

Contribution à l'étude du comportement thermomécanique à très haute température des matériaux composites pour la réparation et/ou le renforcement des structures de Génie Civil

Thanh Hai Nguyen

► To cite this version:

Thanh Hai Nguyen. Contribution à l'étude du comportement thermomécanique à très haute température des matériaux composites pour la réparation et/ou le renforcement des structures de Génie Civil. Génie civil. Université Claude Bernard - Lyon I, 2015. Français. <NNT : 2015LYO10244>. <tel-01267567>

HAL Id: tel-01267567 https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01267567

Submitted on 4 Feb 2016

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.



N° d'ordre : 244 - 2015



Année 2015

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON

Délivrée par

L'UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1

ECOLE DOCTORALE MEGA Spécialité : Matériaux et Structures

DIPLOME DE DOCTORAT

(arrêté du 7 août 2006)

soutenue publiquement le 24 novembre 2015

par

NGUYEN Thanh Hai

<u>TITRE</u> : CONTRIBUTION A L'ETUDE DU COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE A TRES HAUTE TEMPERATURE DES MATERIAUX COMPOSITES POUR LA REPARATION ET/OU LE RENFORCEMENT DES STRUCTURES DE GENIE CIVIL

Directeur de thèse : M. Emmanuel FERRIER

Composition du jury :

M Amen AGBOSSOU	Professeur des Universités, Université de Savoie	Président du jury	
	Mont Blanc	i resident du jury	
M. David BIGAUD	Professeur des Universités, Université d'Angers	Rapporteur	
M Everiete OLIEDRACO	Maître de conférences-HDR, Institut	Downortown	
M. Evaliste OUEDRAGO	polytechnique de Grenoble	Kapporteur	
Mme. Anne Lise	Maître de conférences, Université de Cergy-	Francisatuiaa	
BEAUCOUR	Pontoise	Examinatrice	
M. Emmanual EEDDIED	Professeur des Universités, Université Claude	Directeur de thèse	
M. Emmanuel FERRIER	Bernard Lyon 1		
M Verez Harra VII	Maître de conférences, Université Claude Bernard	Co-encadrant de	
M. Auan Hong VU	Lyon 1	thèse	
	Professeur des Universités, Ecole Nationale	Co-encadrant de	
M. Amir SI LAKBI	d'Ingénieurs de Saint-Etienne	thèse	

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université

Vice-président du Conseil d'Administration Vice-président du Conseil des Etudes et de la Vie Universitaire Vice-président du Conseil Scientifique Secrétaire Général

M. François-Noël GILLY

M. le Professeur Hamda BEN HADID

M. le Professeur Philippe LALLE

M. le Professeur Germain GILLET M. Alain HELLEU

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon Est – Claude Bernard	Directeur : M. le Professeur J. ETIENNE
Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon Sud – Charles Mérieux	Administrateur provisoire : M. le Professeur G. KIRKORIAN
UFR d'Odontologie	Directeur : M. le Professeur D. BOURGEOIS
Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques	Directeur : Mme la Professeure C. VINCIGUERRA
Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation	Directeur : M. le Professeur Y. MATILLON
Département de formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine	Directeur : M. le Professeur P. FARGE

COMPOSANTES ET DEPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Faculté des Sciences et Technologies Département Biologie Département Chimie Biochimie Département GEP Département Informatique Département Mathématiques Département Mécanique Département Physique Département Sciences de la Terre UFR Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives Observatoire de Lyon Polytech Lyon Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1 Institut Universitaire de Formation des Maîtres Institut de Science Financière et d'Assurances

Directeur : M. le Professeur F. De MARCHI Directeur : M. le Professeur F. FLEURY Directeur : Mme le Professeur H. PARROT Directeur : M. N. SIAUVE Directeur : M. le Professeur S. AKKOUCHE Directeur : M. le Professeur A. GOLDMAN Directeur : M. le Professeur H. BEN HADID Directeur : Mme S. FLECK Directeur : Mme la Professeure I. DANIEL Directeur : M. C. COLLIGNON

Directeur : M. B. GUIDERDONI Directeur : M. P. FOURNIER Directeur : M. G. PIGNAULT Directeur : M. C. VITON Directeur : M. R. BERNARD Directeur : Mme la Professeure V. MAUME-DESCHAMPS

REMERCIEMENTS

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire se sont déroulés au sein du LGCIE (Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie Environnementale) site Bohr de l'Université Claude Bernard Lyon 1.

