compacité de la matrice. Avec un faible rapport E/C, la porosité de la zone d'interface pâte-granat diminue, et l'adhérence entre la pâte et le granulats est améliorée. L'augmentation du volume des quartzites générée par la transition du quartz α à quartz β à 573°C provoque la fissuration à l'interface pâte-granat. Une meilleure résistance de l'interface retarde l'apparition de fissures. Cependant, une éprouvette de béton à hautes performances composée de granulats siliceux a éclaté à chacun des cycles de chauffage à 600°C et 750°C.

L'incompatibilité des déformations thermiques de la pâte et des granulats et l'endommagement propre des granulats sont à l'origine d'une fissuration importante initiée à l'interface pâte/granat et se propageant au sein de la pâte. La qualité de cette interface joue un rôle prépondérant dans la résistance des bétons aux sollicitations thermiques comme l'a montré l'influence du rapport E/C sur le comportement résiduel des bétons composés de quartzite roulé. La classification usuelle des granulats en deux catégories (siliceux et calcaire) apparaît peu pertinente. Les quartzites (S) et les silex (SC) sont tous deux des granulats siliceux mais conduisent à des comportements mécaniques résiduels des bétons très différents. Les bétons composés de silex ont une très mauvaise résistance aux températures élevées. Ils s'endommagent plus tôt et plus fortement que les deux autres bétons testés.

Références :

- [Baza 1996]** Z.P. Bazant, M.F. Kaplan, Concrete at high temperature: Material properties and mathematical models, Longman publisher, London, 424 pages, 1996.
- [CFMR 2000]** Comité Français de Mécanique des Roches, Manuel de mécanique des roches, Tome 1, Paris, Presses Ecole des Mines, 2000.
- [Dias 1990]** W.P.S. Dias, G.A. Khoury, P.J.E. Sullivan, Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700°C, ACI Material Journal, 87 (1990) 160-166.
- [Gall 2001]** C. Galle, J. Sercombe, Permeability and pore structure evolution of silico-calcareous and hematite high-strength concretes submitted to high temperatures, Material and structure, 34 (2001) 619-628.
- [Hage 2004]** G.I. Hager, Comportement à haute température des bétons à haute performance-évolution des principales propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et Ecole Polytechnique de Cracovie, 2004.
- [Harm 1973]** T.Z. Harmathy, L.W. Allen, Thermal properties of selected masonry unit concretes, Journal of the American concrete institute, 70 (1973) 132-142.
- [Kali 1998]** P. Kalifa, M. Tsimbrovska, Comportement des BHP à hautes températures-Etat de la question et résultats expérimentaux. Cahier du CSTB, n°3078, 1998.
- [Kane 2007]** T.M. Kanéma, Influence des paramètres de formation sur le comportement à haute température des bétons, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2007.
- [Khou, 1992]** G.A. Khoury, Compressive strength of concrete at high temperatures: a reassessment, Compressive strength of concrete research, 44 (1992) 291-309.
- [Lamo 2006]** J. Lamond, J. Pielert, Significance of tests and properties of concrete and concrete-making material, ASTM International, West Conshohocken, 2006.
- [Merc 1999]** J.P. Mercier, G. Zambelli, W. Kurz, Introduction à la science des matériaux, third ed., Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1999.
- [Noum 1995]** A. Noumowé, P. Clastres, G. Debicki, J.L. Costaz, High performance concrete for severe thermal conditions, International conference on concrete under severe conditions-Environment and loading, Sapporo, Japan, 1995.

- [Phan 2001]** L.T. Phan, J.R. Lawson, F.L. Davis, Effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling and residual properties of high performance concrete, *Materials and structures*, 34 (2001) 83-91.
- [Phan 2003]** L.T. Phan, N.J. Carino, Codes provisions for high strength concrete strength-temperature relationship at elevated temperatures, National institute of standards and technology, *Materials and structures*, 36 (2003) 91-98.
- [Savv 2005]** A. Savva, P. Manita, K.K. Sideris, Influence of elevated temperatures on the mechanical properties of blended cement concretes prepared with limestone and siliceous aggregates, *Cement and Concrete Composites*, 27 (2005) 239–248.

CHAPITRE 5 : SIMULATION DE CAS D'INCENDIE DANS UN

TUNNEL SUR UN BICOUCHE ROCHE/BETON FABRIQUE AU

LABORATOIRE

Le nombre d'incendies dans les tunnels a augmenté pendant ces quinze dernières années. Certains incendies dans des tunnels européens comme les tunnels sous la Manche (1996 et 2008), du Mont Blanc (1999) et du Fréjus (2005) en France, tunnels du Storebealt (1994) au Danemark, du Tauern (1999) en Autriche ou encore le tunnel du Gothard (2001) en Suisse [Haac 2003] [Faur 2004], ont été marqués par leur forte violence thermique. La température est montée très rapidement jusqu'à 1000 à 1300°C et même plus pendant quelques minutes [Pimi 2010]. L'observation après ces incendies montre de forts endommagements de la structure des tunnels provoqués par une instabilité thermique du béton (écaillage, éclatements, fissures). L'extrême sévérité de la sollicitation thermique est une des principales caractéristiques des grands incendies dans les tunnels. Les observateurs ont remarqué aussi certains endommagements particuliers tels qu'une éjection de la totalité de l'épaisseur de béton de certains voussoirs comme dans le cas du premier incendie dans le tunnel sous la Manche, ce qui entraîne la mise à nu de la roche. Ces endommagements peuvent engendrer des dangers importants. Suite à un incendie, une rénovation coûteuse de la structure doit souvent être effectuée.

Le résultat d'une élévation de la température du béton est non seulement une dégradation des caractéristiques mécaniques, mais aussi une succession de phénomènes complexes impliquant le transport de masse et de chaleur et une dégradation physico-chimique progressive du béton. Ces dernières années, de nombreuses recherches concernant le comportement de différentes structures en béton ont été effectuées expérimentalement à petite et à grande échelle en condition d'exposition réelle [Jans 2007] [Kali 2001] et par modélisation mathématique [Schr 2002] [Ulm 1999]. Ces auteurs ont tenté d'examiner les causes possibles de l'instabilité thermique des bétons. En particulier, de nombreuses discussions ont été menées autour de l'importance relative des mécanismes thermo-mécaniques et thermo-hydriques.

L'objectif de cette partie de la thèse est d'analyser le comportement du béton et de la roche dans un bicouche béton-roche en s'intéressant aux transferts de chaleur dans le bicouche au cours de l'exposition à une température élevée. Nous étudions les particularités de l'interface entre la couche de béton et la couche de roche. Les résultats de ce travail permettront d'alimenter les simulations numériques de comportement de la structure béton/roche en cas d'incendie en tunnel.

1. Compositions et caractéristiques des matériaux du bicouche

Des échantillons bicouches (roche + béton) ont été fabriqués et testés. La partie inférieure de l'échantillon est constituée d'un monobloc de calcaire du bassin de paris (Liais) d'une épaisseur de 7 cm. La partie supérieure du bicouche est formée de béton coulé d'une épaisseur de 23 cm. On obtient ainsi un échantillon bicouche de 30 cm d'épaisseur ayant une masse avoisinant les 75 Kg.

1.1. Formulation du béton

Quatre éprouvettes bicouches ont été fabriquées pour deux cycles de chauffage, à 600°C et 750°C. Nous avons étudié deux bétons : un béton ordinaire ($E/C=0.6$) et un béton à hautes performances ($E/C=0.3$). Les compositions des bétons ordinaires et à hautes performances sont respectivement celles des formulations BO-SC et BHP-SC du chapitre 2. Le granulat utilisé est le granulat silico-calcaire de Seine. Les matériaux de gâchage du béton des bicouches sont les mêmes que ceux présentés au chapitre 2. La même roche calcaire est utilisée pour les 4 éprouvettes bicouches.

1.2. Caractéristiques du calcaire du Liais

Les échantillons de Liais utilisés dans cette étude proviennent de la carrière de Saint-Maximin dans le département de l'Oise (France). C'est un calcaire d'âge lutétien du Bassin Parisien de couleur blanche ou jaunâtre (figure 5.1 a), à grain moyen, avec une assez forte porosité (14 à 17 % ; Angeli, 2007). L'observation microscopique (figure 5.1 b) montre qu'il s'agit d'un calcaire biodétritique avec un réseau poreux très hétérogène. Ce calcaire est composé de nombreux fragments de fossiles (bioclastes) et d'oolithes qui ont été totalement ou partiellement remplis par un ciment de calcite. Il contient aussi quelques grains de quartz. Le réseau poreux semble très mal connecté du fait du ciment secondaire [Ange 2007].

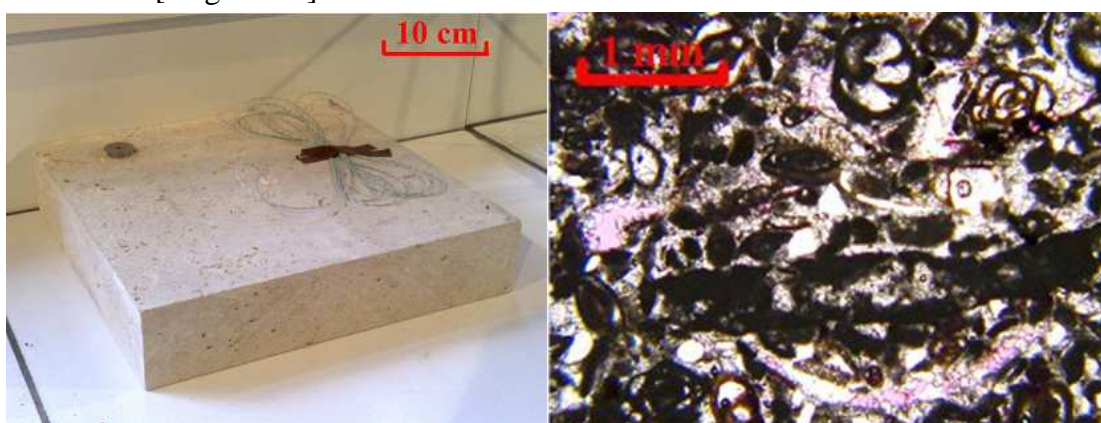


Figure 5.1 : Observation de roche Liais, a) à l'œil nu, à gauche, b) en lame mince, à droite.

1.3. Fabrication des éprouvettes bicouches

Les éprouvettes ont été fabriquées dans des moules en bois réalisés à l'aide d'un coffrage placé autour d'une plaque de roche Liais. Les dimensions intérieures du moule étaient de 33x33x30 cm (figure 5.2 a). Chaque éprouvette a une hauteur de 30 cm, dont 7 cm pour la couche de roche et 23 cm pour la couche de béton. Le béton est mis en place en deux couches de hauteurs à peu près égales. L'éprouvette est vibrée à l'aide d'une aiguille vibrante. Les étapes de gâchage et les modes de conservation du béton sont les mêmes que celles décrites au chapitre 2. Les éprouvettes sont conservées au minimum 90 jours (figure 5.2 b) afin de s'assurer de la stabilité des réactions pouzzolaniques et afin d'avoir moins d'eau libre dans la couche de béton.



Figure 5.2 : Coffrage et éprouvette de bicouche, a) coffrage, à gauche, b) éprouvette après démoulage, à droite.

1.4. Mise en place des thermocouples

Les mesures de température ont été effectuées en utilisant des thermocouples de type K présentés dans le chapitre 2. Nous avons placé sept thermocouples par éprouvette à des hauteurs différentes, dont deux à la surface du béton et à la surface de la roche. Les mesures réalisées vont permettre d'analyser le transfert de chaleur dans l'éprouvette bicouche. La Figure 5.3 montre la géométrie des éprouvettes ainsi que les emplacements des thermocouples.

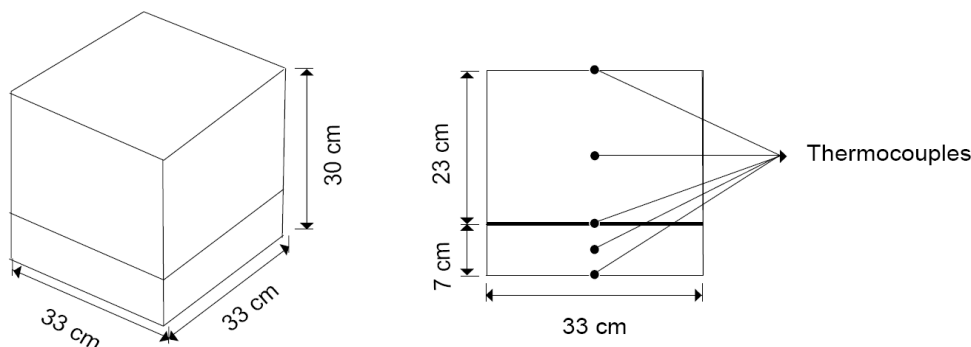


Figure 5.3 : Géométrie de l'éprouvette et positions des thermocouples

Pour celui au cœur de la roche, nous avons dû percer un trou dans lequel nous avons placé le thermocouple. Ce trou a été ensuite bouché par un mélange de chaux et de poudre de roche afin que la nature chimique autour du thermocouple reste la plus proche possible de celle de la roche. Les deux thermocouples en surface des couches de béton et de roche sont fixés par de la pâte de ciment. Les thermocouples au centre du béton et à l'interface béton/roche sont mis en place pendant la fabrication de l'éprouvette bicouche. La collecte des données de température est effectuée par un ordinateur par l'intermédiaire de la centrale d'acquisition automatique HP 323 déjà présentée au chapitre 2.

