

UFR SCIENCES & TECHNIQUES CÔTE BASQUE
Université de Pau et des Pays de l'Adour
Licence Physique-Chimie

Etude de la durabilité des bétons soumis à de hautes températures

Valero florian

Stage effectué du 18 avril au 3 juin 2015 au SIAME,
Allée du parc Montaury, Anglet (64)
Sous la direction scientifique de Mme Perlot & Mme Carré



*"Le présent rapport constitue un exercice pédagogique qui ne peut en aucun cas engager la
responsabilité de l'Entreprise ou du Laboratoire d'accueil"*

Remerciements

Je tiens tout particulièrement à remercier, M. La BORDERIE de m'avoir accepté en tant que stagiaire au SIAME, ainsi que mes maîtres de stage Mme carré et Mme perlot pour leur disponibilité et leur soutien essentiel tout au long du stage.

Je remercie également toute l'équipe du SIAME qui m'a consacré du temps pour le bon déroulement du stage.

Sommaire

REMERCIEMENTS.....	3
SOMMAIRE.....	4
INTRODUCTION.....	5
I- Présentation générale.....	6
1. Le SIAME.....	6
2. Le métier de chercheur.....	6
II- Matériaux, Méthodes.....	7
1. Les bétons d'étude.....	7
2. Préparation des échantillons.....	10
a. <i>Programme expérimental.....</i>	<i>10</i>
b. <i>Carottage.....</i>	<i>10</i>
c. <i>Traitement thermique.....</i>	<i>11</i>
3. Méthodes de caractérisation.....	14
a. <i>Caractérisation microstructurale.....</i>	<i>14</i>
b. <i>Caractérisation des propriétés de transfert.....</i>	<i>16</i>
III- Résultats, exploitation et analyse critique.....	18
1) Caractérisation microstructurale.....	18
a. <i>Masse volumique apparente et porosité.....</i>	<i>18</i>
b. <i>Porosité mercure.....</i>	<i>20</i>
2) Caractérisation des propriétés de transfert.....	22
a. <i>Diffusion des ions chlorure.....</i>	<i>22</i>
b. <i>Absorption de l'eau par capillarité.....</i>	<i>23</i>
IV- Conclusions.....	24
Références.....	25
Annexe.....	26

Introduction

La durabilité du béton utilisé pour la construction caractérise sa capacité à conserver les fonctions d'usage pour lesquelles il à été conçu et ce, durant un temps au moins aussi long que la durée de vie prévue pour l'ouvrage. L'environnement est un paramètre important à prendre en compte, les influences externes telles que les intempéries ou les atmosphères chimiquement agressives (air marin en proximité de littoral) au même titre que les incendies, altèrent la durabilité des bétons. Cette dernière est essentiellement fixée par la nature des matériaux qui le composent et leur proportion et donc par sa composition chimique et sa microstructure. Lors d'une catastrophe telle qu'un incendie, un diagnostic post-incendie est nécessaire afin d'évaluer l'état de santé des bétons atteints. Durant ce stage j'ai donc évalué la variation de la durabilité de deux types de bétons après avoir été soumis à de hautes températures, des températures comparables à celle exercées lors d'un incendie. Pour cela, j'ai évalué le changement des caractéristiques microstructurales et de la capacité de transfert des bétons en fonction de la température à laquelle ils ont été soumis.

Ce rapport présente le travail de recherche que j'ai effectué au sein du SIAME du 18 avril au 3 juin 2016. Au sein des locaux de l'UPPA à Anglet, j'ai pu côtoyer le milieu des enseignants-chercheurs, ainsi que me familiariser à un environnement technique et expérimental afin de mener à bien mes diverses expérimentations.

J'exposerai en premier lieu dans ce rapport une présentation du laboratoire, de son équipe ainsi que du métier de chercheur. Ensuite dans une deuxième partie, je propose une explication détaillée des matériaux d'études suivie d'une présentation des méthodes de caractérisation utilisées. En guise d'ultime partie, un compte-rendu des résultats obtenus accompagné de leur analyse sera exposé.

I) Présentation générale

1) Le SIAME

Le laboratoire des sciences pour l'Ingénieur Appliquées à la Mécanique et au génie Electrique ou SIAME, a été crée en 2009 à partir de deux unités de recherche de l'université de Pau et des Pays de l'Adour : le laboratoire des Sciences appliquées au Génie Civil et au Génie côtier et le laboratoire Génie Electrique.

Le SIAME est sous la tutelle de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour et comporte deux équipes thématiques : l'équipe « Mécanique » et l'équipe « Génie Electrique ». Son effectif est de 46 personnes permanentes au 1^{er} janvier 2016.

Le SIAME occupe deux sites géographiques distants de 120 kilomètres : le campus d'Anglet et le campus de l'Université à Pau. Sa direction est assurée par M. Christian LABORDERIE et son directeur adjoint M. Jean PAILLOL ainsi que par les directeurs des équipes mécaniques et génie électrique.

Leur savoir-faire se divise en deux grandes sections :

- Modélisation et simulations numériques
 - Mécanique du solide, endommagement et fissuration des géomatériaux (bétons, roches, écoulements en milieux poreux, structures du génie civil.
 - Mécanique des fluides , compressible, incompressible, multiphasiques, hydrodynamique, aérodynamique, turbulence.
 - Electricité : milieux diélectriques, décharges, champs électromagnétiques.
- Expérimentations et caractérisations
 - Résistances mécaniques, couplages, perméabilité, caractérisation thermique
 - Décharges électriques, champs électriques pulsés, hautes tensions impulsionnelles.[1]

Durant mon stage, je faisais office au sein de l'équipe travaillant sur l'endommagement et la fissuration des géomatériaux.

2) Le métier de chercheur

Le but premier de mon stage était d'avoir un aperçu sur ce que représente le quotidien d'un chercheur, être conscient des différentes problématiques auxquelles il peut être confronté.

Ce que j'ai pu constater durant mon stage est que le chercheur conçoit et conduit des projets de recherche, il vérifie des hypothèses par des expérimentations. Ses résultats sont par la suite interprétés puis diffusés par différents moyens : conférences, publication d'article, séminaires. En effet, j'ai pu participer à une réunion du laboratoire lors de laquelle certains projets ont été présentés, le tout en compagnie de l'équipe du SIAME. Elles sont nécessaires pour la conservation du dynamisme du laboratoire. Ce dynamisme est maintenu par une entraide importante, le travail d'équipe met en commun les compétences de chacun pour faire avancer les recherches.

La maîtrise quasi-parfaite de l'anglais est obligatoire. Lors d'un travail bibliographique, une grande majorité des articles sont rédigés en anglais. Dans un contexte international, le chercheur doit pouvoir communiquer dans cette langue pour la diffusion de ses résultats.

Enfin, en plus d'être un habile communicant dans la langue de Shakespeare, le chercheur doit aussi avoir de solide compétence en Informatique (programmation, traitement de données, etc...). La maîtrise d'outils utilisant des techniques de pointes est également de rigueur.

Mes tutrices de stage, Hélène Carré ainsi que Céline Perlot ont dirigé plusieurs thèses et effectué des collaborations avec le CSTB (centre scientifique et technique du bâtiment) qui ont abouties à se poser la question de la durabilité (peu abordée par la communauté scientifique internationale).

II- Matériaux et méthodes

1) Les bétons d'étude

Il est important de préciser que les bétons sur lesquels j'ai porté mon étude ont été conçus un an auparavant, je n'ai donc pas assisté à leur fabrication. Il s'agira ici que d'une description générale des différents éléments constitutifs des bétons d'étude. La fabrication du béton nécessite du ciment, des granulats, de l'eau ainsi que des adjuvants. Voici pour commencer une présentation de la formation d'un de ces constituants, le ciment.

Fabrication du ciment : Les matières premières (calcaire 80% et argile 20%) sont extraites à partir de carrière puis concassées. S'en suit une étape de pré homogénéisation, il

s'agit là du mélange des matières premières pour obtenir un mélange homogène. Le mélange obtenu est ensuite passé dans un broyeur-sécheur afin d'obtenir le « cru » (matières premières réduites en poudre).

Le « cru » est disposé dans un four rotatif à 1450°C. A l'issue cette cuisson, le clinker est obtenu. Ce clinker accompagné de gypse et de divers produits d'addition, est broyé en une fine poudre (<100 µm) ce qui donne le ciment.

Les produits additionnels changent en fonction du ciment souhaité, il peut s'agir de laitier de haut fourneau (déchets solides provenant des opérations de traitement des minéraux métalliques), cendres volantes (particules non combustibles entraînées par les fumées lors de la combustion du charbon pulvérisé dans les chaudières des centrales thermiques), de calcaire ou bien de fumée de silice. En fonction du pourcentage de produits additionnels ajoutés, le ciment est classé selon différentes catégories.

■ Notation pour un ciment courant

CEM I	CEM II	CEM III	CEM IV	CEM V
Ciment Portland	Ciment Portland composé	Ciment de haut fourneau	Ciment pouzzolanique	Ciment composé

■ Les 3 classes de composition par notation de ciment

Les lettres A, B, C précisent la teneur en clinker des ciments courants

CEM I	CEM II / A	CEM III / A	CEM IV / A	CEM V / A
Pas de lettre : 95 à 100%	80 à 94%	35 à 64%	65 à 89%	40 à 64%
Complément = constituants secondaires.	CEM II / B	CEM III / B	CEM IV / B	CEM V / B
	65 à 79%	20 à 34%	45 à 64%	20 à 38%
	Complément = constituants autres que le clinker et éventuellement des constituants secondaires.	CEM III / C	Complément = D, P, Q, V, W et éventuellement des constituants secondaires.	Complément = cendres volantes siliceuses ou pouzzolanes et laitiers et éventuellement des constituants secondaires.
		5 à 19%		
		Complément = du laitier et éventuellement des constituants secondaires.		

■ Nature des constituants

Cette lettre caractérise la nature du (ou des) constituants principaux autres que le clinker - *TOC : Carbone Organique Total

L Calcaire dont le TOC* < 0,50% en masse	S Laitier granulé de haut fourneau	V Cendre volante siliceuse	P Pouzzolane naturelle	T Schiste calciné
LL Calcaire dont le TOC* < 0,20% en masse	D Fumée de silice	W Cendre volante calcaire	Q Pouzzolane naturelle calcinée	En présence de plusieurs constituants : M (-) = ciment Portland composé au... Exemple : M(S-LL) = ciment Portland composé au laitier et au calcaire.

Tableau 1 : Classification des ciments selon leur teneur en clinker et produits additionnels

Les bétons sur lesquels j'ai porté mes analyses contiennent des ciments de type CEM II/A-LL pour le premier et CEM III/A pour le second. Le ciment CEM II contient 85% de clinker, 12 % de calcaire et 3 % de constituant secondaires tandis que le ciment CEM III contient 54 % de clinker et 43 % de produits secondaires.

L'eau a pour fonction d'hydrater le ciment, mais elle augmente la porosité et diminue la résistance ainsi que la durabilité donc la quantité introduite doit être précise. Elle doit de plus être pure car l'on peut craindre l'action des éventuels composés qu'elle peut contenir. En effet, le ciment a tendance à flocculer lorsqu'il est en contact avec de l'eau, d'où l'utilisation d'adjuvants.

L'adjuvant utilisé ici est un super plastifiant. Leur rôle est de provoquer une défloculation des grains de ciment, en d'autres termes cela augmente sa fluidité et donc sa maniabilité. Cette molécule agit comme un dispersant, elle va séparer physiquement les grains de ciment en neutralisant temporairement les forces d'interaction agissant entre ces derniers. On l'ajoute à hauteur de 1% de la masse de ciment introduite.[2]

Ultime composé du béton, les granulats. Ceux utilisés sont des granulats concassés issus de l'exploitation des lits de rivières. Ils sont classés selon leur granularité, Le granulat est d'abord caractérisé par sa granularité, qui est la distribution dimensionnelle des grains, exprimée en pourcentage de masse passant au travers d'un ensemble spécifié de tamis. La mesure de la granularité se nomme granulométrie. De là, on déduit sa classe granulaire en termes de dimension inférieure (d) et supérieure (D) de tamis, exprimée par la dénomination d/D, des dimensions exprimées en millimètre.