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur le Professeur Emmanuel FERRIER, mon directeur de thèse, qui a dirigé cette thèse avec une patience remarquable, beaucoup d'enthousiasme et une dose d'exigence. Son expérience scientifique, ses conseils, ses encouragements et sa disponibilité ont été un soutien indispensable à la réalisation de cette thèse. Qu'il veuille bien accepter ma sincère reconnaissance et mon profond respect.

J'adresse également mes remerciements les plus vifs à Monsieur Xuan Hong VU, Maître de conférences à l'Université Claude Bernard Lyon 1, pour le temps qu'il a consacré au suivi efficace de mes travaux, pour sa participation à mes essais et également sa contribution dans la correction de ma thèse. Sa gentillesse et son aide désintéressée m'ont permises de mieux appréhender la vie en France.

Je souhaite remercier très sincèrement Monsieur Amir SI LARBI, Professeur à l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne, qui fut mon conseiller d'études, pour les relectures et les corrections minutieuses du présent manuscrit. Son aide précieuse et désintéressée s'est révélée indispensable à l'élaboration de cette thèse.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Evariste OUEDRAGO, Maître de conférences - HDR à l'Institut Polytechnique de Grenoble, d'avoir accepté d'être rapporteur et membre du jury de soutenance de cette thèse. Je voudrais adresser également mes remerciements profonds à Monsieur David BIGAUD, Professeur à l'Université Angers qui a fait le travail soigneux du rapporteur de mon mémoire de thèse. De même, je voudrais remercier Monsieur Amen AGBOSSOU, Professeur à l'Université de Savoie Mont Blanc, et Madamme Anne Lise BEAUCOUR, Maître de conférences à l'Université de Cergy-Pontoise, d'avoir accepté d'être examinateurs et membres du jury de ma soutenance de thèse. Je suis honoré qu'ils aient accepté de consacrer leur temps et leur expertise à ces travaux.

Je tiens à remercier les techniciens et les informaticiens du LGCIE site Bohr pour leurs aides et leurs gentillesses durant ma thèse. Je remercie également l'ensemble des membres du LGCIE site Bohr : les professeurs, les maîtres de conférences, les doctorants et les secrétaires (notamment Mme Anissa BENYOUB) pour leurs aides et leurs conseils pendant ma thèse.

Je remercie amicalement tous mes amis et tous ceux qui ont été à mon côté pendant les moments difficiles.

Je ne remercie jamais assez mes parents, ma femme, mes chères sœurs, mes frères, mon beau-frère ainsi que toute ma famille pour leur soutien et leurs encouragements incessants malgré la distance qui nous sépare. Un grand merci à mes parents à qui je dois ce que je suis devenu.

Titre de la thèse

Contribution à l'étude du comportement thermomécanique à très haute température des matériaux composites pour la réparation et/ou le renforcement des structures de Génie Civil.