1.5. Chauffage des éprouvettes

Quatre éprouvettes ont été chauffées. Elles ont subi un traitement thermique dans le four de grandes dimensions (1,3x1,01x1,04 m) décrit dans le chapitre 2. Chaque éprouvette est installée dans le four à l'aide d'un élévateur métallique de sorte que la surface supérieure de la couche de béton se trouve dans le plan du fond du four (figure 5.4). L'éprouvette est soutenue au cours du chauffage par l'élévateur. L'éprouvette est isolée thermiquement dans le four grâce à la laine de verre, ne laissant découverte que la surface du béton qui sera chauffée. La figure 5.4 montre la mise en place d'une éprouvette et sa position dans le four.



Figure 5.4 : Eprouvette à chauffer mise en place dans le four (four équipé un ventilateur avec lequel la température intérieure de four est dans l'état uniforme).

Les éprouvettes bicouches ont été chauffées de 20°C à 600°C ou 750°C. Chacune de ces températures 600°C et 750°C est appliquée à un bicouche de béton ordinaire et à un bicouche de béton à hautes performances. La courbe de chauffage ISO 834 (EN 13501-2) est programmée dans le régulateur du four et utilisée afin de simuler un incendie. La courbe d'élévation de température ISO 834 est donnée par l'équation suivante :

$$T = 345 \log(8t + 1) + 20$$

Où T est la température en °C et t le temps en minutes.

Les éprouvettes sont refroidies à une vitesse de 1°C/min dans le four maintenu fermé après un palier de 20 heures à la température 600°C ou 750°C. La durée du palier est largement supérieure à la durée moyenne d'un incendie mais nous souhaitons avoir des températures suffisamment élevées à la base du bicouche pour analyser la résistance de l'interface béton-roche.

2. Endommagement thermique des bicouches

Ce paragraphe compare l'état de fissuration du bicouche après chauffage à 600°C et 750°C de la face supérieure pour les deux types de béton. L'endommagement du bicouche est analysée en considérant les zones suivantes : la face supérieure du béton exposée au chauffage, les faces latérales avec l'interface béton-roche et la face inférieure du bicouche constituée de la roche.

En ce qui concerne la surface exposée à la température, à 600°C, le bicouche BO présente une répartition des fissures plus denses et mieux réparties sur la surface du bicouche que le bicouche BHP. Ce dernier montre un écaillage d'épaisseur inférieure à 1 cm (figure 5.5).

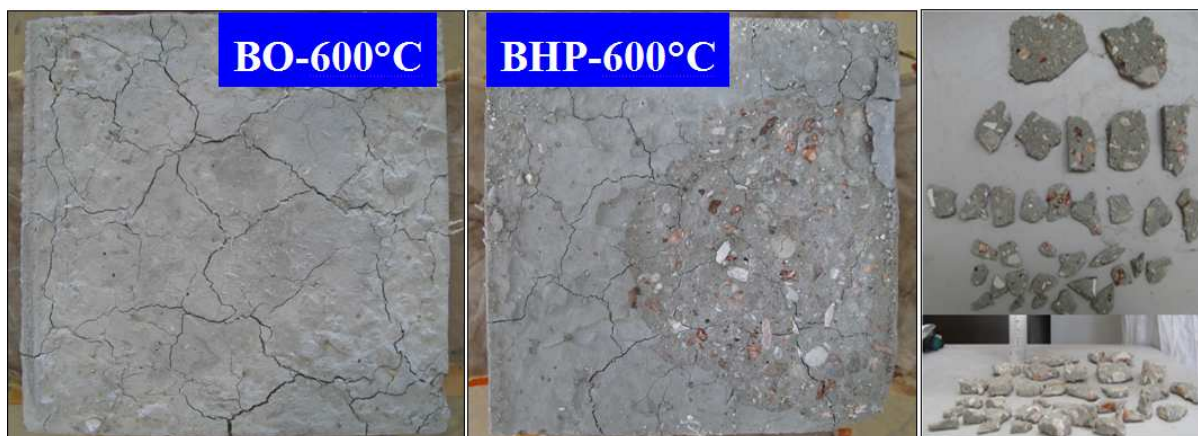


Figure 5.5 : Endommagement de la surface chauffée du béton après le chauffage à 600°C, a) béton ordinaire, à gauche, b) béton à hautes performances, au milieu, c) morceaux d'écaillage de béton à hautes performances, à droite.

Si l'on examine l'état de fissuration de la face chauffée à 750°C (figure 5.6) on observe que les fissures en surface du béton du bicouche BO sont moins ouvertes et plus réparties que pour le bicouche BHP. Il n'y a pas eu d'éclatement du béton sur le bicouche BO-750°C à l'exception de quelques granulats de silex.

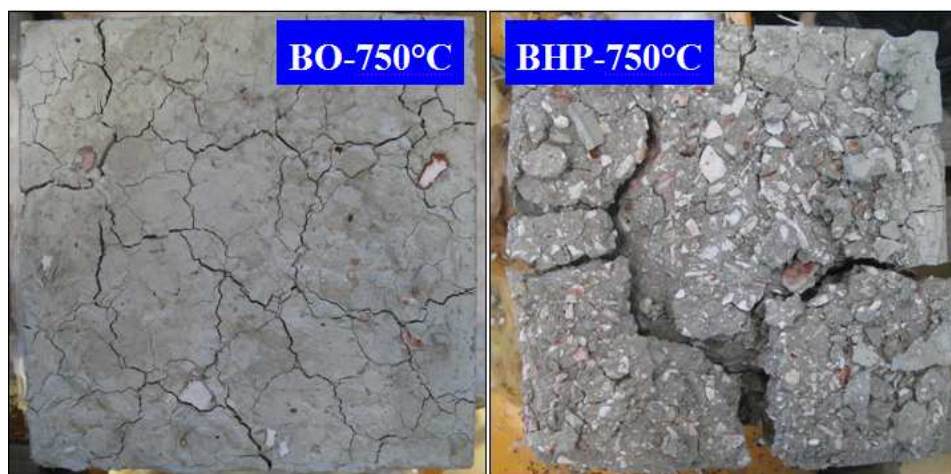


Figure 5.6 : Endommagement de la surface chauffée à 750 °C du béton des bicouches a) béton ordinaire, à gauche, b) béton à hautes performances, à droite.

Sur les faces latérales, après le chauffage à 600°C, nous observons dans le bicouche BO des fissures plus nombreuses, plus ouvertes et se prolongeant plus loin que celles observées dans le bicouche BHP. Pour les deux types de béton l'interface béton/roche du bicouche reste intacte après chauffage à 600°C (figure 5.7).



Figure 5.7 : Endommagement de la surface latérale des bicouches après le chauffage à 600°C.

Les photos de la figure 5.8 présentent l'état des surfaces latérales après chauffage à 750°C. Nous remarquons que les fissures du bicouche BO sont réparties sur toute la hauteur du béton, soit 23 cm. Elles ne présentent pas de direction privilégiée. Une fissure principale plus largement ouverte s'observe à environ 10 cm de la face chauffée, orientée plutôt parallèlement à celle-ci. Nous remarquons aussi la présence d'une fissure verticale probablement initiée à l'interface béton/roche du bicouche. Elle traverse toute l'épaisseur du calcaire et s'est propagé sur 4 cm dans le béton.

Le gradient thermique dans le bicouche et les coefficients de dilatation thermique différents du béton et de la roche calcaire peuvent expliquer l'apparition de cette fissure car des contraintes mécaniques inter-couches (d'origine thermo-hydriques) se développent [King 1976] [Homa 1986]. Le calcaire dont la dilatation thermique est plus importante est comprimé, tandis que le béton subit des contraintes de traction. Dans ce cas, la contrainte de traction la plus élevée est parallèle à l'interface béton/roche générant une fissuration perpendiculaire à l'interface.

Pour le bicouche BHP-750°C, un éclatement du béton est observé (figure 5.8). Il semble avoir eu lieu dans la région centrale du bicouche à 11 cm de la surface chauffée. Des morceaux de taille importante sont désolidarisés du reste du bicouche. L'épaisseur maximale de béton désolidarisée est de 18 cm. Le béton situé en dessous de la zone fracturée présente une plus faible fissuration jusqu'à la base de la couche de calcaire.

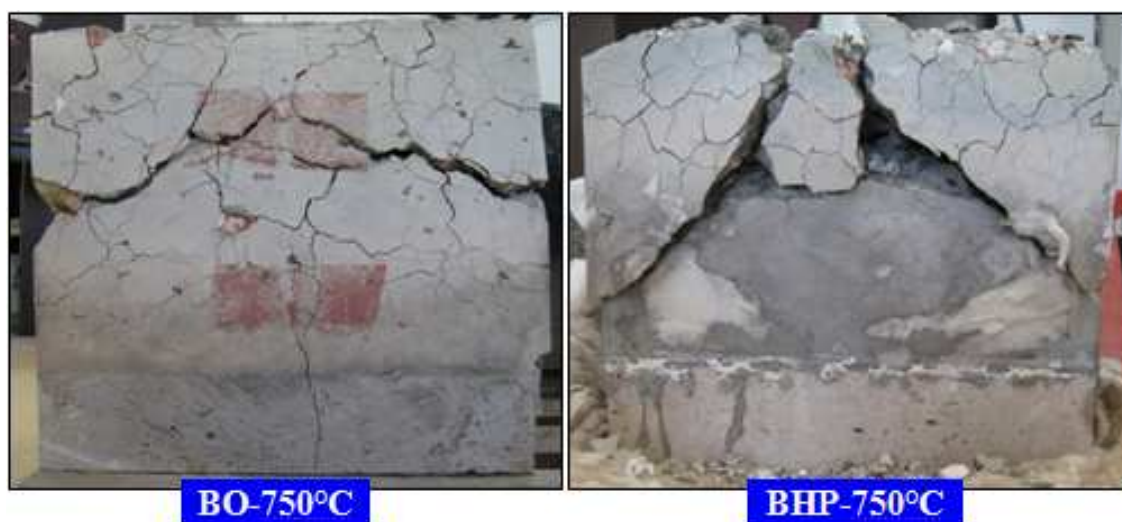


Figure 5.8 : Endommagement de la surface latérale des bicouches après chauffage à 750°C.