Par exemple un granulat dont très peu de la masse passe au travers un tamis de 4 mm (d), et dont la majorité de la masse passe au travers d'un tamis de 12 mm (D), est dénommé : « granulat 4/12 ». [3]

Béton B40	Unité	B40-II	B40-III
Ciment (C)	kg/m ³	350	
Gravier calcaire 8/12.5mm	kg/m ³	330	
Gravier calcaire 12.5/20mm	kg/m ³	720	
sable 0/2	kg/m ³	845	
Eau	l/m ³	188	
Superplastifiant	% (C)	1	
Ratio eau/ciment		0.54	

Tableau 2 : Proportion des éléments constitutifs des bétons d'étude [4]

Les différents éléments pour la fabrication du béton sont mélangés puis introduits dans des moules de dimension 200 X 200 X 200 mm ou 200 x 200 x 100 mm.

2) Préparation des échantillons

a) Programme expérimental

Voici un tableau récapitulant le nombre d'échantillon à préparer en fonction de l'essai effectué. L'explication détaillée des essais sera faite dans la prochaine sous-partie.

Essai	Echantillons	Nombre B40-II	Nombre B40-III
Diffusion des ions chlorure	Cylindre : 110 X 50 mm	12	12
Absorption capillaire	Cylindres : 110 X 200 mm	12	9
Porosimétrie mercure	Petits morceaux		
Masse volumique	Mêmes cylindres que pour la diffusion	10	10

Tableau 3 : Programme expérimental

b) Carottage et rectification

Nous disposons de spécimens prismatiques de dimensions 200 x 200 x 200 mm et 200 x 200 x 100 mm, chacun de ces blocs étant soit de type B40 CEM II ou bien B40 CEM III. Dans l'optique de nos expérimentations, la toute première étape est de procéder à un carottage des blocs de béton à l'aide de l'appareil suivant (image 1).

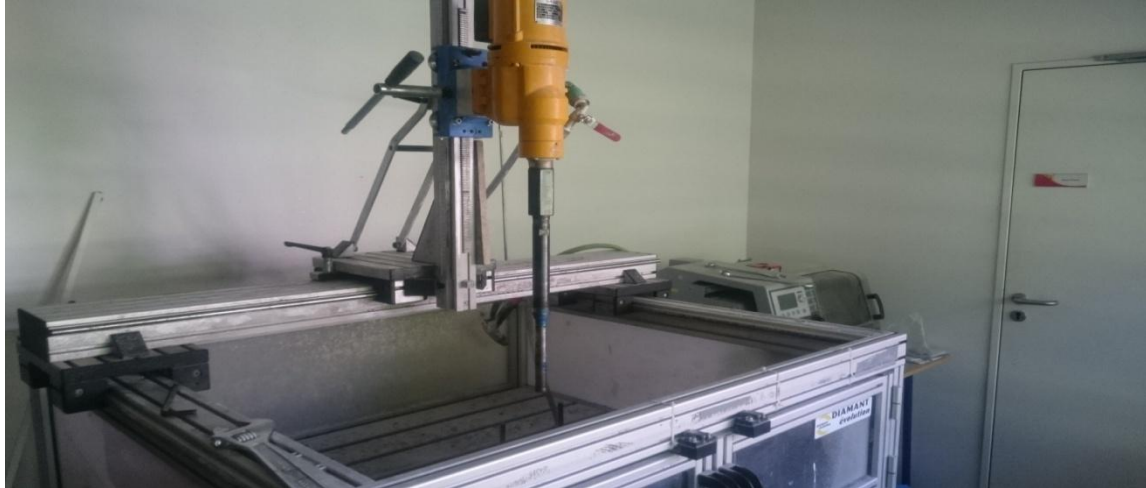


Image 1 : caroteuse

A cette caroteuse sera fixée une couronne en diamant de diamètre 11 cm, cette dernière est mise en rotation puis abaissée à vitesse constante pour venir prélever les échantillons utiles pour nos essais.

Il sera nécessaire d'effectuer une rectification des cylindres (ou éprouvette) de béton obtenus. Pour cela, nous utilisons une rectifieuse. Il s'agit d'un outil utilisant une meule permettant d'obtenir des extrémités planes et parallèles des éprouvettes. Le cylindre est d'abord fixé solidement sur un support, puis la meule avec un mouvement d'aller et retour vient enlever une épaisseur définie par la manivelle volant située en haut de l'appareil (voir image 2).



Image 2 : Rectifieuse

Pour une rectification idéale, il est important d'abaisser la meule d'une hauteur de 0.1 mm entre chaque allé et retour.

Ces rectifications seront faites sur les éprouvettes concernant les essais d'absorption capillaire ainsi que ceux pour la diffusion des ions Chlorure.

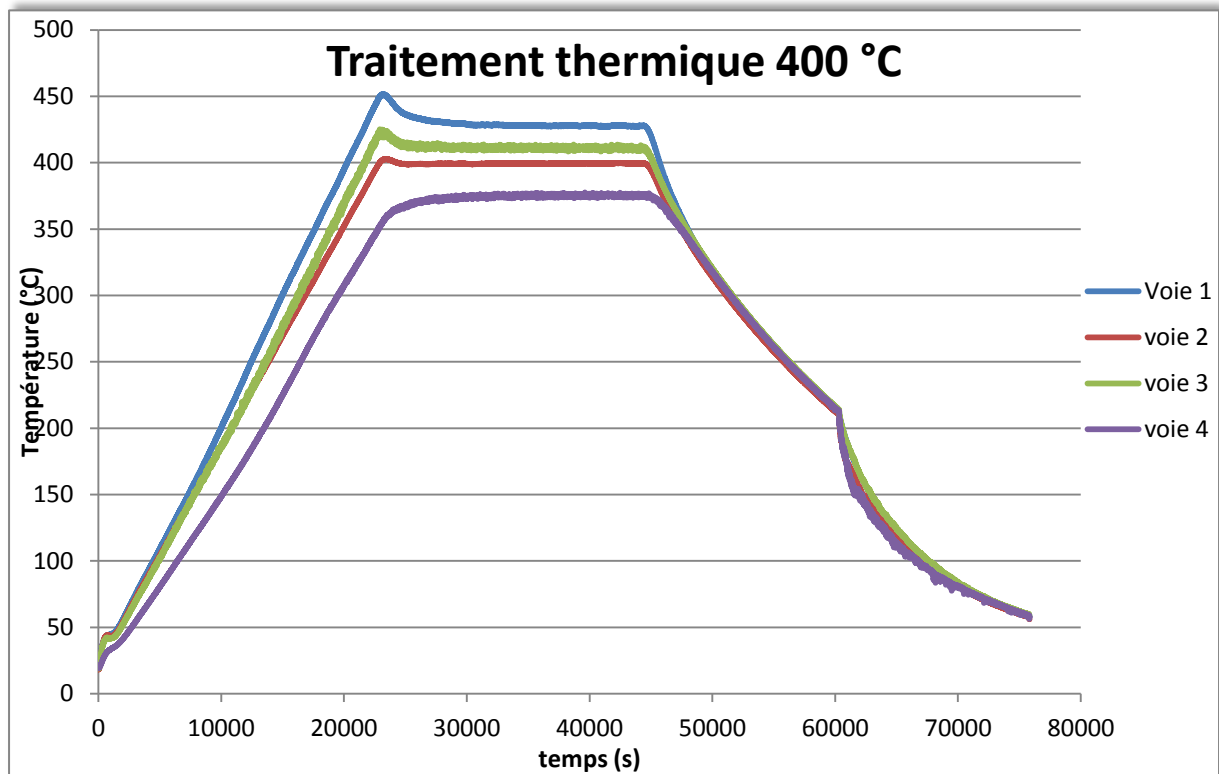
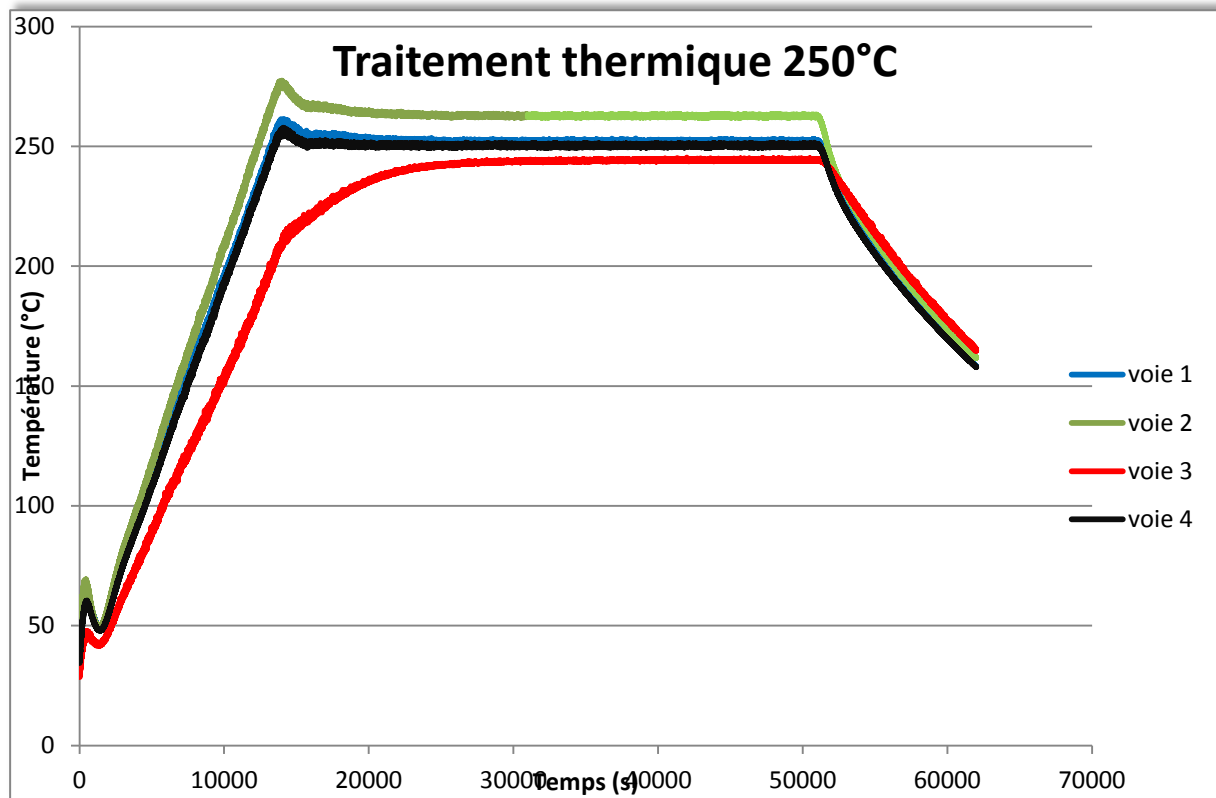
c) Traitements thermiques.

Une fois les éprouvettes prêtes, nous pouvons les soumettre au traitement thermique. Les températures d'étude seront 105°C, 250°C, 400°C et 600°C.