Résumé de la thèse

Dans le domaine du renforcement et/ou de la réparation des structures en béton armé par des matériaux composites à l'aide de la méthode du collage extérieur au moyen d'un adhésif époxy, une des préoccupations de la communauté scientifique est l'intégrité structurelle de ce système dans le cas d'incendie dans lequel la haute température est une caractéristique essentielle et peut atteindre jusqu'à 1200°C. Ce travail de recherche est axé sur le comportement thermomécanique à très haute température des matériaux composites [un composite à base de polymère carbone/ époxy (Carbon Fiber Reinforced Polymer- CFRP), un composite textile/ mortier cimentaire (Textile Reinforced Concrete- TRC) et un adhésif à base d'époxy]. L'évolution des propriétés mécaniques et d'autres aspects mécaniques de ces matériaux composites avec la température a été caractérisée. Une nouvelle procédure expérimentale concernant la mesure de la déformation de l'éprouvette à l'aide du capteur laser est développée et validée. Une étude numérique et expérimentale a été réalisée dans le but de déterminer principalement la température à la rupture des joints « composite/ adhésif/ composite » sous les sollicitations mécaniques et thermiques. L'efficacité de la protection thermique de deux isolants [PROMASPRAY®T (produit commercial de la société PROMAT] et Isolant A (produit développé par le LGCIE site Tusset) a aussi été étudiée dans cette thèse. Enfin, une approche numérique, à l'aide du logiciel ANSYS, est utilisée afin de déterminer, de façon préliminaire et approximative, à l'échelle matériau, les propriétés thermiques des matériaux (composite textile/ mortier cimentaire -TRC et Isolant A).

Discipline

Génie civil

Mots clés

Comportement thermomécanique, haute température, composite carbone/ époxy (Carbon Fiber Reinforced Polymer - CFRP), composite textile/mortier cimentaire (Textile Reinforced Concrete - TRC), adhésif structural, joints de colle composite/adhésif/composite, isolant thermique.

Intitulé et adresse du laboratoire

Laboratoire de Génie Civil et d'Ingénierie Environnementale (LGCIE, site Bohr)

Université Lyon 1 - INSA de Lyon Domaine scientifique de la Doua - 82 bd Niels Bohr - 69622 Villeurbanne Cedex - France Téléphone : (0033) 4 72 69 21 30 ; Email : thanhhai1018@yahoo.com Pages web du LGCIE site Bohr : http://lmc2.univ-lyon1.fr/

PhD Thesis title

Contribution to the study of thermo-mechanical behavior at very high temperature of composite materials for the reparation and/or the reinforcement of civil engineering structures

Thesis abstract

In the area of the strengthening and/or the reparation of reinforced concrete structures with composites by means of the external bonding method using an epoxy adhesive, one of the preoccupation of the scientific community is the structural integrity of this system in the event of fire in which the high temperature is the essential feature et can reach up to 1200°C. This research focuses on the thermo-mechanical behavior of composite materials [carbon/epoxy adhesive composite (or carbon fiber reinforced polymer (CFRP), textile/cementitious mortar composite (or textile reinforced concrete (TRC)] and an epoxy-based adhesive. The evolution of mechanical properties and other mechanical aspects of these materials with the temperature has been characterized. A new experimental procedure concerning the measurement of sample strain by the laser sensor is developed and validated. An experimental and numerical study has been determine realized in order to mainly the temperature at the failure of "composite/adhesive/composite" joints under thermal and mechanical loadings. The effectiveness of the thermal protection of two insulators [PROMASPRAY®T (a commercial product of the PROMAT company and the insulator A (product developed by the LGCIE site Tuset)] has also been investigated in this PhD thesis. Finally, a numerical approach, using ANSYS software, is used to determine, in the preliminary and approximate way, at material scale, thermal properties of the materials [the textile reinforced concrete (TRC) and the insulator A].

Keywords

Thermo-mechanical behavior, high temperature, carbon/epoxy composite (Carbon Fiber Reinforced Polymer-CFRP), textile/cementitious mortar composite (Textile Reinforced Concrete - TRC), structural adhesive, thermal insulator.