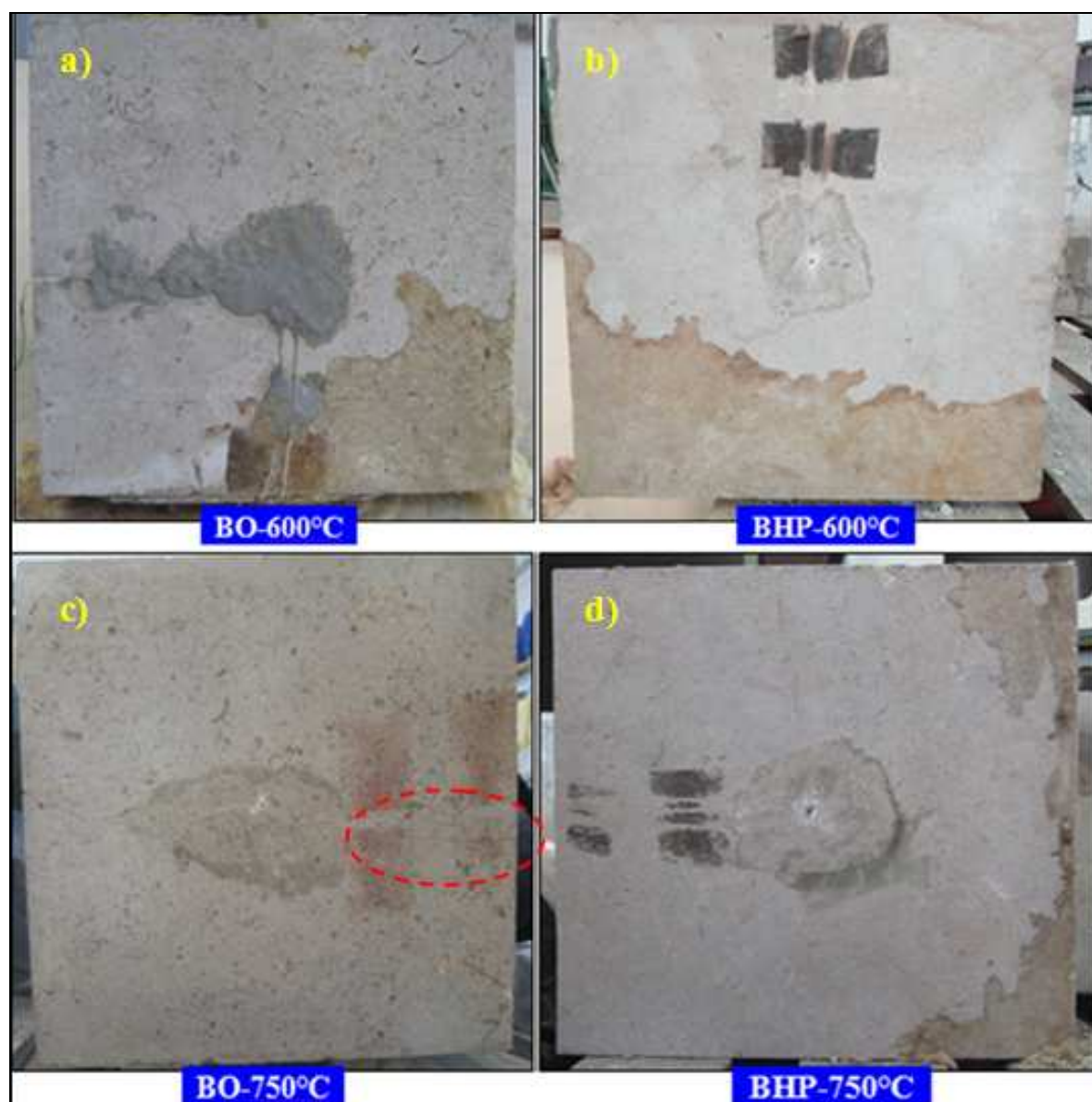


Figure 5.9 : Endommagement de la surface inférieure de la roche des bicouches après chauffage, a) BO-600°C, b) BHP-600°C, c) BO-750°C, d) BHP-750°C.

Si on s'intéresse à la face inférieure du bicouche on s'aperçoit que la roche a été globalement bien protégée par la couche de béton dans les deux cas (BO et BHP) jusqu'à 750°C (figure 5.9). Cependant, la roche du bicouche BO-750°C présente une fissure d'1 mm d'ouverture et de 9 cm de longueur. Cette fissure résulte de la propagation d'une fissure initiée à l'interface béton/roche.

Les essais ont montré qu'une sollicitation thermique type ISO (feu) suivie d'un maintien aux températures cibles pendant 20 heures n'entraînait aucun endommagement de la roche à 600 °C, l'épaisseur de béton endommagé atteignant respectivement 16 et 13 cm pour les bicouches BO et BHP sur une épaisseur totale de 23 cm.

A 750°C, la totalité de l'épaisseur du béton du bicouche-BO est fissurée et la roche est traversée par au moins une fissure. Le bicouche BHP a subi un éclatement dans sa moitié supérieure. La totalité de l'épaisseur du béton est fissurée, mais par rapport au bicouche BO, les fissures sont moins longues et peu ouvertes. La roche est restée intacte. On rappellera que le béton utilisé pour ces essais est du béton de granulats silico-calcaires dont les silex et les carbonates sont à l'origine d'une importante fissuration à 600°C et 750 °C comme décrit précédemment au chapitre 4.

3. Transfert de chaleur dans le bicouche

Nous avons mesuré les évolutions de température au cours du chauffage en différents points du bicouche ce qui conduit aux graphiques de la figure 5.10a et 5.10b. La température maximale atteinte au milieu de l'épaisseur de béton est de 430°C. A l'interface, on relève des maxima respectivement de 270°C et 370°C pour des chauffages à 600°C et 750°C pendant 20 heures. La roche atteint des températures comprises entre 220°C et 350°C.

Pour les chauffages à 750°C, les thermocouples situés au milieu du béton (bicouche BO et BHP) et à l'interface (bicouche BO) se sont arrêtés de fonctionner au cours du chauffage. Les fissures principales produites se sont produites vers le milieu de la couche de béton. On peut supposer que l'interruption des mesures a eu lieu au moment de la rupture complète du béton. Pour les bicouches BO et BHP, la rupture survient respectivement après 18.84 heures (430°C) et 18.67 heures (390°C) de chauffage à 750°C. Pour le bicouche BO, l'arrêt du thermocouple d'interface s'est produit un peu plus tôt (17.57 heures). Il faut aussi préciser que pour les incendies de voitures dans les tunnels, la durée maximale du maintien en température est inférieure ou égale à 1 heures [Cent 2005].

Les champs de température au sein du bicouche dépendent de la durée du maintien en température. Le chapitre précédent a montré qu'en deçà d'une température de 300°C, la résistance à la compression des bétons ne diminuait pratiquement pas. Cette température n'est atteinte au milieu de la couche de béton (soit 11 cm) qu'après 7 heures environ de maintien à 600°C. A ce moment la deuxième moitié du bicouche a encore conservé pratiquement toutes ses caractéristiques mécaniques initiales.

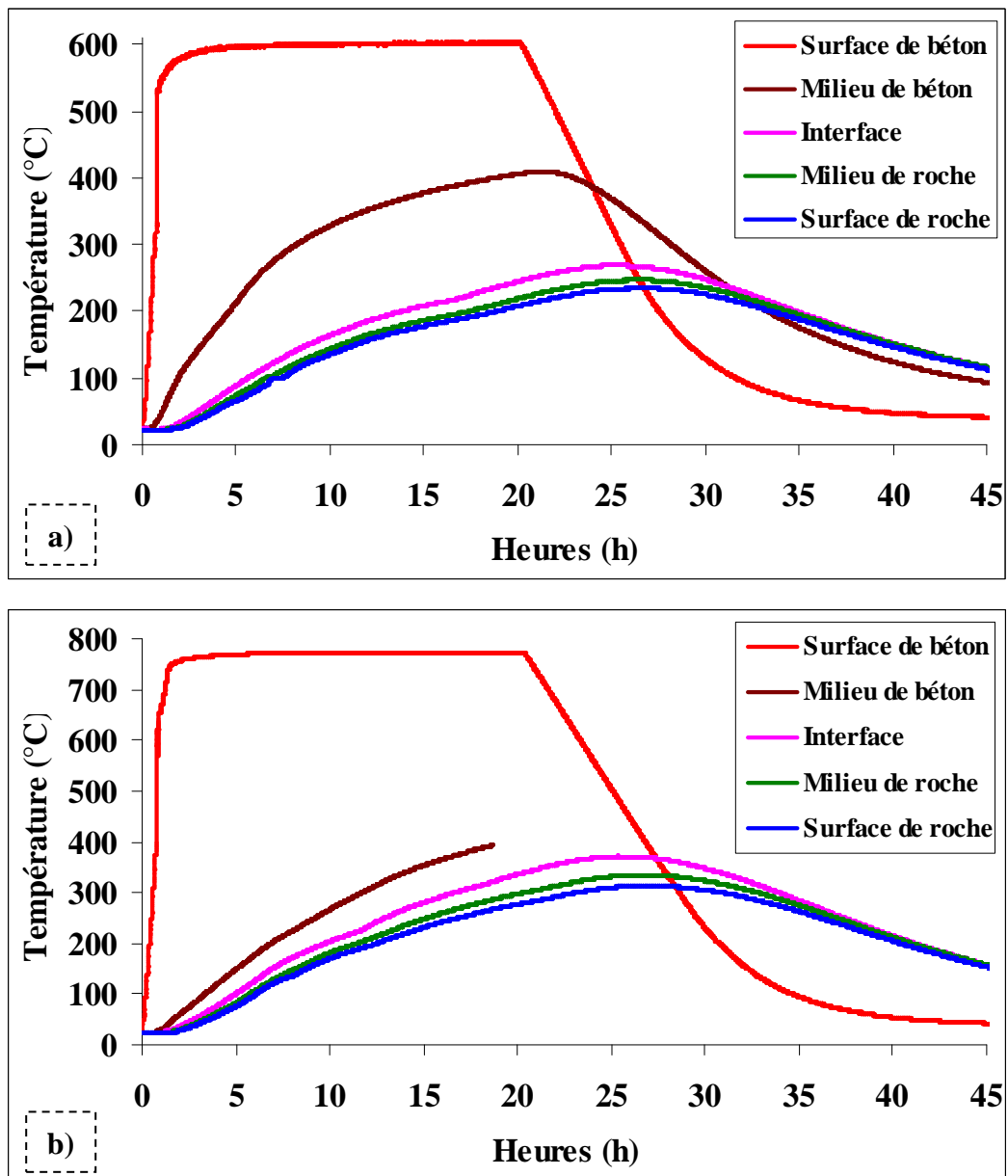


Figure 5.10 : Evolution de la température au cours du chauffage en différents points du bicouche, a) BHP-600°C, b) BHP-750°C.

La figure 5.11 montre la différence de température entre la surface supérieure du béton et l'interface béton/roche en fonction de la température de la surface du béton. Naturellement, le gradient thermique est plus grand à 750°C (BO-750°C et BHP-750°C) avec une valeur d'environ 30°C/cm. Ce fort gradient thermique induit des contraintes de traction plus élevées dans la couche de béton à 750°C (BO-750°C et BHP-750°C) par rapport au béton porté à 600°C (BO-600°C et BHP-600°C). Cette traction contribue à l'endommagement du béton et de l'interface entre la roche et le béton.

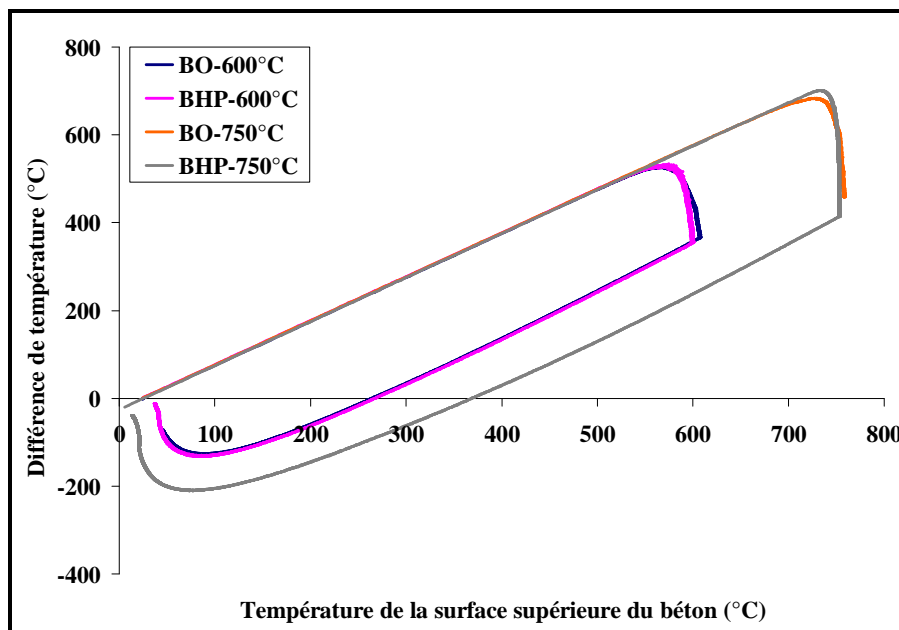


Figure 5.11 : Evolution de la différence de température entre la surface supérieure du béton et l'interface béton/roche en fonction de la température de la surface du béton.

La figure 5.12 montre que la différence de température entre l'interface béton/roche et la surface inférieure de la roche est de l'ordre de 35°C (chauffage à 600°C) et 65°C (chauffage à 750°C). Le faible gradient thermique (entre 5 et 9°C/cm) conduit à un faible endommagement de la couche de roche. Lors du chauffage à 750°C, la différence de température entre l'interface béton/roche et la surface inférieure de la roche est presque deux fois plus élevée que lors du chauffage à 600°C. Le gradient thermique induit pourrait contribuer à l'endommagement de la roche.