Chaque traitement thermique doit respecter une rampe et un palier de chauffage ainsi qu'un refroidissement bien spécifique au sein du four :

- Pour 600°C, chauffage (rampe) à 60°C par heure, maintien de la température à 400°C pendant 6 heures (palier) puis refroidissement jusqu'à température ambiante à 60°C/Heure.
- Pour 400°C, il s'agit du même chauffage
- Pour 250°C, rampe à 60°C par heure, Palier de 10 Heures à 250°C puis refroidissement jusqu'à température ambiante à 60° par heure.
- Pour 105°C, le schéma de chauffage est différent, il s'agira ici d'effectuer une pesée par jour jusqu'à obtention d'une masse constante autrement dit tant que $\frac{m_i - m_{i+1}}{m_{i+1}} < 0.001$ m_i étant la masse au jour i et m_{i+1} la masse au jour $i+1$. L'objectif étant de se débarrasser des traces d'eau restantes dans le béton.

Pour nous assurer que le chauffage programmé s'effectue dans les conditions demandées, nous avons reparti des thermocouples au sein du four. Ces thermocouples nous permettent un relevé à intervalle de temps fixe de la température imposée par le four. Voici les relevés pour les chauffages à 250, 400 et 600°C. Chacune des courbes correspond aux relevés thermiques d'un thermocouple.



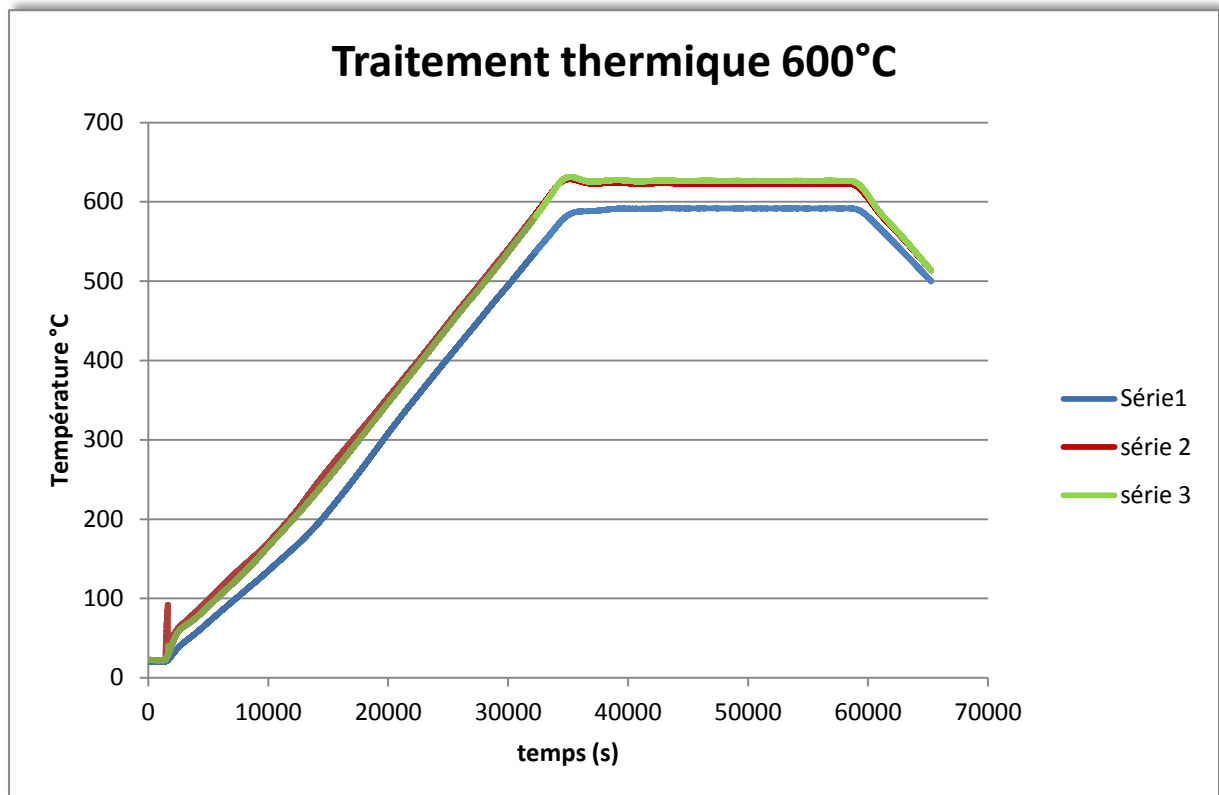


Figure 1,2,3 : Traitements thermiques aux températures respectives de 250, 400 et 600 °C

La température au sein du four n'est pas parfaitement homogène, des écarts de quelques dizaines de degrés sont observés. Au niveau de la pente de refroidissement, il est normal d'obtenir une courbe non-linéaire, l'inertie thermique des échantillons à l'intérieur du four entraîne ce changement de pente.

3) Méthodes de caractérisation

Mon analyse s'est axée sur la variation des caractéristiques microstructurales et de la capacité de transfert du béton après avoir été traité à de différentes températures.

a) Caractérisation microstructurale

Cette caractérisation se basera sur deux paramètres, la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible. Il est possible d'effectuer ces mesures par pesées hydrostatiques. Cette méthode évalue le réseau poreux connecté des matériaux en communication avec l'extérieur, soit directement, soit de proche en proche. [5]

Le protocole expérimental pour ces deux calculs est décrit dans **l'annexe 1**. Commençons par une explication du principe de mesure de la masse volumique apparente.

Le but pour cette mesure est de déterminer le volume de l'échantillon car :

$$\rho = \frac{M_{sec}}{V_{échantillon}} * \rho_{eau} \quad \text{unité (kg/m}^3\text{)} \quad (1)$$

Il s'agit maintenant de déterminer le volume de l'échantillon par pesée hydrostatique. Un objet dans l'eau subit la poussée d'Archimède : « Tout corps plongé dans un liquide reçoit une poussée verticale dirigée de bas en haut, égale à la masse du volume du liquide déplacé ». Etant donné que les corps d'épreuves furent mis en imbibition durant 24 h, la masse cherchée sera donc égale à la masse de l'objet imbibé pesé dans l'air diminué par la masse du liquide déplacé dans l'eau. On obtient : [4]

$$\rho = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} * \rho_{eau} \quad \text{unité (kg/m}^3\text{)} \quad (2)$$

Avec M_{sec} la masse en gramme du corps d'épreuve sec.

M_{air} la masse en gramme du corps d'épreuve imbibé pesé dans l'air.

M_{eau} la masse en gramme du corps d'épreuve immergé dans l'eau.

Etant donné que les corps d'épreuve de cet essai sont ceux ensuite utilisés pour la diffusion des ions chlorure, ils ont été mis en imbibition dans une solution contenant du NaOH et KOH de concentration respective 1g/L et 4.65g/L, solution de même composition que la solution amont (**voir annexe 2**)

La porosité accessible ϵ , exprimée en pourcentage de volume, est donnée par l'équation :

$$\epsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} * 100 \quad (3)$$

En guise de donnée supplémentaire, nous avons procédé à des tests de porosimétrie d'intrusion de mercure. Ces tests sont basés sur l'injection du mercure sous pression croissante dans le réseau poreux de nos corps d'épreuve. La faible tension superficielle de l'interface solide/mercure impose pour la pénétration de celui-ci l'application d'une certaine pression, fixée par le rayon d'entrée du pore.

La courbe de distribution capillaire obtenue est interprétée comme étant une quantité de pores pour une classe de rayons de pores donnée.

Voici la relation permettant la mesure du diamètre d'un pore.

$$d = \frac{4\mu \cos\theta}{p} \quad (6)$$

Avec :

p : pression d'injection du mercure

$\cos \theta$: angle de contact entre la goutte et la surface plane de matériau

μ : tension interfaciale entre le mercure et le matériau

Les diamètres des pores sont mesurés Les résultats concernant les tests de cette sous-partie seront présentés dans le III)

b) Caractérisation des propriétés de transfert

Dans le cadre de ce stage, nous nous sommes intéressés à deux propriétés de transfert, l'absorption capillaire et la diffusion des ions chlorure. Ce choix à été effectué afin de connaître l'évolution des propriétés physique des matériaux d'étude selon la température à laquelle ils ont été traités. La résistance à la pénétration d'agents agressifs pour le béton (ions chlorure) ainsi que la capacité du béton à absorber un liquide comme l'eau sont donc deux paramètres que nous étudierons.

L'essai de diffusion des ions chlorure consiste à appliquer une différence de potentiel à un corps d'épreuve disposé entre deux compartiments contenant en amont une solution enrichie en chlorure et à l'aval une solution sans chlorure. Des prélèvements sont effectués à intervalle de temps régulier, le titrage des prélèvements est effectué par titrage au nitrate d'argent $[\text{AgNO}_3] = 0,02 \text{ mol.L}^{-1}$, voir **annexe 2** pour la justification de ce choix de concentration.

On trace la courbe de variation de la quantité de chlorures restante dans le compartiment en amont en fonction du temps, la pente de la droite obtenue permet de déterminer le coefficient de diffusion effectif $D_{\text{e, cl}^-}$. Le mode opératoire concernant cet essai sera exposé en **annexe 2**. Pour obtenir le coefficient de diffusion, il est nécessaire de calculer le flux d'ions chlorures à travers le corps d'épreuve. On l'obtient à l'aide la formule suivante.

$$J_{\text{cl}^-} = \frac{p \cdot V}{S} \quad (5)$$

Avec :

p étant la pente de la courbe de variation de la concentration en ion chlorure exprimée en $(\text{mol. m}^{-3} \cdot \text{s}^{-1})$

V : Volume de la solution amont (m^3)

S : surface du corps d'épreuve exposée à la solution amont (m^2)

J_{cl^-} : Flux de chlorure quittant le compartiment amont. $(\text{mol} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2})$

Le coefficient effectif des ions chlorure D_{cl^-} ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) se calcule selon la relation :

$$D_{\text{cl}^-} = \frac{R \cdot T \cdot J_{\text{cl}^-}}{C \cdot F \cdot E} \quad (6)$$

Avec :

R : constante des gaz parfaits ($8.314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

T : Température de l'essai (K)

F : constante de Faraday ($96500 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$)

E : Champ électrique ($\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$)

L'essai concernant la mesure de l'absorption d'eau par capillarité consiste à mesurer la masse d'eau absorbée par une éprouvette de béton. Les appareillages et protocole de mesure seront présentés en **annexe 3.** [6]

L'expression des résultats se fera à l'aide de la relation suivante : C_{abs}

$$C_{\text{abs}} = \frac{M_i - M}{A} \quad (6)$$

Avec :

M_i : Masse initiale de l'éprouvette (kg)

M : Masse de l'éprouvette à une échéance donnée

A : Surface de contact entre l'éprouvette et l'eau (m^2)