Discipline

Civil engineering

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	20
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DU COMPORTEMENT DES	
MATERIAUX VIS-A-VIS DE LA TEMPERATURE	22
Introduction du chapitre	22
I.1. Généralité du feu	22
I.1.1. Déroulement d'un incendie	22
I.1.2. Développement d'un incendie	23
I.1.3. Modélisation d'un incendie	25
I.2. Comportement des matériaux vis-à-vis de la température	27
I.2.1. Comportement thermomécanique des bétons	27
I.2.1.1. Phénomènes physiques et chimiques dans le béton chauffé	27
I.2.1.2. Evolution des propriétés physiques du béton au cours de l'échauffement	30
I.2.1.3. Dilatation thermique	34
I.2.1.4. Evolution des propriétés thermiques du béton	37
I.2.1.5. Évolution des propriétés mécaniques du béton	40
I.2.1.6. Conclusion	42
I.2.2. Comportement du matériau composite FRP en fonction de la température	43
I.2.2.1. Comportement en traction du matériau composite FRP à température ambiante :	44
I.2.2.2. Processus d'une exposition des composites FRP à température élevée	47
I.2.2.3. Propriétés mécaniques en traction de composite FRP à haute température	51
I.2.2.5. Conclusion	62
I.2.3. Comportement mécanique du matériau composite TRC à haute température	63
I.2.3.1. Matériaux composite à matrice cimentaire renforcée par des textiles – TRC	63
I.2.3.2. Comportement en traction du composite TRC à température ambiante	68
I.2.3.3. Comportement mécanique du matériau TRC à haute température	69
I.2.3.4. Propriétés thermiques du matériau TRC à haute température	73
I.2.3.5. Conclusion	73
I.2.4. Comportement des adhésifs polymères à haute température	74

I.3. Brève revue bibliographique de l'influence de la température sur l'intégrité structurelle des systèmes de renforcement	78
I.4. Conclusion du chapitre	83
CHAPITRE II : APPROCHE EXPERIMENTALE A L'ECHELLE MATERIAU	85
Introduction du chapitre	85
A. Comportement thermomécanique des composites CFRP, TRC et de la résine époxy .	86
II.1. Présentation des matériaux employés	86
II.1.1. Composite polymère CFRP (lamelles pultrudées)	86
II.1.2. Adésif époxy Etancol 492	86
II.1.3. Composite textile-mortier TRC	86
II.1.3.1. Matrice	86
II.1.3.2. Renfort	87
II.2. Développement et validation d'une procédure de caractérisation du comportement thermomécanique	t 89
II.2.1. Dispositif expérimental et instrumentation	90
II.2.1.1. Machines de traction universelles	90
II.2.1.2. Les mors	90
II.2.1.3. Instrumentation	92
II.2.2. Préparation des éprouvettes	94
II.2.2.1. Eprouvettes CFRP	94
II.2.2.2. Eprouvettes Adhésif Etancol 492	95
II.2.2.3. Eprouvettes TRC et TRC*	96
II.2.2.4. Eprouvettes Aluminium	100
II.2.3. Procédure d'essai	100
II.2.4. Vérification de précision de la mesure de déformation au moyen des capteurs l	aser
II.2.4.1. Eprouvettes d'aluminium	102
II.2.4.2. Eprouvettes de CFRP	104
II.2.4.3. Eprouvette de TRC*	105
II.2.4.4. Conclusion	106
II.3. Identification des propriétés thermomécaniques du composite CFRP	107
II.3.1. Courbe « contrainte-déformation » et modes de rupture en fonction de la température	107