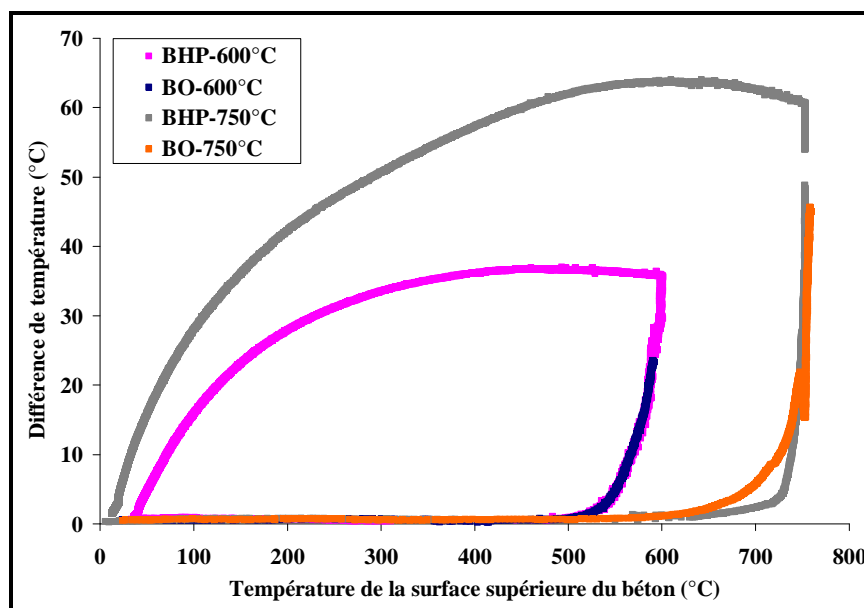


Figure 5.12 : Evolution de la différence de température entre l'interface béton/roche et la surface inférieure de la roche en fonction de la température de la surface du béton.

Sur la figure 5.13, nous observons que la température à l'interface béton/roche augmente plus vite pour le bicouche avec le béton à hautes performances que pour le bicouche avec le béton ordinaire. Cela s'explique par le fait que le béton ordinaire contient plus d'eau libre qui, en se vaporisant, consomme de la chaleur. Ce changement de phase ralentit l'augmentation de température à l'interface béton/roche entre 100 et 150°C.

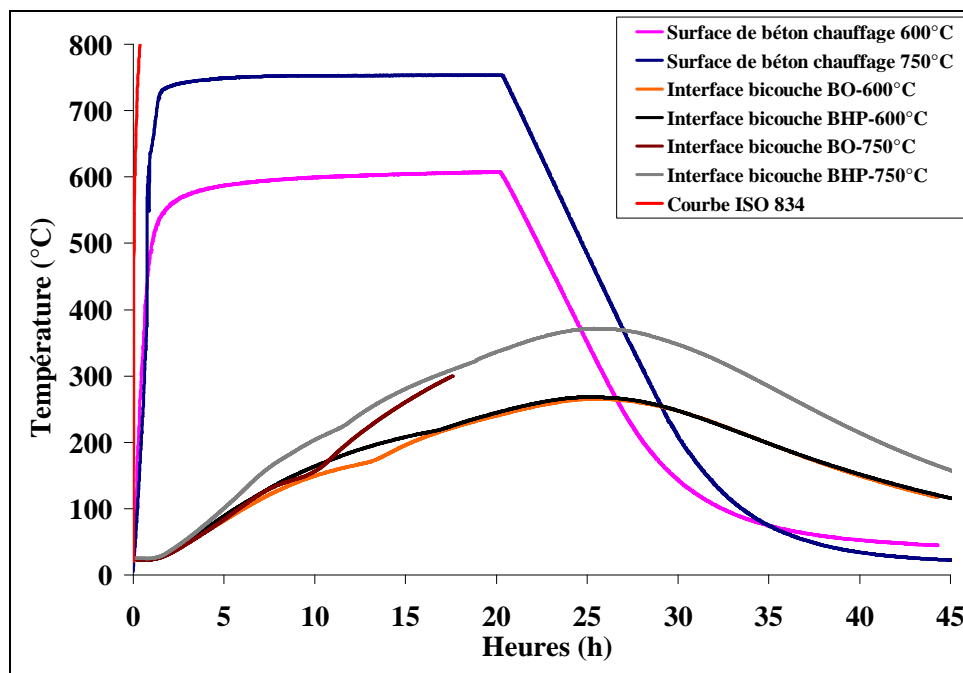


Figure 5.13 : Evolution de la température de l'interface béton/roche au cours du chauffage à 600°C et 750°C.

Naturellement, la température de l'interface béton/roche est plus élevée pour le chauffage à 750°C. Cependant, l'écart de température entre la surface et l'interface béton/roche est plus élevé de 102°C dans le cas du chauffage à 750°C (figure 5.11). Ceci conduit à une augmentation des contraintes d'origine thermique. Par ailleurs, la température plus élevée génère une déformation thermique plus importante du calcaire et du béton au niveau de l'interface. La différence de coefficient de dilatation thermique et de vitesse d'augmentation de la dilatation thermique dans le béton et la roche génère des contraintes à l'interface. Ceci peut expliquer la fissuration observée à l'interface béton/roche dans le cas du chauffage à 750°C.

Conclusion

Cette étude du comportement thermique d'éprouvettes bicouches béton/roche placées en situation d'incendie montre que les mécanismes thermiques et hydriques développés dans le béton peuvent

causer des fissurations voire des éclatements et que le béton peut malgré tout garder son rôle de protection de la roche.

Les essais menés sur les bicouches ont montré que les dégradations étaient beaucoup plus importantes après chauffage à 750°C qu'à 600°C. A 600°C, seuls les 16 et 13 premiers centimètres du béton des bicouches BO et BHP sont fissurés. A 750°C, la totalité de l'épaisseur du béton des deux bicouches est endommagée. Seule la roche du bicouche-BO présente une fissure isolée.

Les températures mesurées aux différentes profondeurs du bicouche montrent que celles-ci augmentent avec la durée d'application de la température maximale. Lors des essais, la durée de palier de température était de 20 h ce qui est supérieur à ce qui est usuellement utilisé pour les essais de résistance au feu. Nous avons ainsi pu remarquer que ce n'est qu'à partir de 15 à 20 heures que la température de 400°C est atteinte au milieu de l'épaisseur du béton. Les études menées au chapitre 4 ont montré que l'endommagement des bétons de granulats silico-calcaires s'accélérait à ce niveau de température suite aux fissurations à l'interface des silex. Ceci explique l'importante fissuration de la moitié supérieure du béton qui s'est donc trouvée à une température supérieure à 400°C.

Nous avons aussi noté des différences entre les bétons BO et BHP des bicouches. La composition du béton a une influence sur les mécanismes thermiques et hydriques développés dans le béton, car elle impacte les transferts thermiques et hydriques au cours de l'évolution de la température. Le bicouche BHP présente un plus fort écaillage en surface à 600 et 750°C. A 600 °C, ce dernier est globalement beaucoup moins dégradé mais à 750 °C un éclatement s'est produit à 11 cm de la surface chauffée. La faible perméabilité des BHP produit des pressions de gaz élevées liées à la formation du « bouchon hydraulique ». Ces pressions élevées peuvent participer à l'éclatement explosif du béton.

La dégradation du bicouche dépend d'une part de la température maximale atteinte en surface, d'autre part de la durée d'application de cette température et enfin de la composition du béton (sa compacité et la nature des granulats).

Références :

- [Ange 2007]** M. Angeli, Etude multiéchelle de la dégradation des roches par la cristallisation de sels dans les réseaux poreux, Thèse de doctorat de l'Université de Cergy-Pontoise, 230 pages, 2007.
- [Cent 2005]** Centre d'études des tunnels, Comportement au feu des tunnels routiers, Les guides du CETU, mars 2005.
- [Faur 2004]** R.M. Faure, J.F. Thimus, Contribution of on-Line tools on internet for the teaching of slopes and tunnels stability, Engineering geology for infrastructure planning in Europe, (2004) 59-68.
- [Haac 2003]** A. Haack, Catastrophic tunnel fires-What have we learnt? International symposium on catastrophic tunnel fires (CTF), Boras, Sweden, Haukur Ingason, 2003.
- [Homa 1986]** F. Homand-Etienne, Comportement mécanique des roches en fonction de la température, Sciences de la terre, Série «Mémoires», 261 pages, n°46, 1986.
- [Jans 2007]** R. Jansson, L. Bostrom, Experimental study on the influence of polypropylene fibres on material properties and fire spalling of concrete, Fib task group 4.3 workshop "Fire design o concrete structures-from materials modelling to structural performance", Coimbra, Portugal, 2007.
- [Kali 2001]** P. Kalifa, , G. Chéné, and C. Gallé "High-temperature behaviour of HPC with polypropylene fibres: From spalling to microstructure." Cement and Concrete Research 31 (2001) 1487-1499.
- [King 1976]** W.D. Kingery, H.D. Bowen, D.R. Uhlmann, Introduction to ceramics, 2nd edition, John Wiley Sons, 1032 pages, 1976.
- [Pimi 2010]** P. Pimienta, O. Anton, J.C. Mindeguia, R. Aventel, H. Cuypers, E. Cesmat, Fire protection of concrete structures exposed to fast fires, Fourth international symposium on tunnel safety and security, Frankfurt am Main, Germany, March 17-19, 2010.
- [Schr 2002]** B.A. Schrefler, G.A. Khoury, D. Gawin, C.E. Majorana, "Thermo-hydro-mechanical modelling of high performance concrete at high temperatures." Engineering Computations 19 (2002) 787-819.
- [Ulm 1999]** F.J. Ulm, P. Acker, M. Levy, The chunnel fire II: Analysis of concrete damage, Journal of Engineering Mechanics 125 (1999) 283-289.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette thèse est de contribuer de façon expérimentale à une meilleure connaissance du comportement des bétons portés à une température élevée afin d'aider à la conception d'ouvrages plus sûrs. Nous nous sommes intéressés au rôle du granulat sur l'interface pâte/granulat et sur l'endommagement thermique du béton. L'influence du granulat est analysée en fonction de sa composition chimique et minéralogique mais aussi de sa microstructure. L'étude de l'impact des granulats sur le comportement des bétons à haute température prend également en compte la qualité de la matrice cimentaire.

L'analyse du comportement des granulats à température élevée a été réalisée en considérant trois granulats différents : des granulats alluvionnaires siliceux (91% de quartzite), des granulats alluvionnaires silico-calcaires (70% de silex) et des granulats de roche massive calcaire. Ces granulats sont soumis à cinq cycles de chauffage/refroidissement à 150°C, 300°C, 450°C, 600°C et 750°C.

Les granulats calcaires restent intacts jusqu'à 600°C. A 750°C, ils sont fissurés et leur surface a blanchi ce qui est une conséquence de la décarbonatation. Ils s'effritent à atmosphère ambiante environ trois jours après être sortis du four car le CaO libre réagit avec l'humidité ambiante et se transforme en Portlandite, avec une augmentation de volume. La fraction siliceuse des silico-calcaires (silex) et les quartzites des granulats siliceux se comportent de façons tout à fait différentes. Les quartzites ne montrent aucun endommagement visible à l'œil nu tandis que les silex éclatent ou se fragmentent à des températures comprises entre 150 et 600°C. L'eau paraît avoir un rôle prépondérant sur cette instabilité thermique car lorsque les granulats sont préséchés en étuve l'éclatement intervient à des températures plus élevées (entre 450°C et 600°C) que lorsque ceux-ci sont saturés (entre 150° et 450°C).

Les observations microscopiques de lames minces de ces trois granulats montrent que les calcaires sont des mudstones carbonatés à ciment sparitique pratiquement purs contenant une très faible

quantité de matière organique et de pyrite. Les granulats siliceux contiennent principalement des quartzites métamorphiques (grains de quartz de taille variée de 100 μm à 3 mm). Les granulats silico-calcaires sont polygéniques avec une majorité de silex constitué de quartz microcristallin (grains entre 5 et 20 μm) et renfermant des zones de calcédoine et de faibles quantités de calcite.

Les analyses par diffraction X confirment pour les granulats calcaires la diminution de la quantité de calcite et l'apparition de chaux vive à 750°C. Les diffractogrammes des quartzites et silex sont similaires. La phase cristalline présente est celle du quartz alpha. La diffraction par rayons X ne montre pas d'évolution de la minéralogie du silex et du quartzite avec la température.

Les analyses par ATG confirment une décarbonatation vers 700°C des granulats calcaires. La perte de masse du granulats silex est deux fois plus importante que celle du granulats quartzite. Cette perte de masse correspond probablement à un départ d'eau. En deçà de 190°, il s'agit de l'eau libre ou physisorbée. Au-delà, les phases siliceuses contenant des silanols subissent une deshydroxylation qui produit par condensation de l'eau dont le départ du système débute vers 400°C. Le départ des silanols du silex est par ailleurs confirmé par l'analyse en spectroscopie infrarouge.