III- Résultats, exploitation et analyse critique

1) Caractérisation microstructurale

a) Masse volumique apparente et porosité

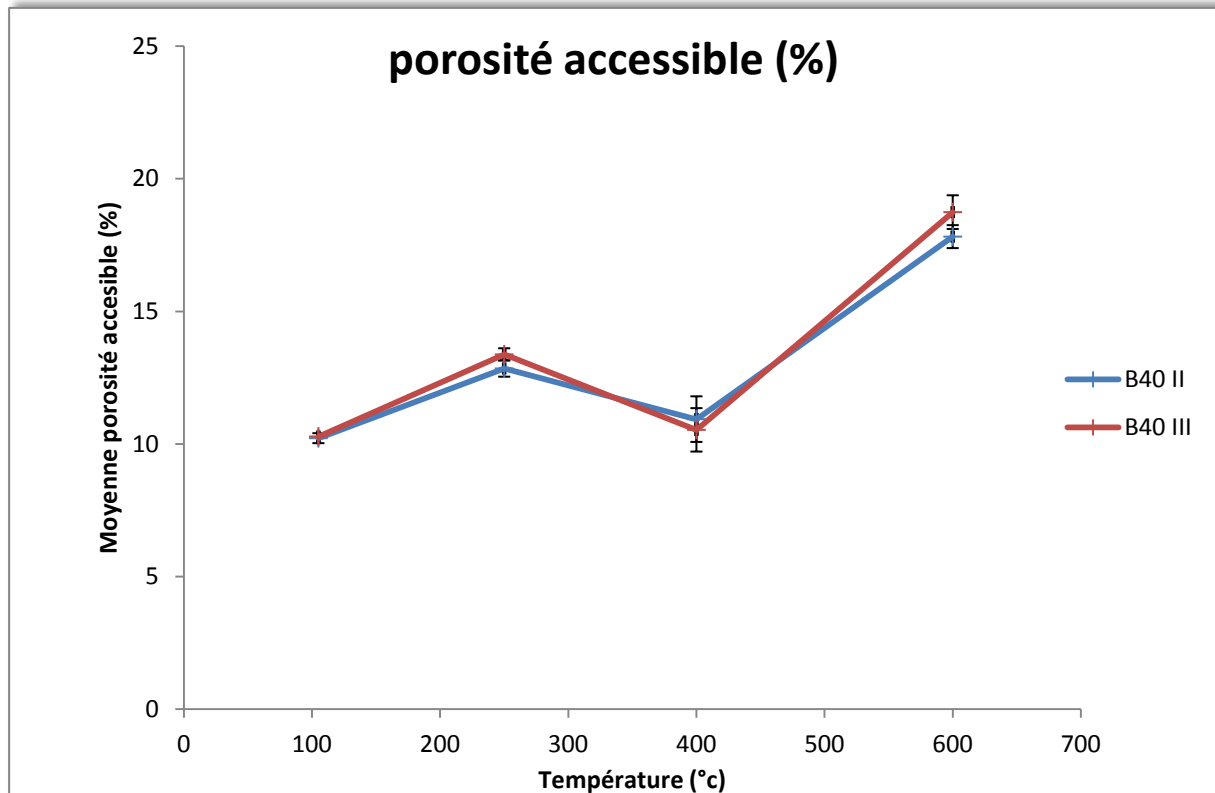


Figure 4 : porosité accessible

Interprétations :

Les résultats obtenus sont erronés pour la mesure à 400°C. En temps normal, le béton voit sa porosité accessible s'accroître avec l'augmentation de la température à laquelle il a été traité. Après concertation avec M. Carré, nous en avons conclu que l'origine de ces résultats était due au protocole expérimental que nous ne pouvions respecter, le chauffage étant mis hors de cause ayant été bien effectué par le four. En effet, la norme (voir annexe 1) impose que nous mettions les corps d'épreuve en imbibition sous vide durant 24 h, ce qui n'a pas été fait faute de matériel adéquat. Les corps d'épreuve ont simplement été mis en imbibition durant 48 h. On peut donc émettre l'hypothèse qu'une simple imbibition sans variation de pression ne permet pas une pénétration complète du liquide d'imbibition dans les pores accessibles.

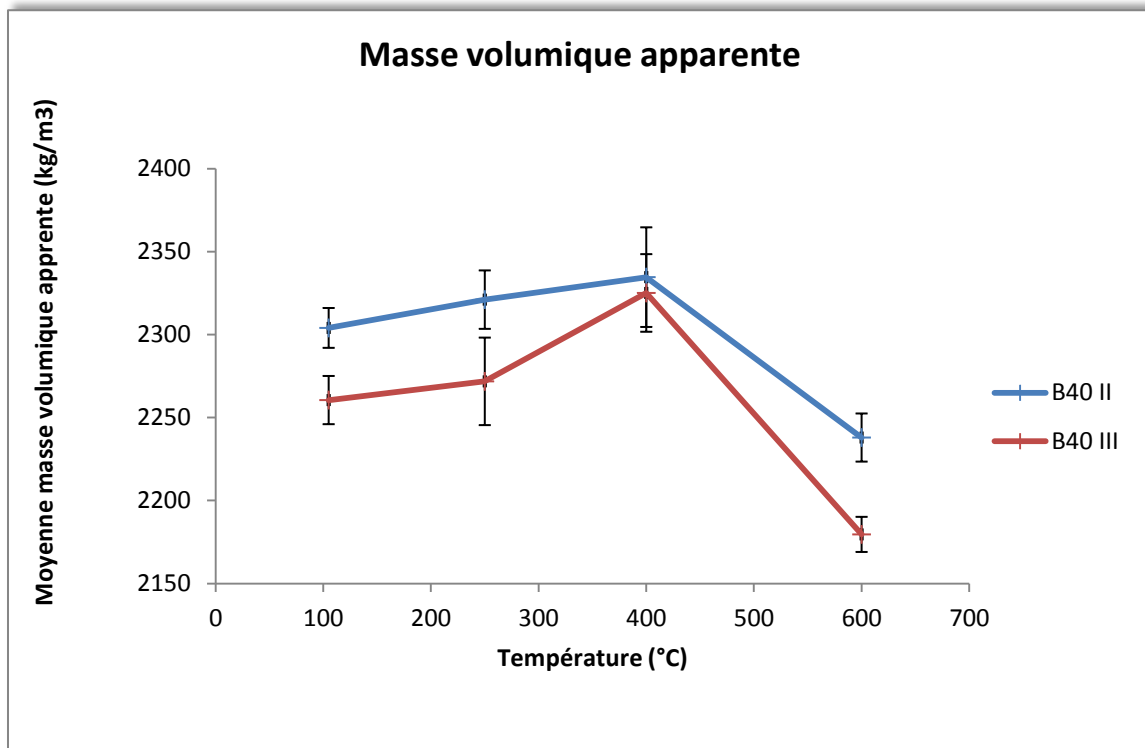


Figure 5 : Masse volumique apparente

Les résultats obtenus sont encore plus erronés pour le calcul de la masse volumique mais c'était prévisible étant donné que les résultats obtenus en figure 4 et 5 sont issus du même essai.

Pour chacune des températures d'études, les mesures se sont portées sur 6 éprouvettes de 5 cm, 3 éprouvettes de type B40 CEM II et 3 de type B40 CEM III. Chaque point des figures 4 et 5 représentent la moyenne de la caractéristique étudiée. Les incertitudes de mesures sont déterminées en calculant l'écart-type des valeurs obtenues pour les trois éprouvettes.

Malgré les résultats obtenus nous pouvons tout de même conclure, d'après les résultats obtenus, que la masse volumique du béton B40 CEM II est supérieure à celle du B40 CEM III. Sachant que la porosité du type III est supérieure (en excluant le point à 400°C) ce résultat est cohérent étant donné que plus le matériau est poreux plus sa densité diminue en considérant un même volume donné.

b) Porosité mercure

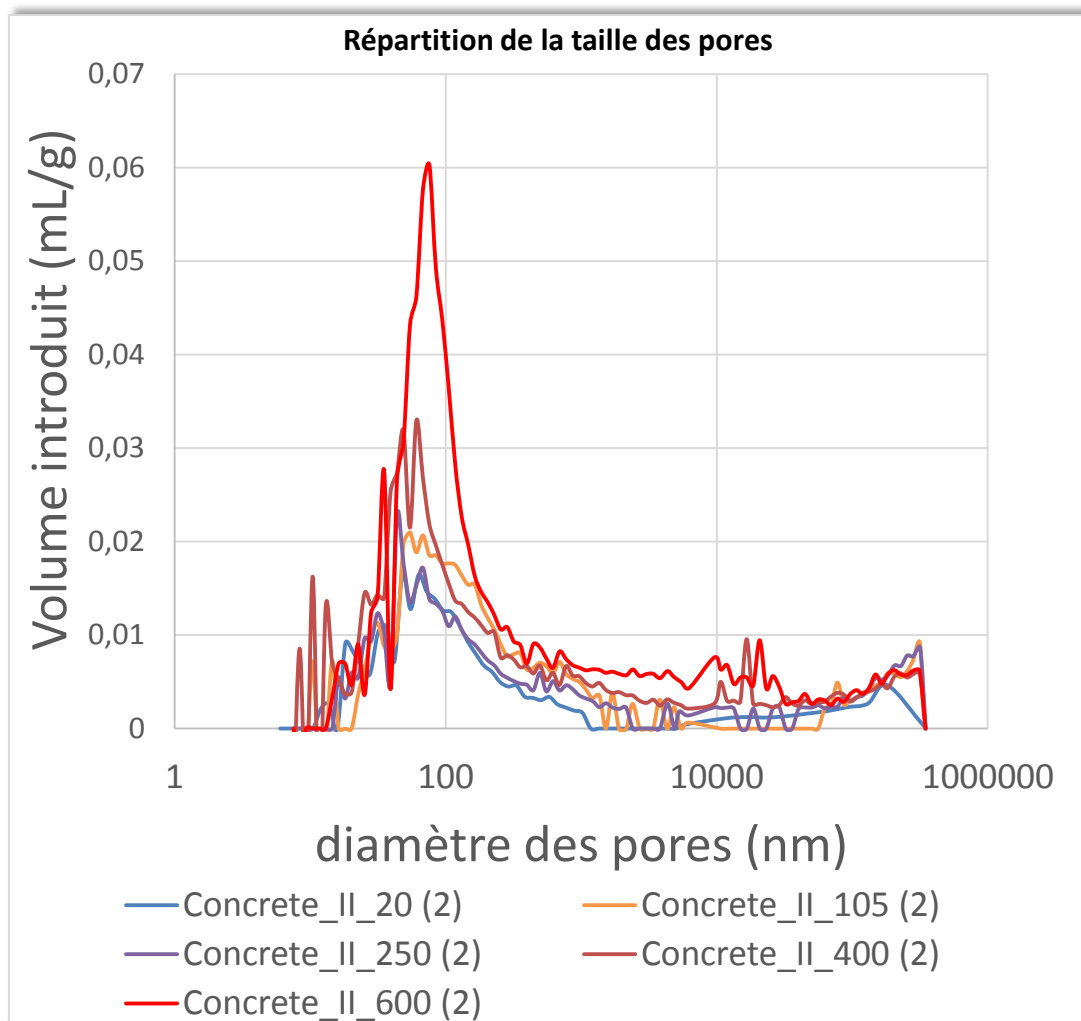


Figure 6 : distribution porosimétrique CEM II

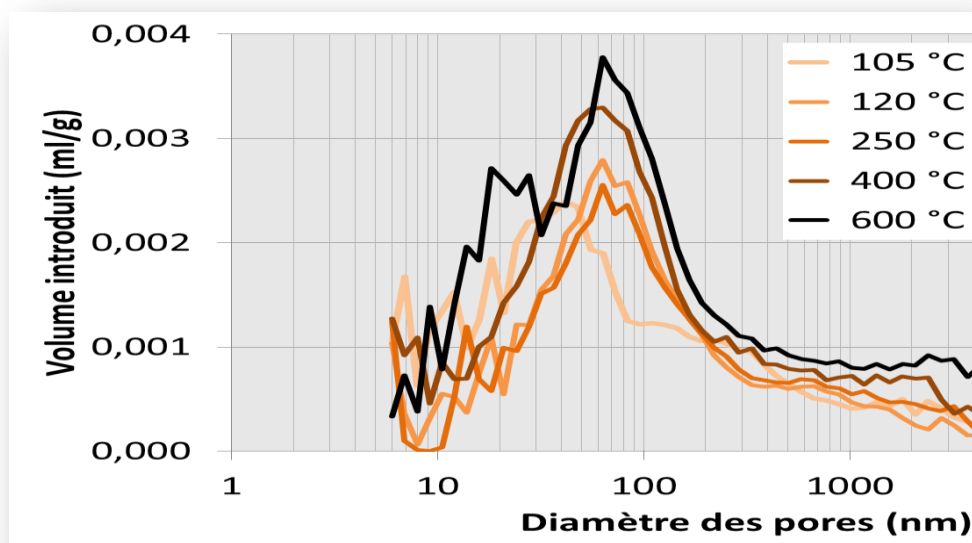


Figure 7 : distribution porosimétrique B40- CEM III[7]