II.3.2. Influence de la température sur le module de traction - comparaison avec les modèles	109
II.4. Identification des propriétés thermomécaniques des composites TRC et TRC*	110
II.4.1. Courbe « contrainte-déformation » en fonction de la température	110
II.4.1.1. Composite TRC (renfort de 5 mats)	111
II.4.1.2. Composite TRC* (renfort de 5 mats et 5 grilles)	114
II.4.1.3. Méthodologie d'exploitation des résultats expérimentaux	116
II.4.2. Influence du taux de renfort et des hautes températures sur des caractéristique de la courbe « σ-ε » :	es 119
II.4.3. Mode de rupture et mode de fissuration à la rupture	122
II.4.3.1. Mode de rupture	122
II.4.3.2. Mode de fissuration à la rupture	124
II.4.4. Conclusion sur la variation des propriétés mécaniques du composite cimentair TRC en fonction de la température	•e 126
II.5. Identification des propriétés thermomécaniques de la résine Etancol 492	128
II.5.1. Durée d'exposition à une température cible	128
II.5.2. Courbe « force-déplacement » en fonction de la température et module Young température ambiante de la résine Etancol 492	à 128
II.5.3. Influence de la température sur la résistance et la rigidité en traction de la rési Etancol 492	ine 130
II.5.4. Conclusion	131
II.6. Conclusions de la partie A	131
B. Comportement thermomécanique des joints de colle	134
Introduction	134
II.7. Dispositif expérimental et instrumentation	134
II.8. Joint CFRP/résine/CFRP	134
II.8.1. Préparation du joint et procédure expérimentale	134
II.8.2. Résultats obtenus	137
II.9. Joint TRC/résine/TRC	141
II.9.1. Préparation du joint et procédure expérimentale	141
II.9.2. Résultats obtenus	143
II.10. Conclusions de la partie B	146
C. Caractérisation de l'influence des isolants sur le comportement des joints de colle	147

Introduction	147
II.11. Préparation des éprouvettes	147
II.12. Procédure expérimentale	149
II.13. Résultats obtenus	150
II.13.1. Protection du joint « CEiS »	150
II.13.2. Protection du joint « TRCiD »	153
II.14. Conclusion de la partie C	156
D. Etude expérimentale du caractère isolant thermique du matériau TRC et des isola	nts 157
Introduction	157
II.15. Dispositif expérimental et instrumentation :	157
II.16. Préparation des éprouvettes	158
II.16.1. Eprouvette TRC	158
II.16.2. Eprouvette des isolants SprayT et Isolant A	158
II.17. Procédure expérimentale	160
II.18. Appellation d'éprouvette	161
II.19. Résultats obtenus	162
II.19.1. Caractère isolant thermique du TRC	162
II.19.2. Caractère isolant thermique du PROMASPRAY®T	165
II.19.3. Caractère isolant thermique de l'Isolant A	168
II.20. Conclusion sur la partie D	169
E. Conclusion du chapitre	171
CHAPITRE III : APPROCHE NUMERIQUE A L'ECHELLE MATERIAU ET A	
L'ECHELE STRUCTURELLE	173
Introduction du chapitre	173
III.1. Détermination préliminaire des propriétés thermiques dans la direction perpendiculaire aux couches de renfort du composite TRC et de celles de l'Isolant A,	en
fonction de la température	173
III.1.1. Transmission de la chaleur par conduction	174
III.1.2. Méthode de la détermination préliminaire des propriétés thermiques	177
III.1.3. Procédure numérique	178
III.1.3.1. Matériau TRC	178
III.1.3.2. Isolant A	179
III.1.4. Résultats de la modélisation numérique	180

III.1.4.1. Matériau composite TRC	180
III.1.4.2. Isolant A	185
III.1.5. Conclusion	187
III.2. Approche numérique pour le joint « CEiS »	189
III.2.1. Configuration de l'éprouvette utilisée dans la modélisation numérique	189
III.2.2. Propriétés thermomécaniques des composants	190
III.2.2.1. Propriétés thermomécaniques de l'adhérent CFRP	191
III.2.2.2. Propriétés thermomécaniques de l'adhésif époxy Etancol 492	191
III.2.3. Modèles d'analyse	194
III.2.3.1. Analyse thermique	194
III.2.3.2. Analyse thermomécanique	195
III.2.4. Résultats	195
III.2.4.1. Analyse thermique du joint « CEiS »	195
III.2.4.2. Analyse thermomécanique du joint « CEiS »	197
III.2.5. Conclusion	200
III.3. Conclusion du chapitre	201
CHAPITRE IV : SYNTHESE – CONCLUSIONS	203
IV.1. Synthèse et conclusions générales	203
V.2. Perspectives	205
ANNEXE	206
I. Propriétés thermomécaniques du matériau CFRP	206
* Conductivité thermique, λ :	206
* Chaleur spécifique, c _p	206
* Masse volumique, ρ	206
II. Thermocouple type K et N	207
II.1. Thermocouple type K	207
II.2. Thermocouple type N	208
III. Choix des valeurs des propriétés thermomécaniques du matériau époxy pour la modélisation numérique.	209
III.1. Masse volumique p	209
III.2. Conductivité thermique λ :	210
III.3. Chaleur spécifique c _p :	212