Les observations au MEB de la microstructure montrent des géométries de fissuration très différentes entre les silex et les quartzites. On observe sur les silex des macrofissures largement pénétratives et responsables de l'éclatement ainsi que des microfissures formant un réseau en mosaïque ressemblant à du faïençage. Sur les quartzites les fissures sont très peu nombreuses et on n'observe pas de faïençage. L'apparition du faïençage sur les silex peut-être due au retrait chimique lié au départ d'eau et non à la contraction thermique car la présence de deux critères chronologiques d'apparition des fissures suggère une contemporanéité des deux échelles de fissuration (microfissures et macrofissures) pendant le chauffage. Elle pourrait également être due à la dilatation thermique des silex car les petits grains de quartz ont des orientations différentes qui peuvent générer des modifications anisotropes sous sollicitation thermique, mais avant la température de transition $\alpha - \beta$ du quartz (573°C) puisqu'il y a peu de différence entre les fissurations des silex à 550°C et à 600°C.

A plus petite échelle les mesures d'adsorption d'azote montrent l'augmentation de la quantité de mésopores (2-50 nm) et l'ouverture de pores d'une vingtaine de nanomètres sur la poudre de silex chauffée à 600 °C. Pour la même sollicitation thermique les poudres de quartzite ne montrent pas de modification du volume mésoporeux. Cet endommagement de la structure à l'échelle nanométrique pourrait expliquer le blanchiment du silex par une diminution de son absorbance optique suite à une modification de la diffusion de la lumière au travers du réseau poreux.

Les granulats calcaires commencent à présenter des désordres entre 600 et 750°C suite à la décarbonatation. La réhydratation de la chaux par l'humidité ambiante conduit à la désintégration des granulats chauffés à 750°C. Pour une même nature siliceuse les granulats de quartzite sont stables jusqu'à 750°C tandis que les silex éclatent. L'eau présente dans les silex, provenant de la deshydroxylation des groupes silanols, de l'eau adsorbée et aussi de la déshydratation de la goethite peut être à l'origine de l'éclatement des silex. Du fait de la faible porosité des silex des surpressions d'eau sous forme vapeur ou liquide apparaissent provoquant une rupture brutale du granulat. Parallèlement, il semble que la résistance mécanique du silex soit affectée par une modification de la microstructure comme en témoignent les observations au MEB et les mesures d'adsorption d'azote. La résistance des granulats siliceux vis-à-vis des sollicitations thermiques n'est pas seulement liée à leur teneur en quartz mais aussi à leur porosité, à la taille de leur grain et à l'eau éventuellement présente dans la structure siliceuse.

Ensuite, une analyse comparée des propriétés physiques, thermiques et mécaniques de bétons ordinaire ($E/C=0.6$) et à hautes performances ($E/C=0.3$) à base des trois granulats étudiés précédemment, exposés à des cycles de chauffage-refroidissement de 300°C, 600°C, 750°C est réalisée. Cette étude montre qu'il y a non seulement influence de la nature des granulats sur les propriétés du béton à hautes températures, mais que la compacité de la matrice du béton joue également un rôle. La plupart des fissures observées dans les bétons sont en relation avec les granulats après les différents cycles thermiques. Elles sont tangentielles à l'interface pâte/granulat, radiales entre granulats proches et transgranulaires dans le cas des bétons à hautes performances.

Les fissures sont peu visibles à l'œil nu à 300°C pour tous les bétons et l'état de dégradation des bétons est très différent selon la nature des granulats à 600°C. Les bétons silico-calcaires présentent les fissures les plus nombreuses et les plus ouvertes. Ceci est lié à la présence de silex qui sont eux aussi fissurés. Les fissures observées sur les bétons ordinaires de granulats de quartzite sont moins nombreuses et moins ouvertes. Elles sont toutefois suffisamment longues pour se rejoindre et former un réseau. Parmi les trois bétons ordinaires, c'est le béton de granulats calcaires qui présente les fissures les plus courtes et les moins ouvertes. Les fissures dans le béton à hautes performances ont de plus faibles ouvertures. L'amélioration est surtout remarquable pour le béton de quartzite où l'ouverture maximale de fissure est divisée par dix. La forme roulée et la surface lisse des quartzites influencent défavorablement leur adhérence avec la pâte et ce d'autant plus que la zone de transition pâte/granat est poreuse. La diminution du rapport E/C améliore la résistance de la liaison des granulats de quartzite avec la pâte. Après chauffage à 750°C, les bétons de granulats calcaires présentent un endommagement supplémentaire plusieurs jours après leur sortie du four du fait de la réhydratation du CaO formé par décarbonatation de la calcite. Cette réhydratation par l'humidité ambiante s'accompagne d'un gonflement important qui est très probablement responsable de la décohésion des granulats avec la pâte et de la fissuration radiale observée.

La perte de masse des différents bétons est très similaire jusqu'à 300°C pour un rapport E/C de 0.6. Au-delà de cette température, la nature minéralogique des granulats influence la perte de masse des bétons. Les différences de perte de masse selon la nature des granulats apparaissent déjà à 300°C pour un rapport E/C de 0.3. La porosité du béton augmente avec la température. La porosité du béton de granulats silico-calcaires est toujours plus forte que celles des autres bétons parce que d'une part les carbonates dans les granulats silico-calcaires ont une porosité deux fois plus grande que celle des carbonates des granulats calcaires et d'autre part en raison de l'importante fissuration de ce béton. Nous observons aussi une diminution de la densité apparente du béton de granulats silico-calcaires deux fois plus élevée que celle du béton de granulats calcaires et du béton de granulats siliceux. Contrairement aux bétons de granulat siliceux, la perte de masse des bétons de granulat calcaire augmente après 600°C, suite au départ de CO₂ dû à la décarbonatation de la calcite.

La conductivité thermique du béton est fortement liée à celle du granulat. Ainsi la nature du granulat a une influence sur la variation de température au sein du béton et sur les contraintes thermiques qui en découlent. Ces contraintes thermiques sont une des origines de la dégradation du béton à température élevée. La conductivité thermique du granulat siliceux est d'autant plus importante qu'il a un degré de cristallinité élevé et elle diminue plus fortement avec la température. La forte diminution de conductivité thermique après 300°C pour tous les bétons est en accord avec les observations faites sur la fissuration des bétons. La chaleur spécifique des bétons ne dépend pas de la nature des granulats mais paraît plus influencée par l'état d'humidité de l'échantillon.

La mesure de la différence de température maximale entre la surface et le centre de l'éprouvette de béton ne dépend pas de la nature des granulats. Les deux pics observés correspondent à l'évaporation de l'eau libre et de l'eau liée. La température d'apparition du pic est liée aux possibilités de migration et d'évacuation de l'eau. Elle est moins élevée pour les bétons ordinaires que pour les bétons à hautes performances. Pour un même rapport E/C, le pic apparaît 20 à 30°C plus tôt pour les bétons de granulats silico-calcaires. Leur plus importante fissuration favorise le déplacement de matière. Malgré leur conductivité thermique plus élevée, les bétons de granulats de quartzite n'ont pas de pics de température de plus faibles amplitudes. Les phénomènes physiques liés à l'eau paraissent avoir une influence prépondérante sur les gradients thermiques dans le béton.

Les performances mécaniques résiduelles du béton varient selon la nature du granulat après 300°C pour un volume et une composition de pâte identiques. Les bétons de granulats silico-calcaires contenant des silex présentent une importante perte de résistance mécanique entre 300 et 600°C ce qui est en accord avec l'état de fissuration très marquée de ces bétons. L'instabilité thermique des silex contenus dans les granulats silico-calcaires explique l'endommagement plus important du béton de granulats silico-calcaires soumis à une température élevée. Aucune éprouvette de béton de granulats calcaires à hautes performances n'a éclaté malgré la décarbonatation de la calcite (entre 600°C et 750°C). Pour un rapport E/C élevé, les performances mécaniques résiduelles (résistances à la rupture en compression et traction, module d'élasticité) du béton de granulats calcaires, sont meilleures que celles des autres bétons notamment entre 300 et 600°C. Lorsque le rapport E/C est

plus faible, ce sont les bétons de granulats siliceux de quartzite qui perdent le moins de résistance en compression avec la température. Les résistances en traction et modules d'élasticité résiduels sont similaires pour les BHP-S et BHP-C.

La classification usuelle des granulats en deux catégories (siliceux et calcaire) apparaît peu pertinente. Les quartzites et les silex sont tous deux des granulats siliceux mais conduisent à des comportements mécaniques résiduels des bétons très différents. Les bétons contenant des silex ont une très faible résistance aux températures élevées. Ils s'endommagent plus tôt et plus fortement que les deux autres bétons testés. Les bétons de granulats calcaires sont plus fortement endommagés par la période qui suit le refroidissement que pendant le chauffage. L'influence des granulats sur le comportement du béton à haute température dépend de la compacité de la matrice au travers notamment de la résistance de l'interface pâte/granat.

Enfin, l'étude du comportement thermique d'éprouvettes bicouches béton/roche placées en situation d'incendie a été réalisée au cours de cette thèse. Les mécanismes thermiques et hydriques développés dans le béton peuvent causer des fissurations voire des éclatements, mais le béton peut malgré tout garder son rôle de protection de la roche. Le bicouche montre une importante fissuration de la moitié supérieure du béton qui s'est trouvée à une température supérieure à 400°C ce qui est expliqué par l'endommagement des bétons de granulats silico-calcaires qui augmente à ce niveau de température suite aux fissurations à l'interface des silex. La dégradation du bicouche dépend, d'une part, de la température maximale atteinte en surface, d'autre part de la durée d'application de cette température et enfin de la composition du béton (sa compacité et la nature des granulats).

Suite à ces travaux, il reste cependant un certain nombre d'interrogations afin de pouvoir généraliser ces résultats à l'ensemble des matériaux de nature pétrographique similaire. Il nous semble nécessaire d'estimer l'influence de la matière organique et des hydrates pouvant être contenus dans les calcaires. L'étude d'autres types pétrographiques siliceux comme les grès, les

granites, les schistes, les basaltes, etc... serait intéressante pour compléter ces résultats. Il nous semble aussi important de considérer l'influence de la taille des pores des granulats. Ce paramètre important pour les bétons pourrait l'être aussi pour les granulats.

**ANNEXE DES DESCRIPTIONS DE COMPARAISON DES
ENDOMMAGEMENTS THERMIQUES DE BETONS A
HAUTES PERFORMANCES DE DIFFERENTS
GRANULATS
(Calcaire, Silico-calcaire et Siliceux)**