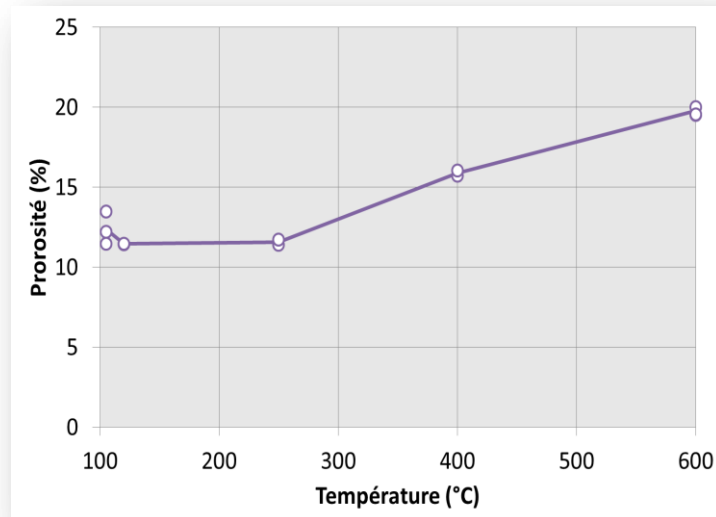


Figure 8 : porosité B40-CEM III[7]

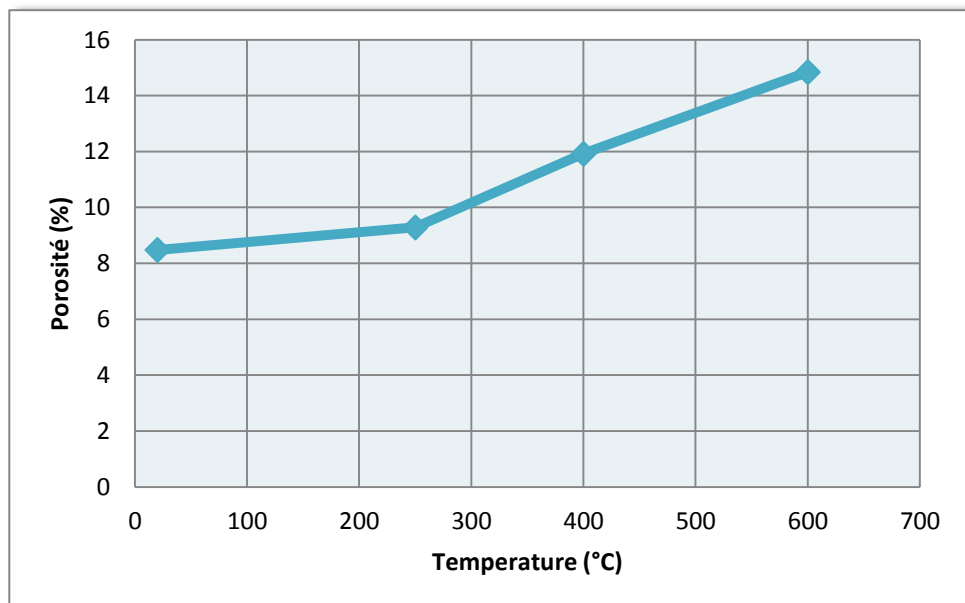


Figure 9 : porosité B40-CEM II

Ces mesures ont été effectuées par M. Joao MENDES, habilité à manipulé le mercure. La figure 7 est issue du rapport sur la durabilité des bétons soumis à de hautes températures mené par Hélène Carré, Céline Perlot, Atef Daoud et Bassem Aidi.

Observations et interprétations :

Dans la figure 6 tout comme la figure 7, nous constatons un pic aux alentours de 100 nm. Avec l'augmentation de la température de traitement, la hauteur du pic augmente cela signifie que le quantité de micropore (~ 100 nm) augmente avec la température.

Au niveau de la porosité, nous pouvons remarquer que celle du B40 III est plus importante que celle du B40 II et ça peu importe la température. Cela confirme les résultats obtenus avec l'expérimentation précédente c'est-à-dire que le B40 III possède un pourcentage de porosité plus important que le B 40 II

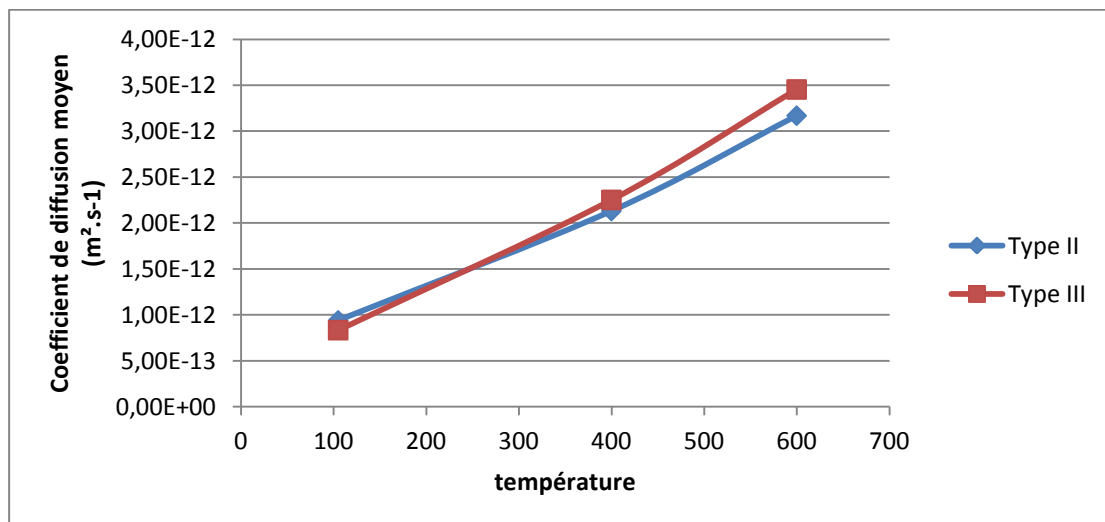
Les deux essais décrits dans cette sous-partie sont complémentaires, si la véracité des résultats de la première expérience est douteuse, la seconde a permis leur confirmation.

2) Caractérisation des capacités de transfert

a) Diffusion des ions chlorure

La durée du stage étant trop juste afin de procéder à l'essai à 250°C, uniquement les résultats de la diffusion des ions chlorure avec éprouvettes traités à 105°C, 400°C et 600°C seront présentés. Les graphiques correspondant sont présentés en **(annexe 4)**. Pour cet essai, 6 échantillons sont utilisés pour chaque température, 3 éprouvettes de type B40 CEM II et 3 de type B40 CEM III, pour plus de clarté nous les nommerons A,B et C pour chacun des types de béton.

Les concentrations calculées à partir des prélèvements nous permettent à l'aide des formules (4) et (5) de calculer le coefficient de diffusion D_{cl^-} de chaque éprouvette de béton. Dans le graphique ci-dessous est représenté la moyenne des coefficients de diffusion des échantillons A,B,C de chacune des température.

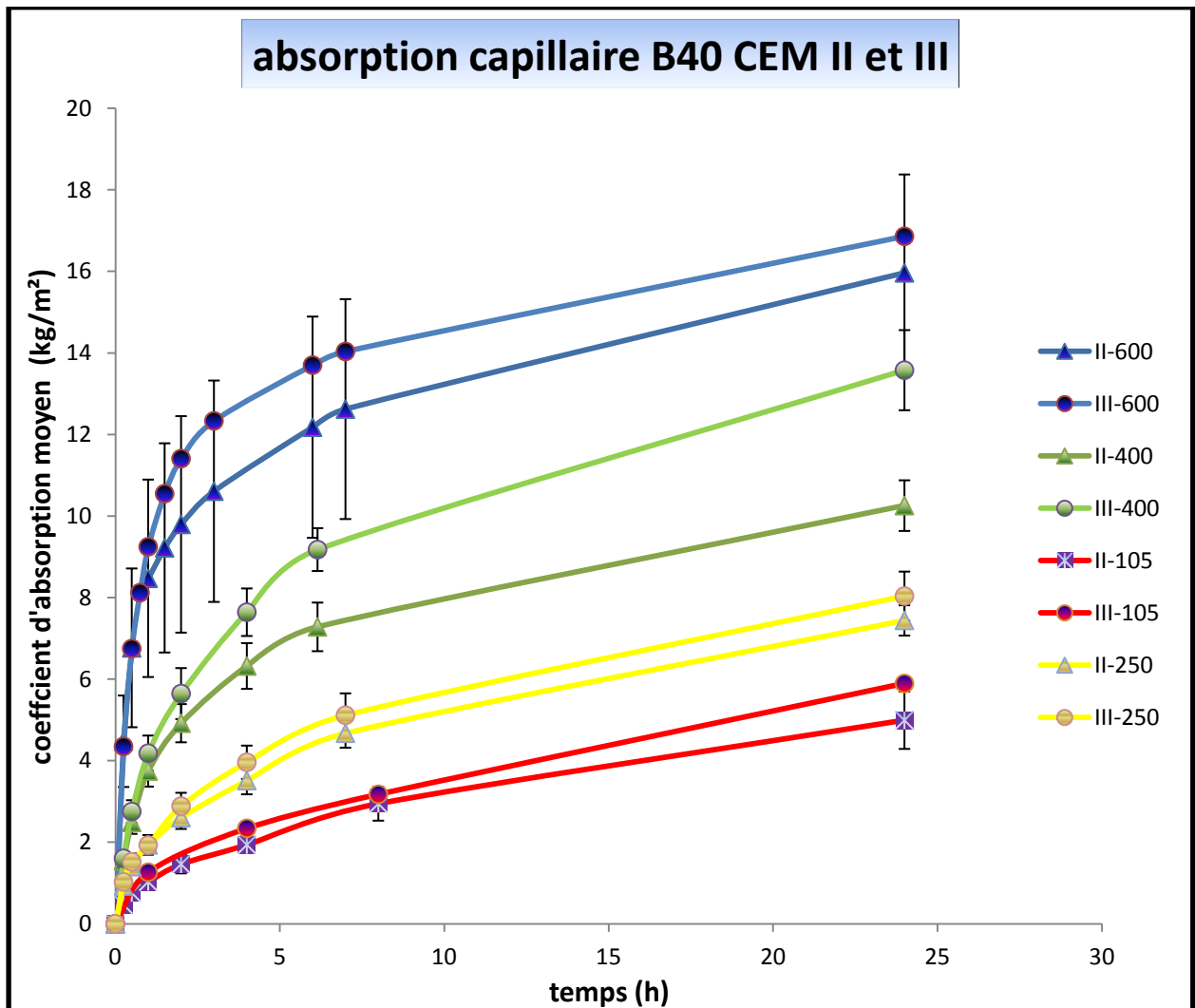


Avec l'augmentation de la température, le transfert des ions chlorure à travers le béton devient plus prononcé pour les deux types de bétons. Sur deux des trois moyennes de diffusion, le coefficient est plus important dans le cas du béton de type III. On ne peut réellement établir de conclusion quant à la plus faible perméabilité aux ions chlorure du béton de type III par rapport à celle du béton de type II étant que le nombre d'essai réaliser

n'est pas suffisant mais nous pouvons émettre l'hypothèse que ce soit le cas. L'essai avec éprouvette traitées à 250° permettrait de conforter cette hypothèse.

b) Absorption de l'eau par capillarité

Chaque essai d'absorption capillaire, à été réalisé avec 6 éprouvettes de hauteur 20 cm , 3 de type II et 3 de type III. Pour chaque série d'essai la formule (6) est utilisée en suivant le protocole décrit en **annexe 3**.