III.4. Coefficient d'échange superficiel par convection :	
Bibliographie	

Liste des abréviations couramment utilisées

CFRP	Composites carbone-époxy
TRC	Composite à base du mortier cimentaire renforcé par des textiles
CEiS	Joint de colle en cisaillement à recouvrement simple CFRP/colle/CFRP
CEiD	Joint de colle en cisaillement à recouvrement double CFRP/colle/CFRP
TRCiD	Joint de colle en cisaillement à recouvrement double TRC/colle/TRC
T _{cible}	Température cible dans un essai
RT	Température ambiante
T _{rup}	Température à la rupture des joints
T _{ex}	Température à la surface extérieure des éprouvettes / Température du four
V _{Tex}	Vitesse d'augmentation de la température T _{ex}
T _{in}	Température à l'intérieur des éprouvettes
V _{Tin}	Vitesse d'augmentation de la température T _{in}
T _{inte}	Température à l'interface des joints
Tg	Température de transition vitreuse de la colle époxidique
λ	Conductivité thermique du matériau
c _p	Chaleur spécifique du matériau
ρ	Masse volumique du matériau

Table des figures

Figure 1 : Triangle du feu [1]	
Figure 2 : Phases de développement d'un incendie [2]	
Figure 3: Les phases de température-temps d'un compartiment de feu bien ventilé (Court	oe de feu
idéale à gauche; courbe à droite est typique de l'histoire de température des gaz contenus	s dans
un compartiment de feu selon [3])	
Figure 4 : Différentes courbes de température [2]	
Figure 5 : Courbe conventionnelle température / temps - ISO 834	
Figure 6 : Analyses thermogravimétrique (ATG) (a) et thermodifférentielle (ATD) (b) de d	quatre
pâtes de ciment différentes (MIX01, MIX02, MIX03, MIX04) dans une étude de Ye et al.	l'après
Missemer [9]	
Figure 7 : Analyse thermogravimétrique des granulats calcaires(a), siliceux (b) dans une	étude
de Xing, d'après Nguyen [8]	
Figure 8 : Évolution de la porosité totale d'un béton ordinaire BO ($Rc=36$ MPa) et d'un	béton à
haute performance BHP (Rc=110 MPa) [9]	
Figure 9 : Évolution de la distribution des pores pour des bétons ordinaires Missemer [9]	31
Figure 10 : Perméabilité de mortiers en fonction de la température [7]	
Figure 11 : Evolution de la perméabilité du béton en fonction de la température [10]	
Figure 12 : Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction	ı de la
température, Hager [6]	
Figure 13 : Densité apparente des bétons du Projet National BHP 2000, Hager [6] ; M30) C -
béton ordinaire de granulats calcaire, résistance en compression moyenne $fc_{moyen} = 30 M$	Pa ;
M75 C - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_{moyen} = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_moyen = 75 MPa ; M75 SC - béton	éton à
haute performance de granulats silico - calcaire, $fc_{moyen} = 75$ MPa ; M100 C - béton à ha	ute
performance de granulats calcaire, $fc_{moyen} = 100 MPa$	
Figure 14 : Dilatation thermique de pâtes de ciment durcies selon 4 travaux différents, re	portés
par Mindeguia [11]	
Figure 15 : Influence de la vitesse de chauffage sur les déformations thermiques de la pât	te de
ciment, Hager [6]	
Figure 16 : Evolution avec la température de la dilatation longitudinale de différents typ	es de
roches a) calcaire ; b) quartz ; c) basalte, Hager [6]	
Figure 17 : Déformations thermiques des bétons avec différents types de granulat dans l'	étude de
Piasta, reporté par Hager [6] : 1. silicieux, 2. grès, 3. calcaire, 4. basaltes, 5. argiles expe	ansées,
6. pâte du ciment	
Figure 18 : Observations d'échantillons de béton chauffés à 600 °C par Hager [6]. A gau	che,
nous observons une fissuration dans la pâte de ciment et à l'interface pâte/granulat. A dr	oite,
fissuration transgranulaire traversant des quartzs	
Figure 19 : Variation de la conductivité thermique du béton ordinaire en fonction de la	
température, Kodur [14] (ASCE : American Society of Civil Engineers)	
Figure 20 : Chaleur spécifique de bétons de différents granulats, Nguyen [8]	
Figure 21 : Chaleur spécifique en fonction de la température des bétons à trois teneurs en	n eau
differentes, Eurocodes [12]	
Figure 22 : Différents résultats concernant l'évolution de la résistance à la traction en fo	nction
de la température, reportés par Fares [7]	41