a) Béton à hautes performances de granulat calcaire

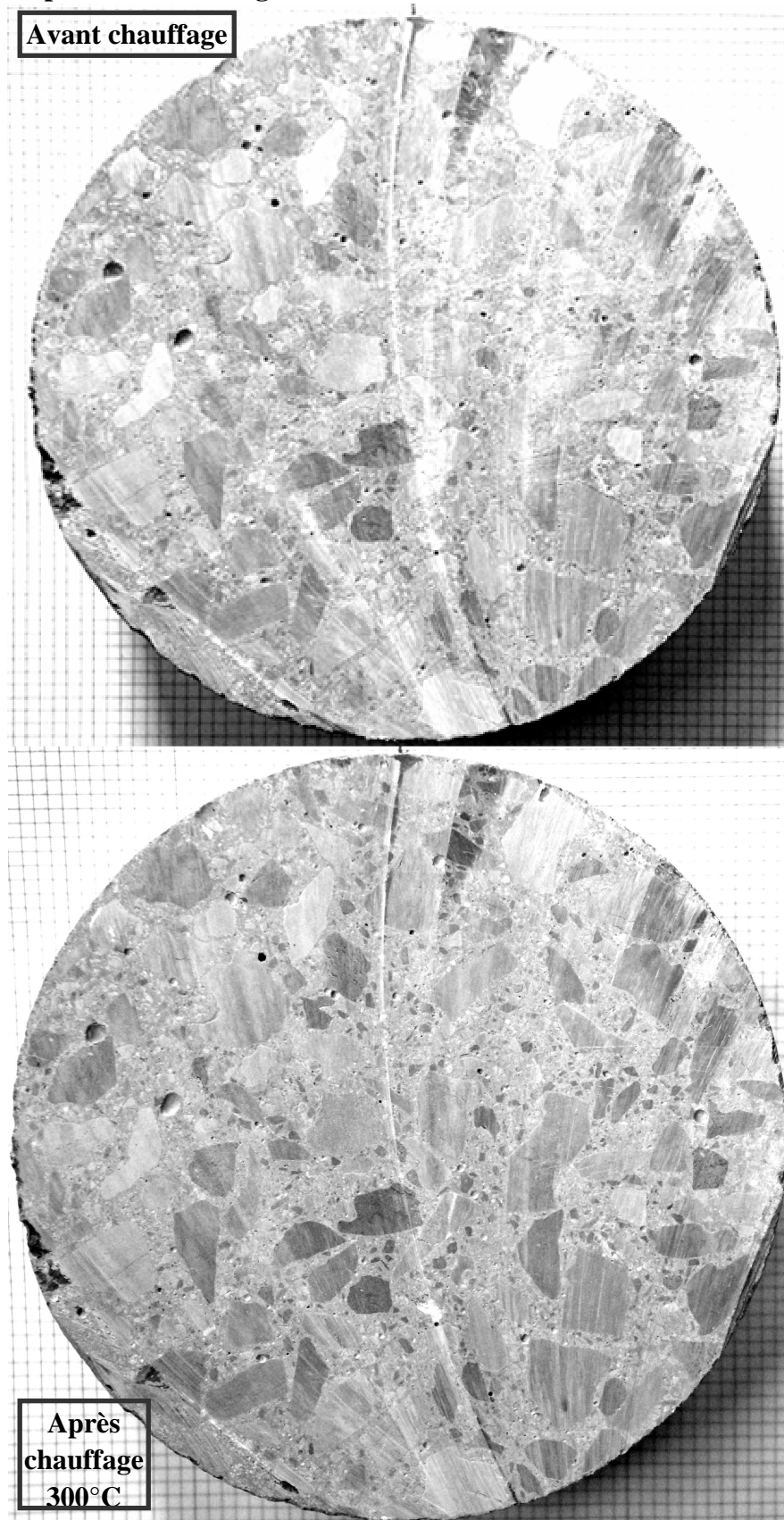


Figure annexe.1 : Dégradation du béton de granulat calcaire à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 300°C).

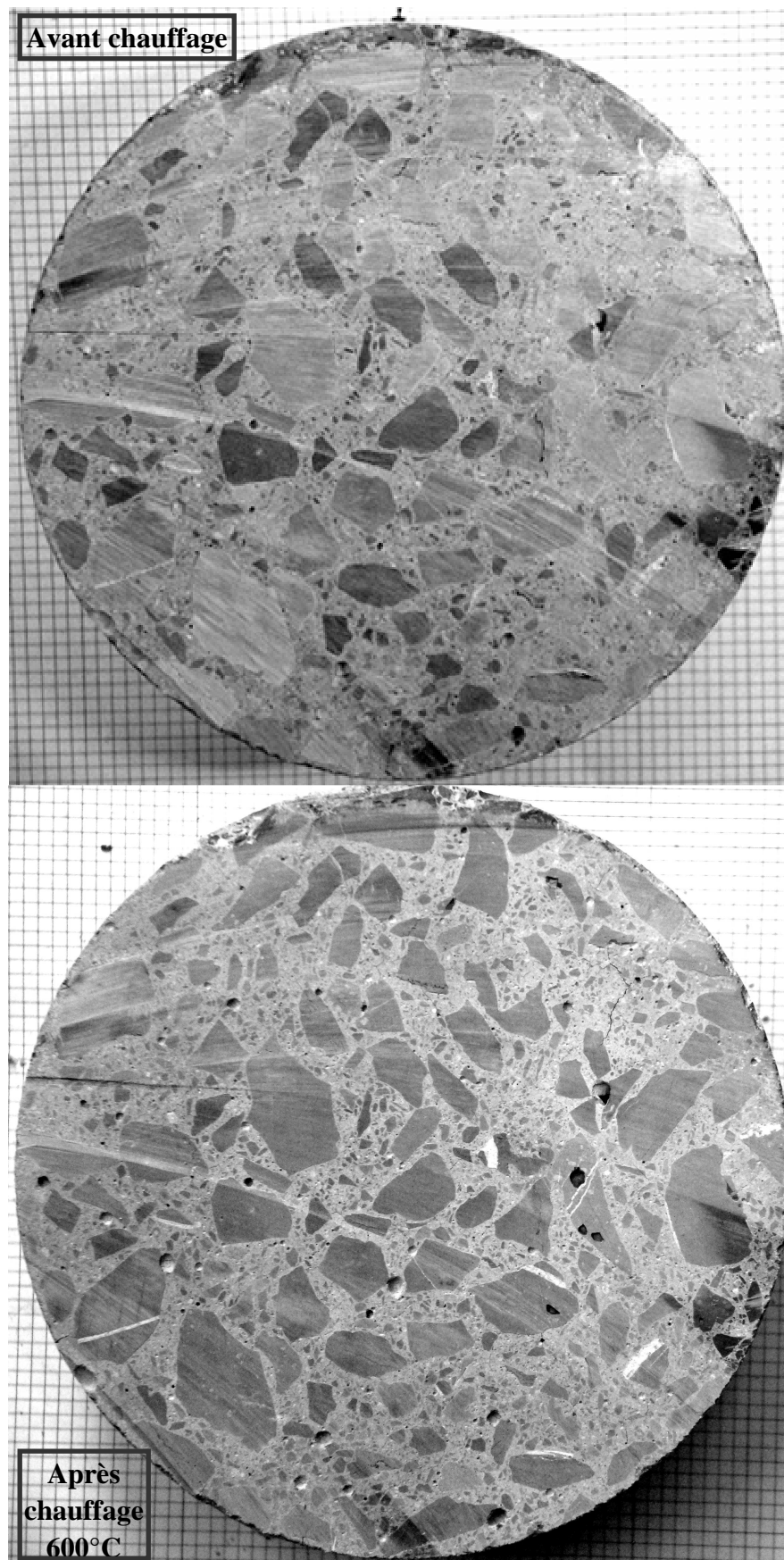


Figure annexe.2 : Dégradation du béton de granulat calcaire à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 600°C).

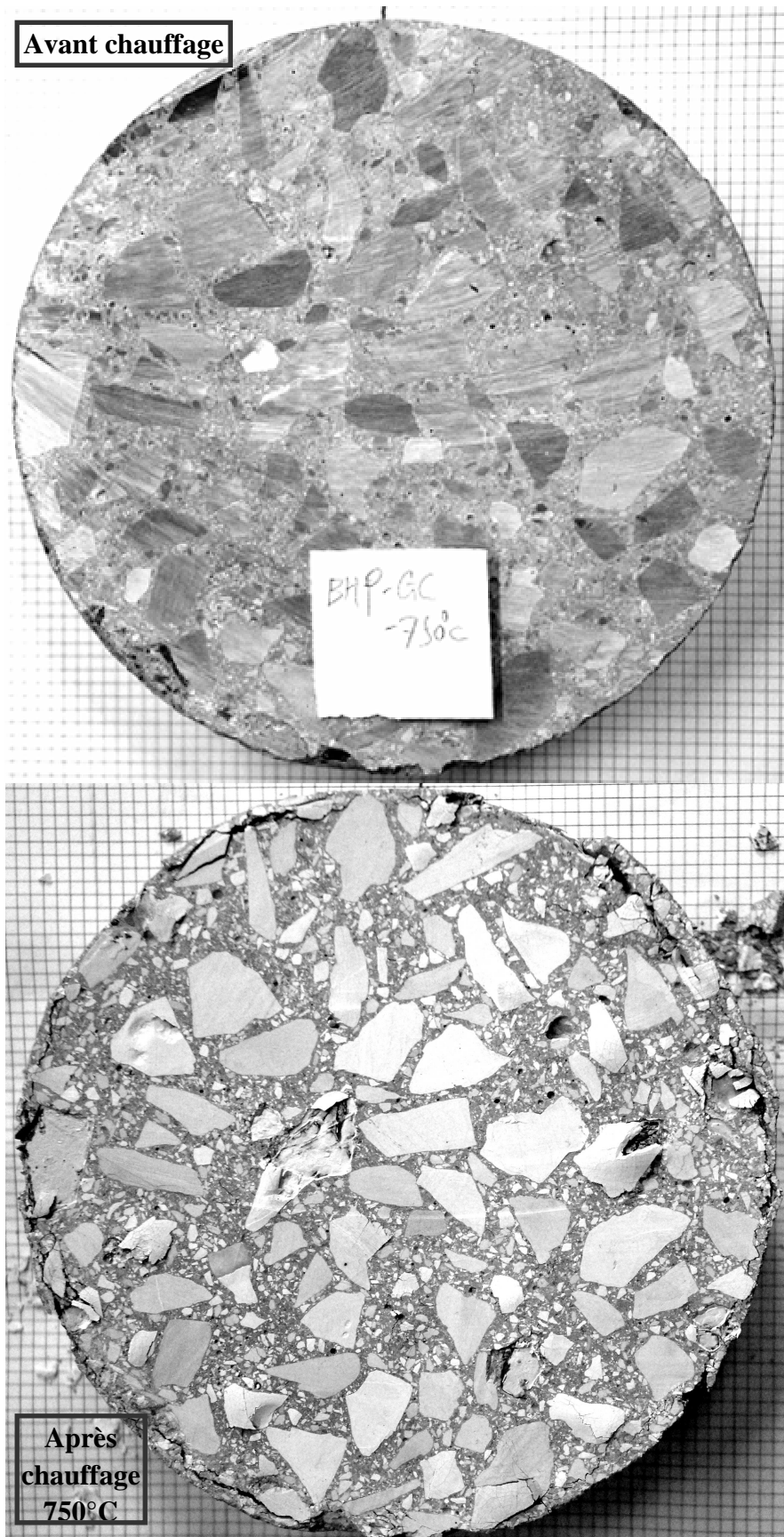


Figure annexe.3 : Dégradation du béton de granulats calcaires à matrice hautes performances (échantillons Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 750°C).

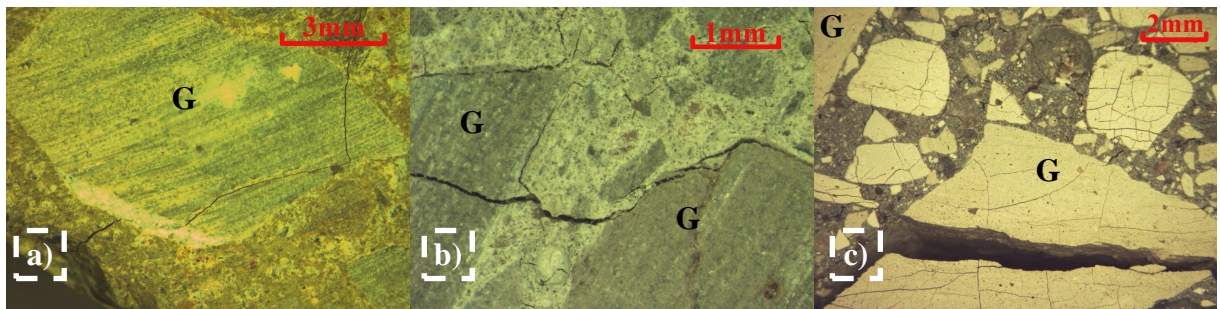


Figure annexe.4 : Observation microscopique de dégradation du béton de granulat calcaire à matrice hautes performances (éprouvette Ø16x5cm après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C). (G : granulat).