Observations :

L'augmentation de la température de traitement induit une augmentation du coefficient d'absorption. Pour toutes les températures, le béton de type III à un coefficient plus fort que le béton de type II.

Interprétations :

Le réseau du béton ayant été modifié, cela le rend plus propice à absorber l'eau, la porosité plus importante du béton de type III entraine un coefficient d'absorption plus fort pour le béton de type III.

IV- Conclusion

La modification structurale entraînée par l'augmentation de la température de traitement se traduit par une augmentation de la porosité des bétons II et III de la température. Cette augmentation en % de porosité entraîne une augmentation de leur capacité de transfert. La microstructure conditionne donc les phénomènes de transfert aux travers des matériaux d'étude.

Les résultats concernant la porosité sont en corrélation avec ceux concernant la diffusion des ions chlorure (en attente de résultats supplémentaires) et ceux de l'absorption par capillarité, en effet la porosité calculée étant plus élevée pour le béton de type III, nous avons eu confirmation de cet aspect par les résultats obtenus sur les caractéristiques de transferts du béton de type III.

Nous pouvons en conclure que le béton de type III possède une capacité de transfert plus importante que celle du béton de type II peu importe la température de traitement, cela signifie que la durabilité du béton de type III est plus faible que celle du béton de type II en prenant les caractéristique étudiées.

Références

- [1] www.hceres.fr
- [2] cours de madame carré pour explication fabrication du béton, 2013-2014
- [3] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Granula>
- [4] MIAH Md Jihad, Behaviour of Concrete at High Temperature: Spalling and Transient Thermal Strain (TTS), CSTB, 2015
- [5] Caractérisation matériau sain, cours madame carré
- [6] Compte-rendu des journées techniques " méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité", INSA Toulouse 1997
- [7] Durabilité des bétons soumis à de hautes températures, H.Carré, C.Perlot, B.Aidi, A.Daoud, 2015

Annexe 1 : protocole expérimental pour la détermination de la porosité accessible à l'eau (Ref AFP- AFREM durabilité des bétons) [6]

Voici le protocole qui n'a pas été suivi à la lettre lors de mon stage faute de matériel adapté.

Dans le cadre du mode opératoire pour ces essais, voici quelques définitions utiles qui lui sont applicables :

Masse volumique apparente : Rapport de la masse sèche d'un corps d'épreuve de béton à son volume apparent, exprimé en kilogramme par mètre cube.

Volume apparent : Somme des volumes de matière solide des pores ouverts et des pores fermés dans un corps poreux.

Pores ouverts : Pores accessibles à l'eau dans l'essai décrit.

Pores fermés : Pores qui ne sont pas pénétrés par le liquide d'immersion lors de l'essai.

Porosité accessible à l'eau : rapport du volume total des pores ouverts dans un corps poreux à son volume apparent. Elle s'exprime en pourcentage du volume apparent.

Porosité fermée : Rapport du volume total des pores fermés dans un corps poreux à son volume apparent. Elle s'exprime en pourcentage du volume apparent.

Porosité totale : Rapport du volume des pores ouverts et des pores fermés au volume apparent du produit, exprimé en pourcentage.

Son principe est une détermination par pesée des éléments suivants : la masse apparente d'un corps d'épreuve de béton après immersion dans un liquide (M_{eau}) avec lequel il a été imprégné sous vide, la masse dans l'air libre (M_{air}) alors qu'il est encore imbibé de liquide puis masse du corps d'épreuve sec (M_{sec}). A partir de ces valeurs nous pouvons déterminer par le calcul la masse volumique apparente et la porosité accessible au liquide d'imbibition.

Le mode opératoire d'effectue en suivant les étapes suivantes :

- Placer le corps d'épreuve dans un récipient étanche. Une fois le récipient fermé, faire le vide jusqu'à ce que l'on atteigne une pression constante de 25 mbars ; maintenir ce vide pendant au moins 4 h. Pour s'assurer que le dégazage des corps d'épreuve soit terminé, déconnecter le récipient de la pompe à vide et vérifier à l'aide d'un manomètre que la pression ne remonte pas dans le corps d'épreuve. Reconnecter le récipient à la pompe à vide et introduire le liquide d'imbibition progressivement de façon qu'après 15 min, le corps d'épreuve soit recouvert d'environ 20 mm d'eau. Maintenir cette pression réduite pendant 20 h à 20° environ.
- Une fois les échantillons extrait du récipient, il s'agit maintenant d'effectuer la pesée hydrostatique, le corps d'épreuve est disposé dans le crochet se trouvant dans le bac

rempli d'eau. Nous obtenons à la suite de cette pesée M_{eau}



Image 3 : balance hydrostatique

- La détermination de la masse du corps d'épreuve imbibé dans l'air se fait après extraction de l'eau, il faut l'essuyer rapidement à l'aide d'une éponge afin de se débarrasser des gouttelettes et du film superficiel d'eau, le but étant de ne pas retirer l'eau des pores. Peser immédiatement le corps d'épreuve après cette opération. M_{air} est déterminé.
- La détermination de la masse sèche (M_{sec}) se fait soit directement après sortie du four pour les corps d'épreuve soumis à une température de 250°C, 400°C et 600°C ou après passage à l'étuve à 105°C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées successives, avant et après séjour de 24 h à l'étuve ne diffèrent pas de plus de 0.1%.

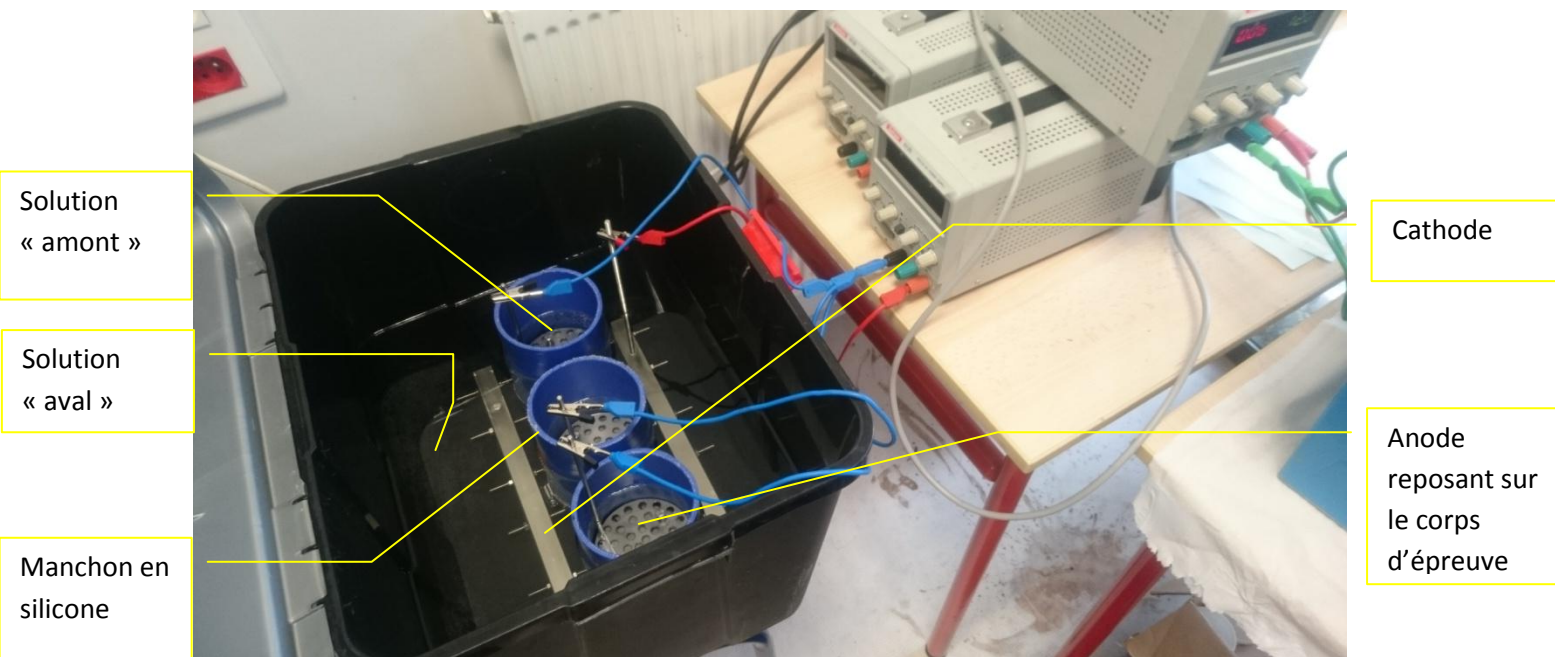
Annexe 2 : protocole expérimentale pour la diffusion des ions chlorure

Image 4 : dispositif de diffusion des ions chlorure

L'équipement nécessaire à cet essai est le suivant :

- Une anode (grille de 100 mm de diamètre en acier inoxydable)
- Une cathode (plaque sur laquelle repose les trois manchons en silicone)
- Un générateur de tension continue stabilisée
- Tube en silicone (ou manchon) de 110 mm de diamètre et de longueur 150 mm
- Pincettes crocos et fils
- Pied à coulisse pour mesurer les corps d'épreuve

Pour le déroulement de cet essai, il est nécessaire de calculer la hauteur moyenne de chaque échantillon ainsi que son diamètre moyen. La détermination de la hauteur sera utile pour le calcul du champ électrique imposé ($V \cdot m^{-1}$) et le diamètre moyen pour calculer la surface moyenne de contact avec la solution amont (solution chlorée). Pour cela, nous ferons la moyenne de 10 mesures hauteurs ainsi que celle de 4 mesures de diamètre pour chaque corps d'épreuve.

S'en suit ensuite la préparation des solutions « aval » et « amont », la première sera utilisée comme solution support, possédant un $pH=13$ environ elle est constituée de $[NaOH]=1g/L$ et $[KOH]=4.65 g/L$ et d'eau déminéralisée, la seconde possède les mêmes constituants avec en plus du $NaCl$, $[NaCl]=12g/L$. La solution amont sera celle qui reposera dans les manchons de silicone, au dessus du corps d'épreuve. La différence de potentiel exercée entre l'anode et la cathode engendrera le passage des ions chlorure de la solution amont chargés négativement à travers le corps d'épreuve, ils dirigeront direction vers la cathode de potentiel positif.

Afin de s'assurer que le passage des ions chlorure se fasse uniquement via la différence de potentiel exercée, il est nécessaire de rendre le dispositif étanche. Pour cela, nous plaçons un collier de serrage autour du manchon en silicone et au niveau du corps d'épreuve puis on dépose un fin cordon de mastic (silicone marin) à la jonction entre le manchon et la périphérie du corps d'épreuve. Le mastic permet d'assurer une parfaite étanchéité de par et d'autre des deux faces latérales du corps d'épreuve.

Une fois toutes ces étapes effectuées, nous pouvons lancer l'essai (voir image : *dispositif de diffusion des ions chlorure*).

Après lancement, les prélèvements sont effectués quotidiennement. Ils sont effectués à l'aide d'une micropipette de capacité fixée à 1 mL, puis entreposés dans des gobelets en polyéthylène.

Etant donné le grand nombre de prélèvements à doser, nous avons utilisé un titrateur.

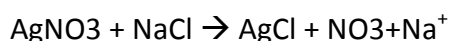


Image 5 : titrateur automatique

Cet appareil mesure la différence de potentiel de la solution en fonction du volume de solution titrante déversée. Il calcule le volume équivalent selon la position du saut de potentiel mesuré. Si l'opérateur en a besoin, le logiciel traitant les données peut convertir le volume équivalent en unité qu'il le souhaite.