<i>Figure 23 : Evolution de la résistance en traction du béton testé « à chaud », par traction direc Hager</i> [6]	cte, ЛЭ
	.42
Figure 24 : Diagramme « contrainte-déformation » pour les différentes fibres, CNR-DT [29] Figure 25 : Courbes « contrainte-déformation » typiques des composites FRP, Bisby [30]	.46 .47
Figure 26 · Schéma des processus de réaction dans la direction traversant de l'épaisseur d'un	
stratifié exposé à haute température ou au feu, Mouritz et al [22]	.48
Figure 27 : Effet de la température sur les différentes réponses d'un composite de fibre de verre	е.
Les températures sont approximatives et varieront en fonction de la composition des matériaux	c et
des conditions de jeu, Mouritza et al [1/]	.49
Figure 28 : Evolution de la résistance des fibres nues (a) et des composites FRP (b) en fonction	n
de la température, Green et al [37]	.52
Figure 29 : Relation contrainte-déformation de la barre d'armature CFRP obtenue par un «	
essai direct à haute température » à 200 ° C. Wang et al [19]	.54
Figure 30 : Relations « contrainte-déplacement de traverse » dans les essais directs à haute	
température sur les stratifiés carbone/époxy, Wang et al [20]	.55
Figure 31 : Décomposition partielle (à gauche) et totale (à droit) de la matrice à résine	
époxidique après l'exposition à des températures élevées. Wang et al [20]	55
Figure 37 : Porte de masse que la température des énrouvettes: énory nur CERP GERP et	
fibres de carbone et verre (analyse TGA) Foster et al [38]	55
Figure 22 : Courbon « contrainto d'éformation » en traction des composites CEPD (à cauche)) ot
Figure 55 Courbes « contrainte – deformation » en traction des composites CFRP (à gauche)	i ei
<i>GFRP (a droite) apres exposition a des temperatures elevees (l'essai sur eprouvette echauffee-</i> <i>refroidie) Foster et al</i> [38]	56
Figure 34 : Module d'élasticité en fonction de la température des composites FRP. Wang et al	
[19]	.57
Figure 35 : Modèles de Saafi et de Bisby pour la dégradation du module élastique du GFRP à	<u>,</u>
des températures élevées. Adelzadeh et al [39]	.57
Figure 36 · Variation du module d'élasticité résiduel à la traction des composites CFRP (à	
gauche) et GERP (à droite) avec la température d'exposition Foster et al [38]	57
Eigune 27 : Evolution de la végistance ultime en traction des compositors en fonction de la	.57
rigure 57. Evolution de la resistance utiline en traction des composites en jonction de la tampérature des composites EPD [10]	50
E = 20 M [N] = 1 G (c) [P] (c) (c	.30
<i>GERP</i> aux températures élevées [39]	58
Figure 20 : Evolution de la véristance de traction du composite CEPD Wang et al [20]	50
Figure 59 Evolution de la resistance de traction du composite CFRP, wang et al [20]	.39
Figure 40 : Variation de la résistance en traction résiduelle des composites CFRP (à gauche) e	2t
<i>GFRP (à droite) avec la température d'exposition, Foster et al</i> [38]	.59
Figure 41 : Evolution de la conductivité thermique, de la densité, de la chaleur spécifique avec	: la
température pour composite FRP carbone / époxy, Bisby et al [30]	.62
Figure 42 : Diverses applications du composite TRC dans le Génie Civil, RILEM [42]	.64
Figure 43 : Principales technologies de mise en œuvre de renforts textiles. Contamine [45]	.66
Figure 44 · Ouelaues exemples des textiles les plus utilisés	66
Figure 45 : Illustration de l'imprégnation d'un fil dans la matrice. Visualisation des filaments	.00
intériours non-imprégnées et extériours imprégnées PII FM [12]	67
Figure 46 : Illustration de la préimprégnation d'un fil par énomy « frais » et de l'homosérétée	.07 de
rigure 40. Inustration de la preimpregnation à un ju par époxy « jrais » et de l'homogénette l	ле (7
<i>i</i> interjace ju-matrice (par microscope electronique a balayage -MEB), Contamine [45]	.0/
<i>Figure 4/</i> : Schemas du comportement a l'arrachement d'un fil avec la longueur d'ancrage	
infinie dans la matrice, en fonction de l'adhérence relative entre les filaments externes et	60
internes, RILEM [42]	.68