b) Béton à hautes performances de granulats silico-calcaire

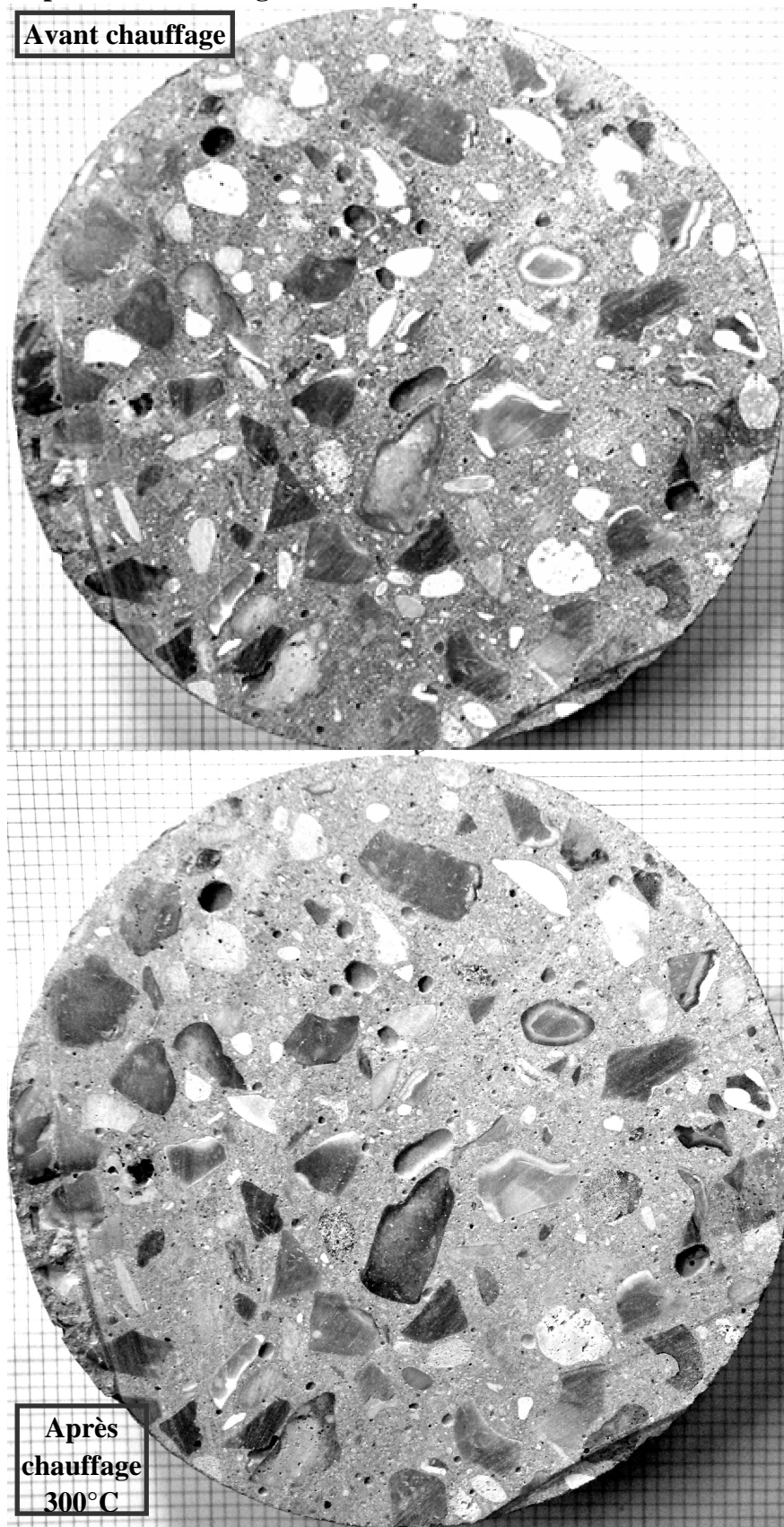


Figure annexe.5 : Dégradation du béton de granulats silico-calcaire à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 300°C).

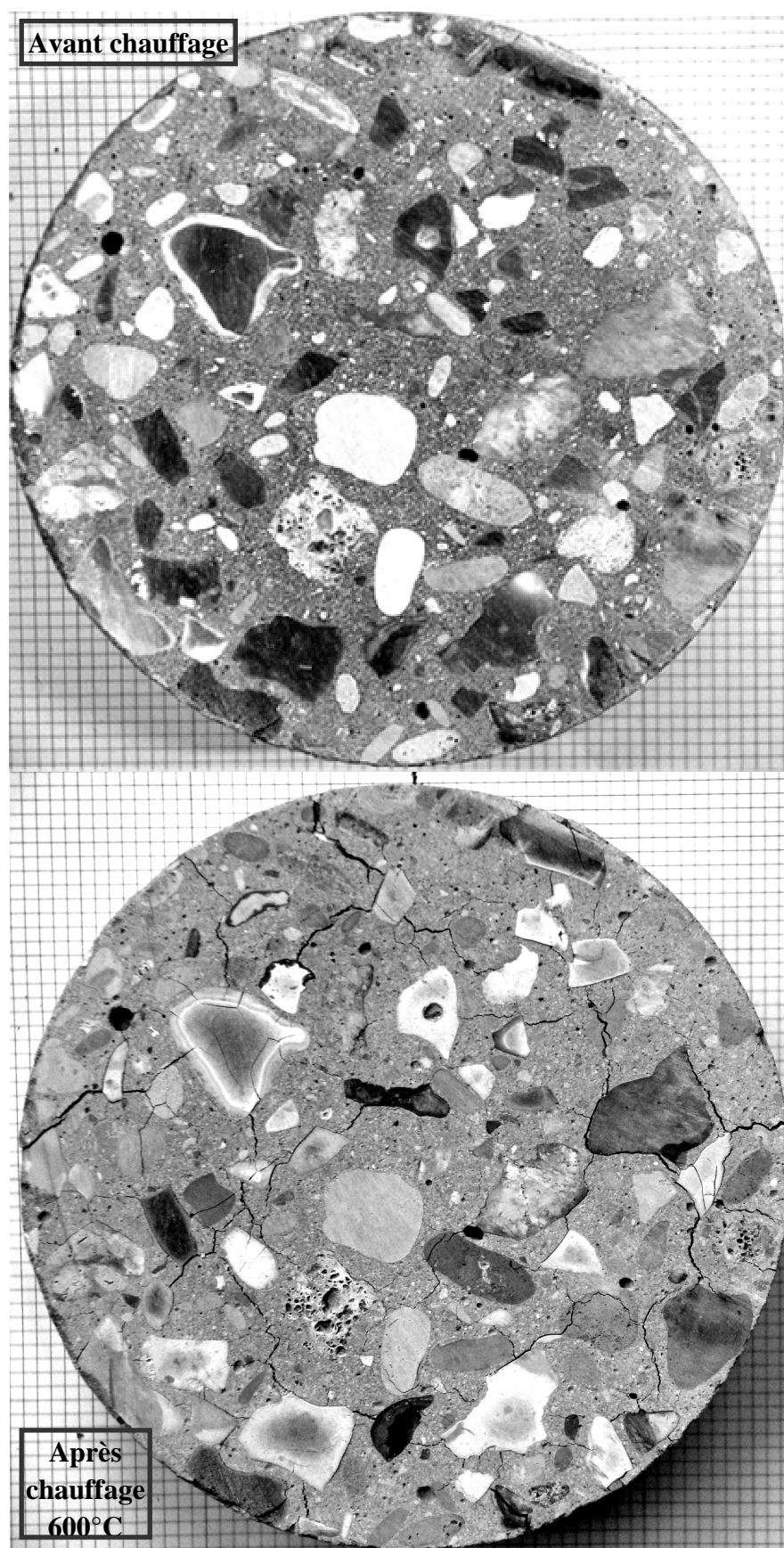


Figure annexe.6 : Dégradation du béton de granulat silico-calcaire à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 600°C).

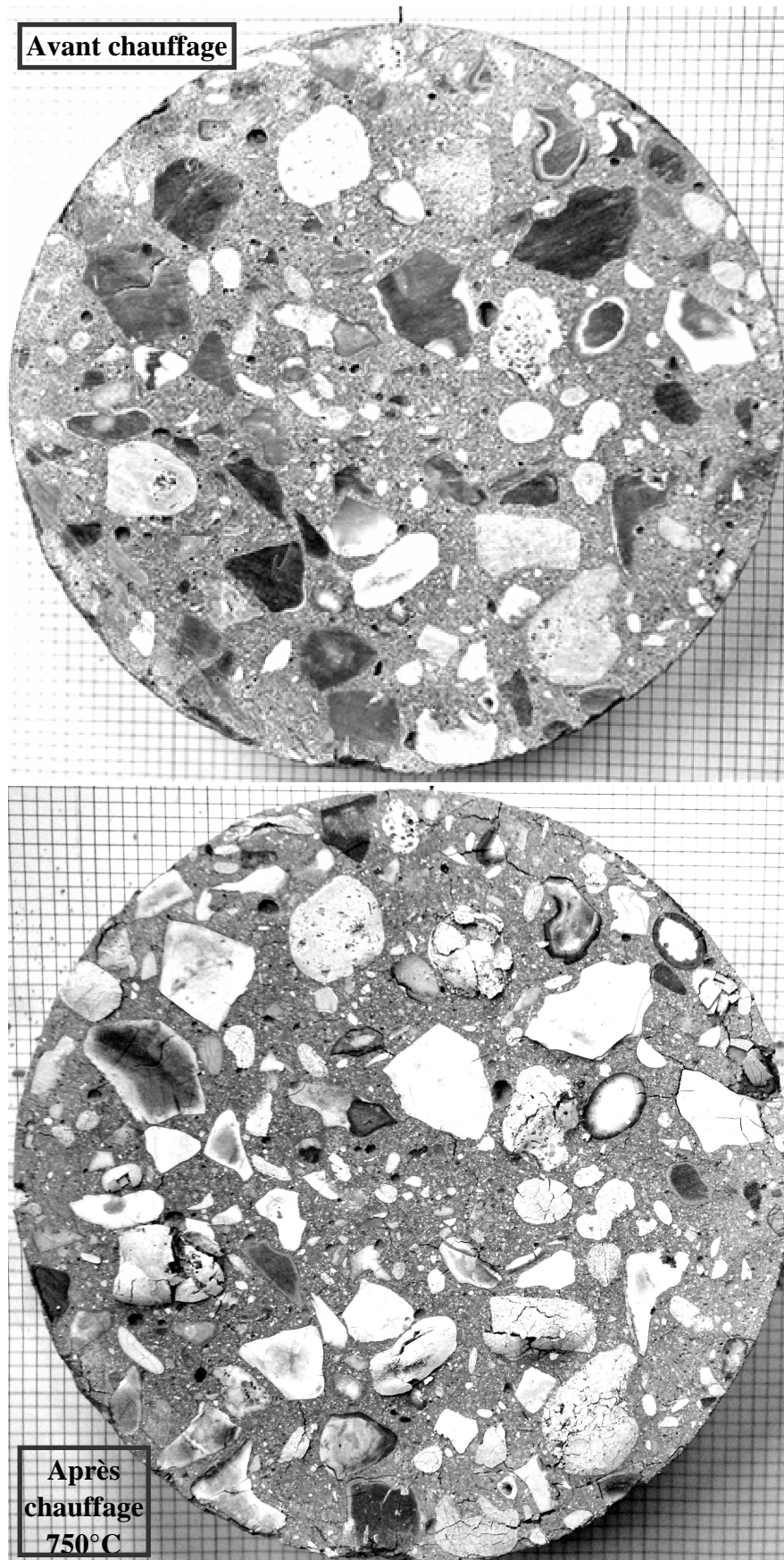


Figure annexe.7 : Dégradation du béton de granulat silico-calcaire à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 750°C).

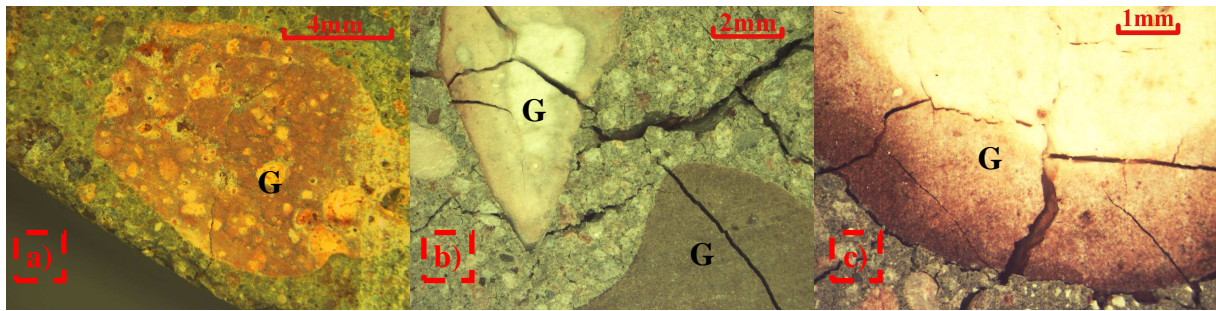


Figure annexe.8 : Observation microscopique de dégradation du béton de granulat silico-calcaire à matrice hautes performances (éprouvette Ø16x5cm après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C). (G : granulat).