Pour effectuer les dosages nous avons utilisé du nitrate d'argent (AgNO_3) de concentration 0.02 mol.L^{-1} pour doser les ions chlorure. Ce choix a été conditionné pour obtenir un volume équivalent aux alentours de 10 mL, cela permet donc à l'appareil de calculer le volume équivalent plus précisément.

La réaction de dosage est la suivante :



Dans la solution amont la concentration massique $[\text{NaCl}]_m = 12 \text{ g/L}$

La concentration molaire est de $\frac{[\text{NaCl}]}{M(\text{NaCl})} = 0.205 \text{ Mol.L}^{-1}$

A l'équivalence : $[\text{NaCl}] \times V_{\text{NaCl}} = V_{\text{AgNO}_3} \times [\text{AgNO}_3] \rightarrow [\text{AgNO}_3] = \frac{[\text{NaCl}] \times V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} =$

$$= \frac{0.205 \times 0.001}{0.01} = 0.02 \text{ mol.L}^{-1}$$

(V_{NaCl} = 1 mL volume prélevé dans la solution amont).

Annexe 3 : protocole expérimental pour la mesure d'absorption par capillarité

A l'issu du carottage et du traitement thermique, on applique une résine sur la surface latérale des éprouvettes de hauteur 20 cm. Cette résine est non-poreuse et perméable à l'eau pour s'assurer que l'eau ne pénètre uniquement par la face en contact avec l'eau. Plusieurs couches sont appliquées. Une fois les éprouvettes prêtes, elles sont disposées dans le bac (voir image ci-dessous). Les éprouvettes sont immergées dans l'eau sur une hauteur maximale de 3 mm à l'aide de cales, un trait de jauge est également placé pour que l'opérateur puisse vérifier que le niveau de l'eau reste constant.

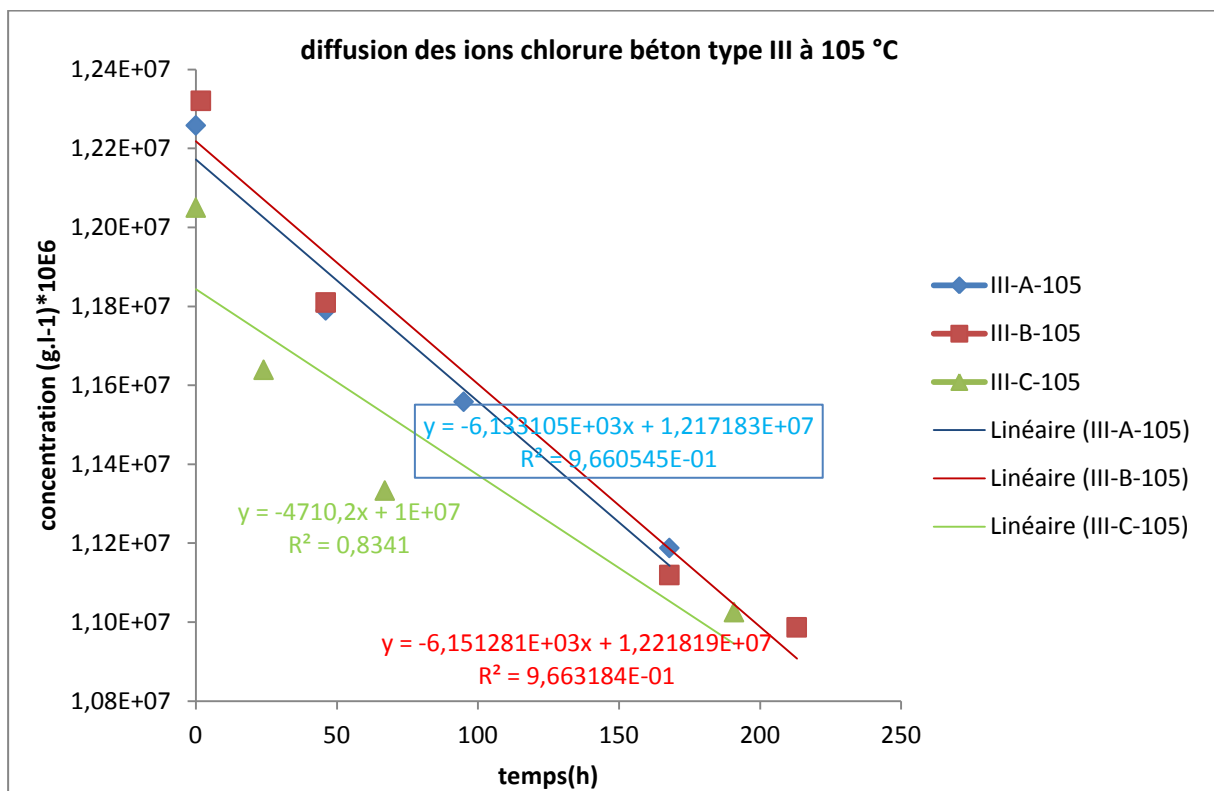
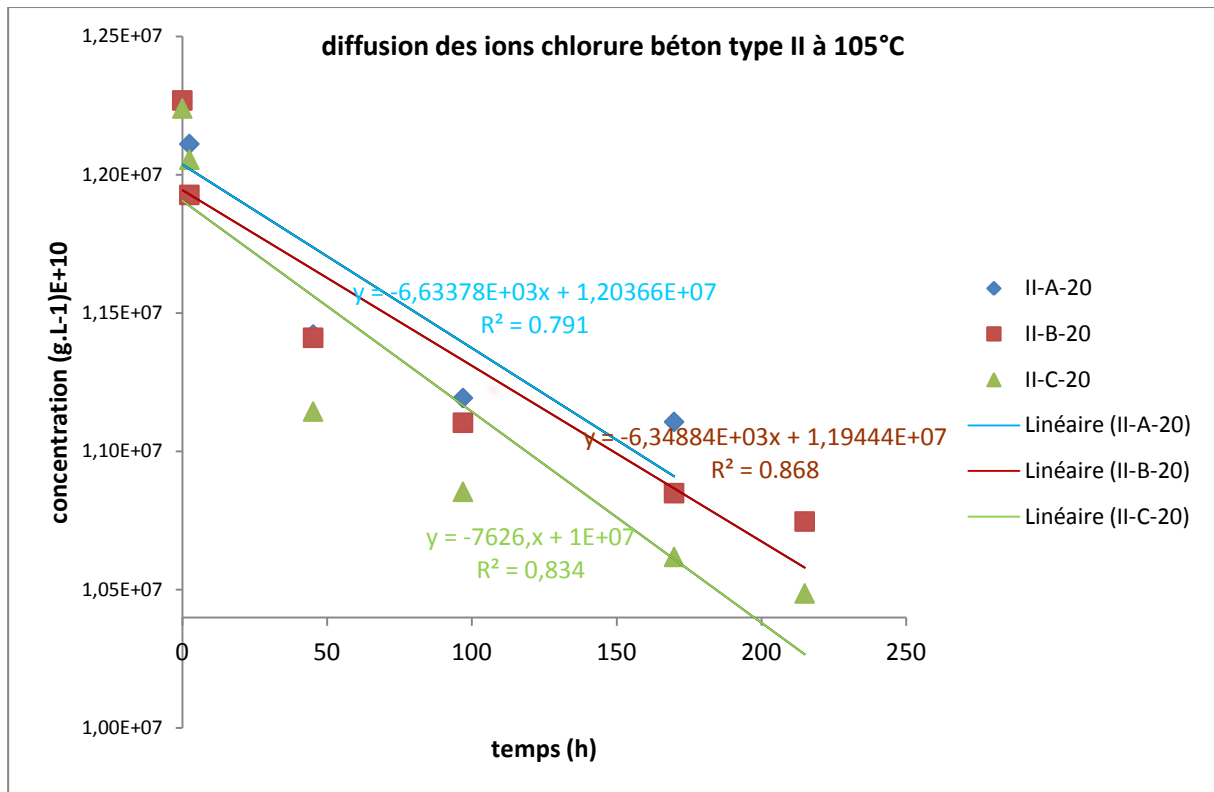
A chaque échéance, les éprouvettes sont sorties du récipient, essuyées à l'aide d'une éponge, pesées puis replacées dans le récipient. L'échéance entre chaque pesée est variable, cela dépend de la température à laquelle l'éprouvette a été traitée, l'idéal étant de faire un maximum de mesures dans les premières heures car la saturation en eau est vite atteinte.



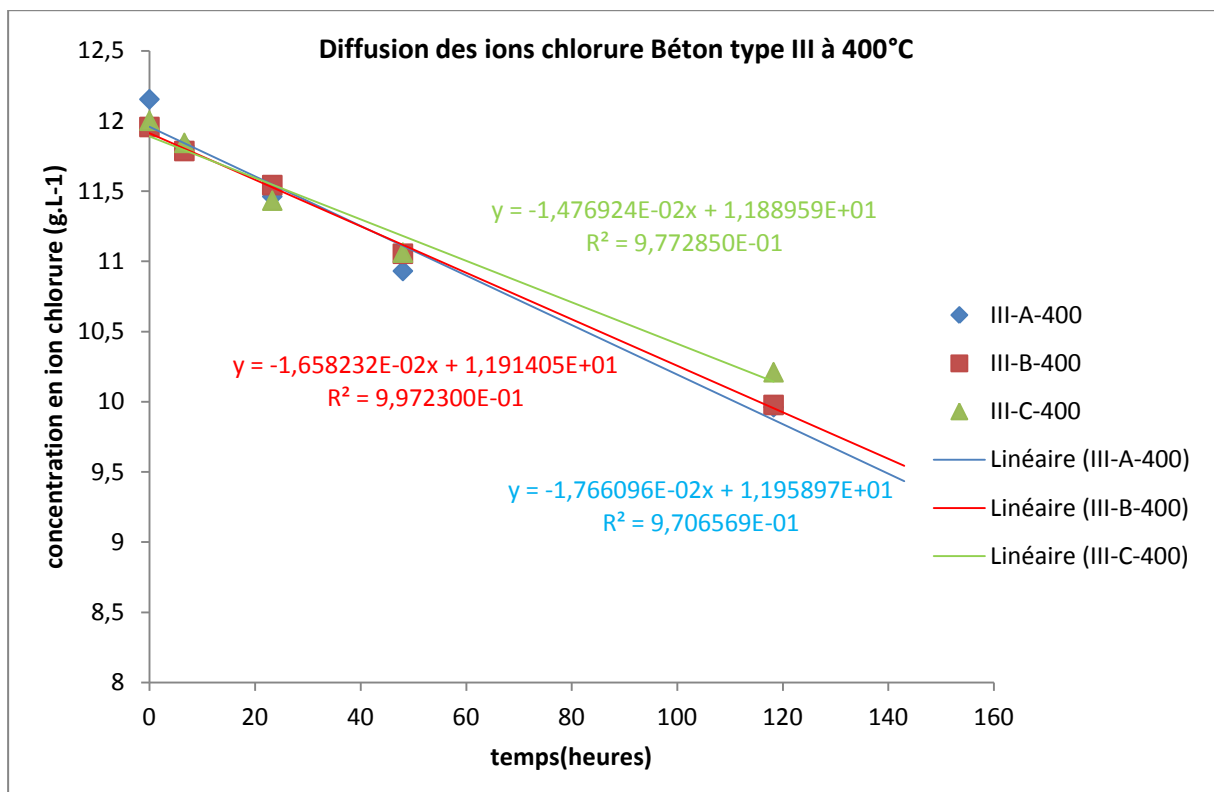
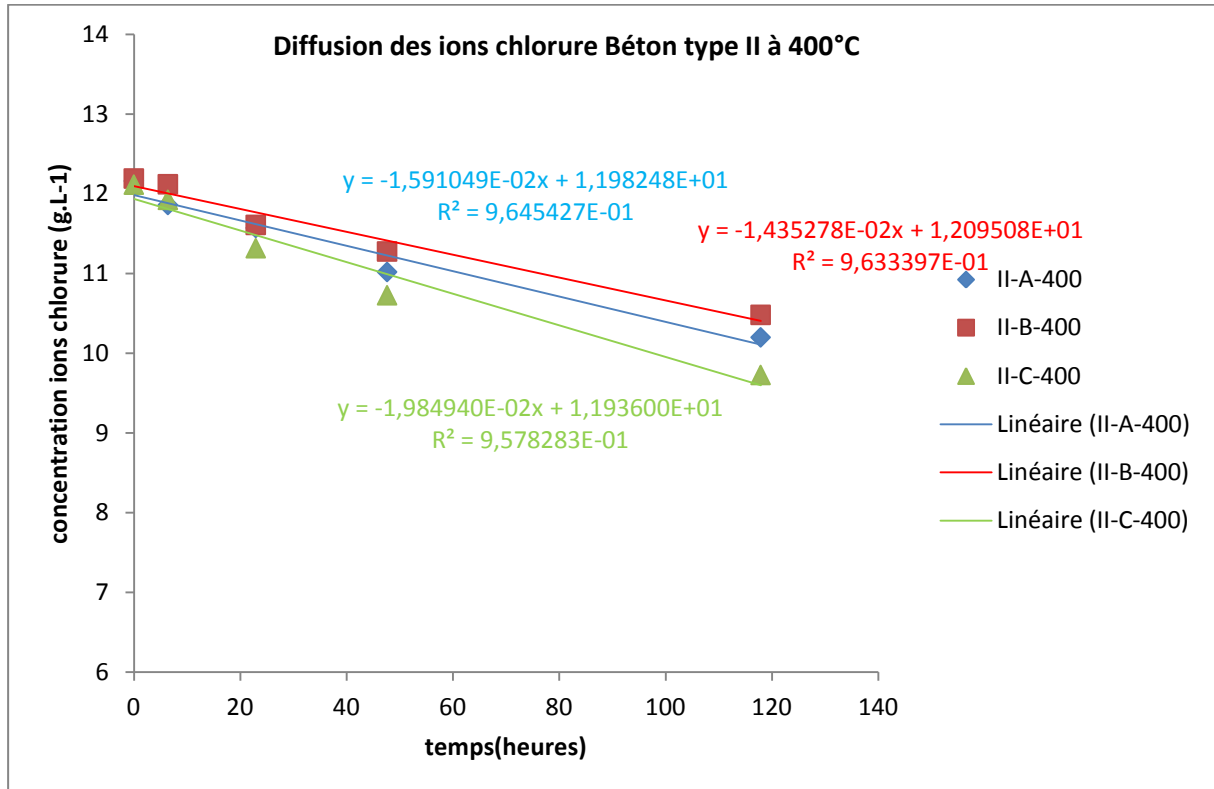
Image 6 : montage expérimental pour l'essai d'absorption capillaire