c) Béton à hautes performances de granulat siliceux

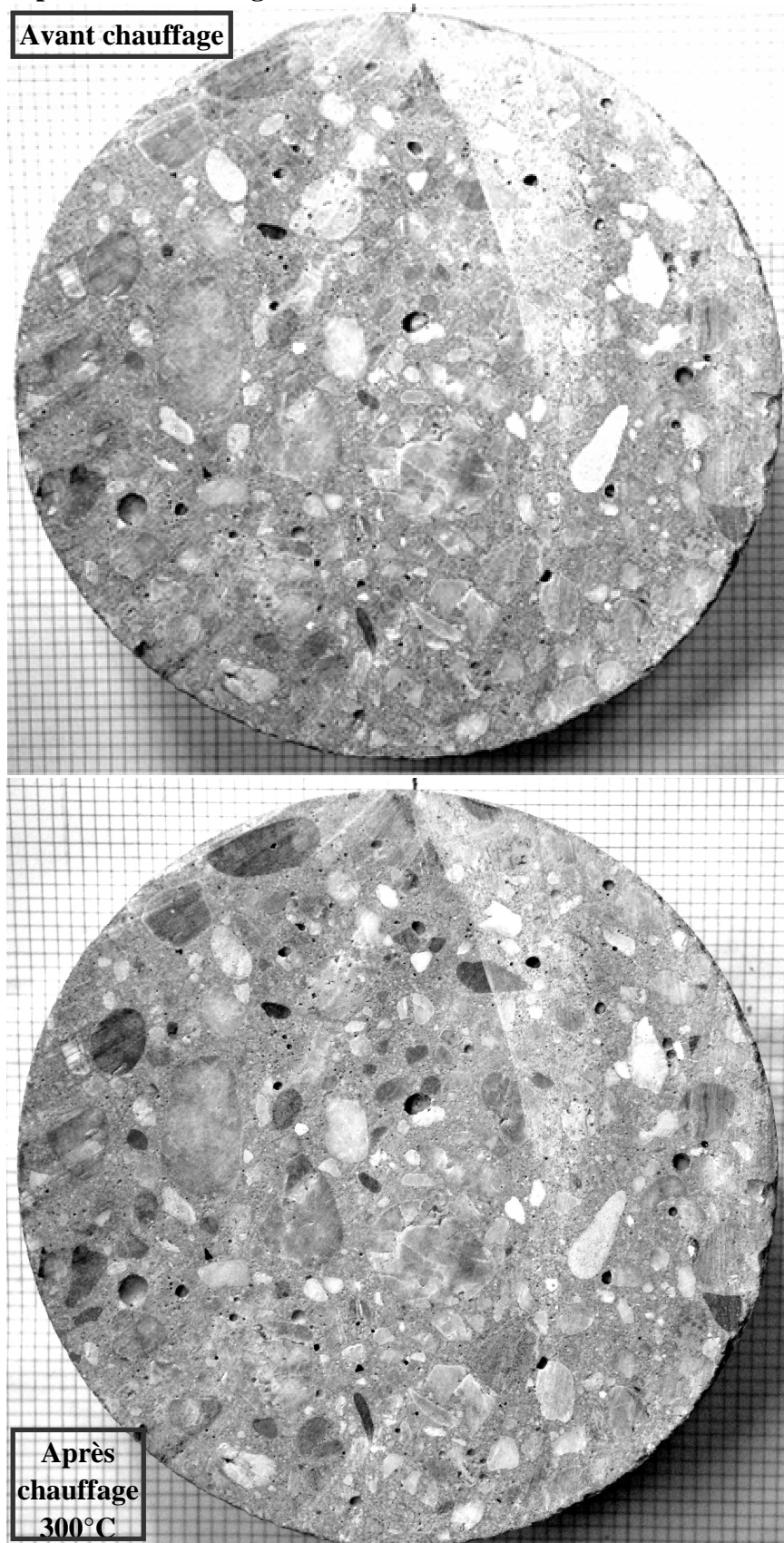


Figure annexe.9 : Dégradation du béton de granulat siliceux à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 300°C).

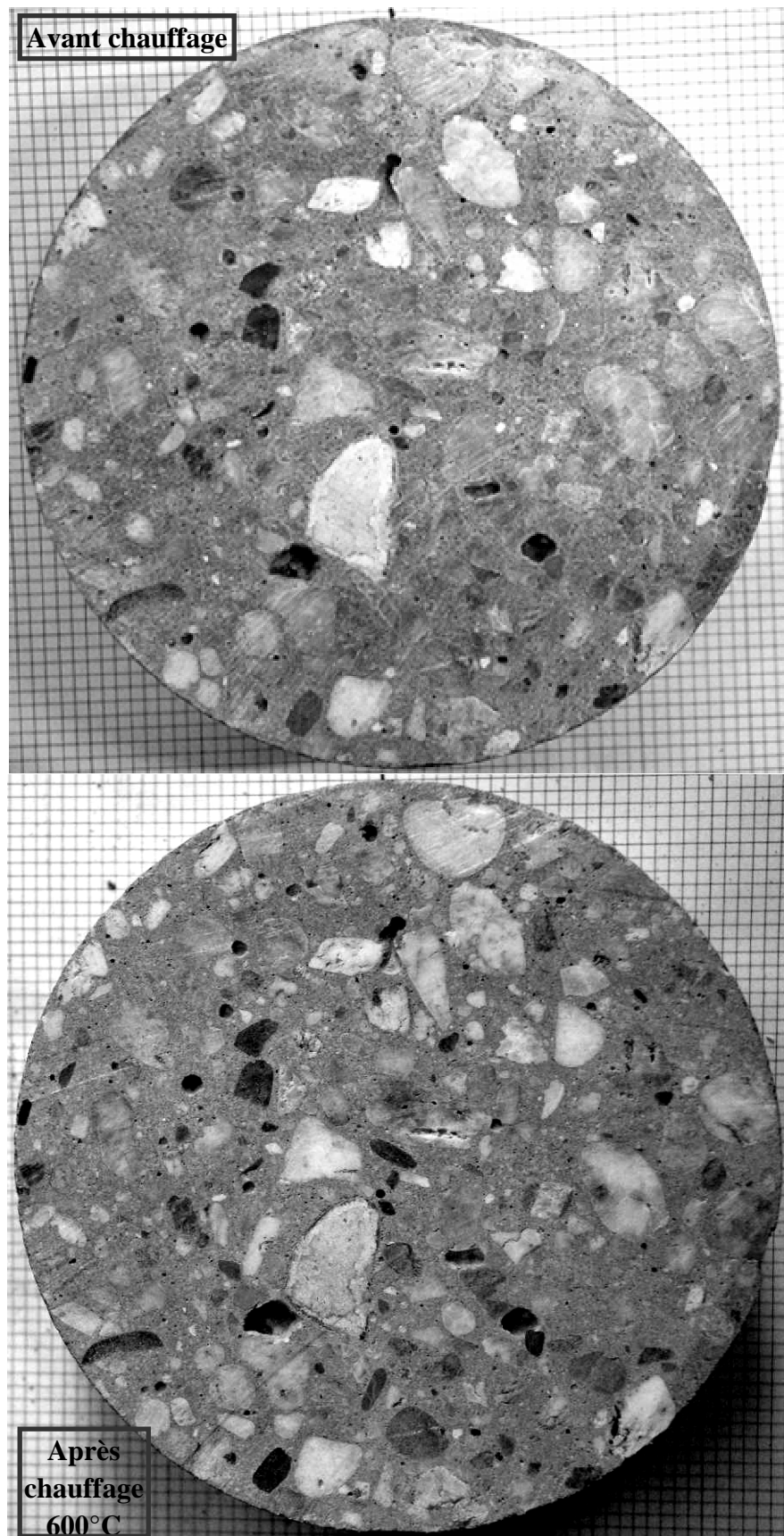


Figure annexe.10 : Dégradation du béton de granulat siliceux à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 600°C).

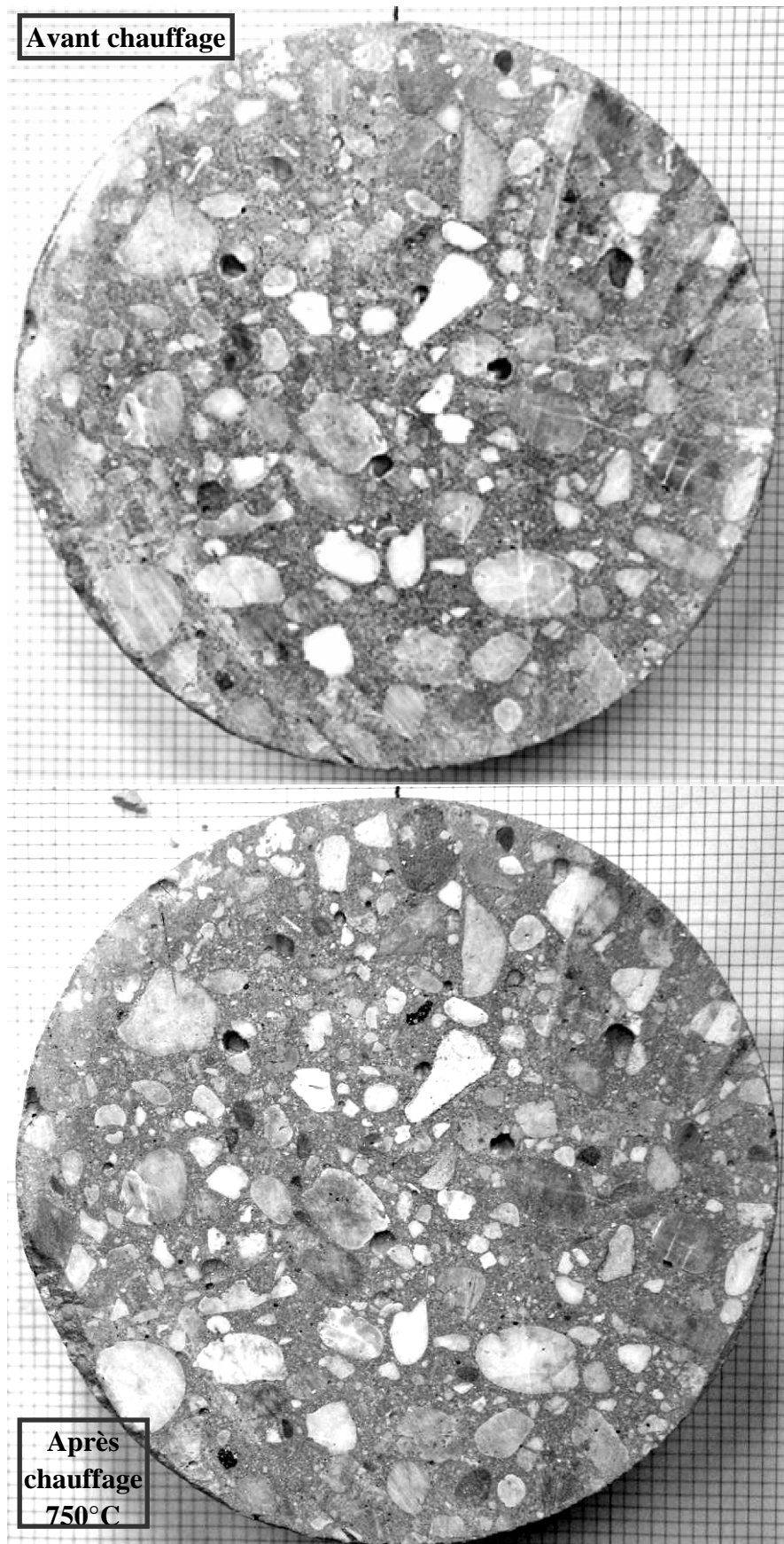


Figure annexe.11 : Dégradation du béton de granulat siliceux à matrice hautes performances (éprouvettes Ø16x5cm après le cycle de chauffage de 750°C).

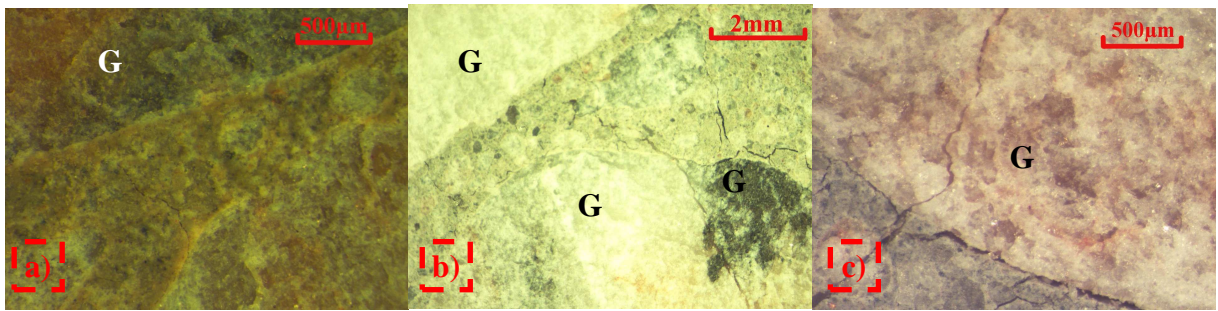


Figure annexe.12 : Observation microscopique de dégradation du béton de granulat siliceux à matrice hautes performances (éprouvette Ø16x5cm après les différents cycles de chauffage, a) 300°C, b) 600°C, c) 750°C). (G : granulat).