Annexe 4 : Graphiques diffusion des ions chlorure

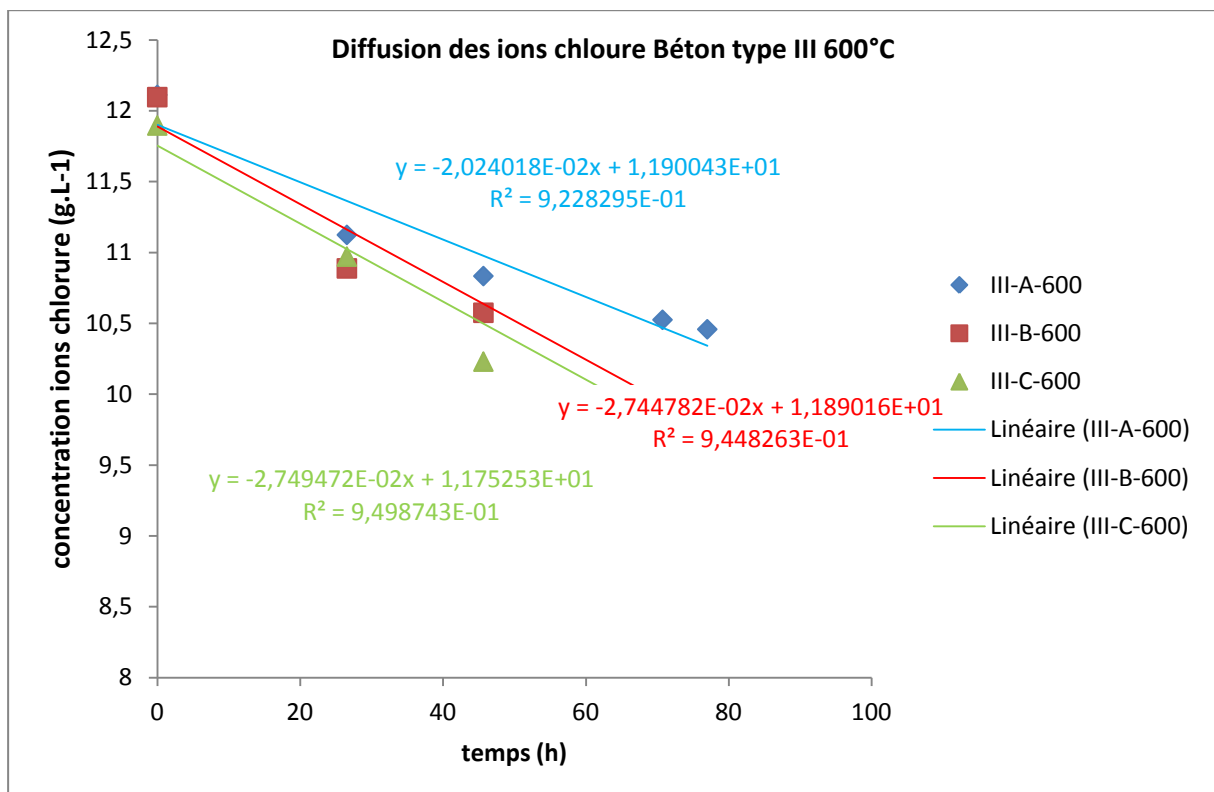
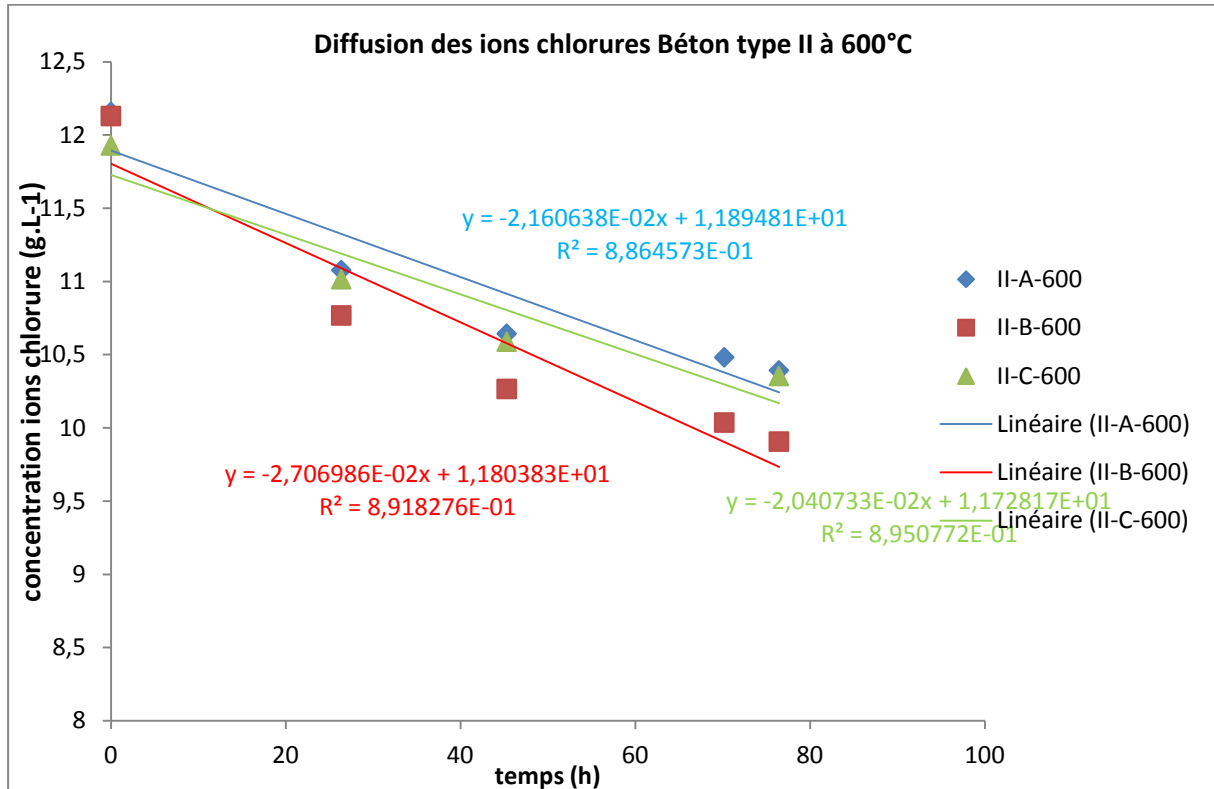
- Traitement 105°C :



- Traitement 400°C :



- Traitement 600°C :



Résumé :

Les températures atteintes lors un incendie sont sources d'importantes dégradations sur les structures et donc sur le béton. Ses propriétés sont modifiées et donc sa capacité à conserver les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu sont altérées, sa durée de vie initialement prévue n'est plus la même. En d'autres termes sa durabilité est affectée. Etant donné que la durabilité du béton soit directement liée à la structure interne du béton, deux types de béton ont été étudiés le B40-II ainsi que B40 III fait respectivement à l'aide de ciment CEM II/A et CEM III/A. Ces derniers ont subi différents traitements thermiques comparables à ceux rencontrés dans un incendie. L'évaluation de la variation de la durabilité de ces deux bétons après soumission à de hautes températures s'est faite par caractérisation microstructurale et caractérisation des capacités de transfert, en fonction de la température. Pour la première caractérisation, des calculs de porosité et de masse volumique apparente ont été effectués, pour la seconde un essai de diffusion des ions chlorure au travers pour le calcul du coefficient de diffusion des deux bétons a été mis en place puis une absorption de l'eau par capillarité des deux types de béton à été calculée. Les résultats expérimentaux nous ont permis de conclure que le béton de type III présente une porosité plus importante que le type II, cette plus grande porosité donne des phénomènes de transferts plus important pour le béton de type III. La durabilité du béton de type III soumis à de hautes températures est donc moins bonne au niveau des caractéristiques étudiées que celle du Béton de type II

Abstract :

High temperatures reached inside a fire cause important damages on concrete structure. Properties are modified and its abilities to conserve purpose fonctions are altered, its lifetime isn't the same. In other words, its durability is affected. Considering that concrete durability is directly bound to its intern structure, two concretes (B40 II and B40 III) made respectively with CEM II/A and CEM III/A cement have been investigated. They were treated under high temperatures, these temperatures are comparable to those undergone inside a fire. Evaluation of the durability after high-temperature treatement has been made with the characterisation of concrete microstructure and transfer ability. First characterisation, porosity and bulk density has been determined then for the second one, diffusion of chloride ions through the two kind of concrete has been for the calculation of diffusion coefficient of concrete II and III. Water absorption by capillary action has also been done for these two different concrete. Experimental results shown the porosity of concrete III is more important than the porosity on concrete II, this bigger porosity give more important transfer ability for the concrete III. We conclude the durability for concrete III after high-temperature treatement is lower than the durability for concrete II considering parameters we determined.