Figure 48 : Loi de comportement contrainte-déformation en traction directe de composites TR	C
relevée expérimentalement	.69
Figure 49 : Influence de la température sur le comportement à la traction des composites TRC Figure 50 : Espacement entre des fissures des composites dans les essais de traction directe à	71
rigure 50. Espacement entre des jissures des composites dans les essuis de traction directe d	72
Einen 51. La fanne de la terre funtione aux les résistences en aujues-réprotates	12
Figure 51. Influence de la temperature sur les resistances en flexion et en compression du	72
substrat ae beton fin a ciment Portiana [61].	13
Figure 52 : Effet de la temperature sur la rigidite du composite pre-fissure Ec1 [64] (4L, 6L, 8L	L,
12L correspondent a 4, 6, 8 et 12 couches de textile)	13
Figure 53 : Une analyse IGA typique d'un époxy pur (``neat polymer'') et des époxys modifiés Rubab et al [75]	, 76
Figure 54 : Schéma de la variation du module d'élasticité et de la résistance à la traction de	10
l'adhésif Ahmed et al [40]	76
Figure 55 : Variation du module de cisaillement en fonction de la température pour des	10
rigure 55. Variation du module de cisatiement en jonction de la temperature pour des	76
polymeres umorphes, Ouder [70]	.70
Perkins [73]	, .77
Figure 57 : Courbes "contrainte-déformation" d'un époxy en fonction de la température.	
Revathi et al [74]	.77
<i>Figure 58 : Dépendance de température de la conductivité thermique d'une résine époxidique</i>	
pure, Evseeva et al [79]	.78
Figure 59 : La chaleur spécifique d'un adhésif époxy en fonction de la température, source :	
Application Brief TA No.11, Hitachi High-Tech Science Corporation (1981)	.78
Figure 60 : Analyse TGA des adhésifs, l'ARC 858 est un époxy pur, Souza et al [72]	.78
Figure 61 : Configuration des joints utilisés pour étudier l'influence de la température sur	
l'interface « béton/ composite », Yao et al [81]	.79
Figure 62 : Relation Force ultime de rupture-température des essais de cisaillement sur les	
éprouvettes à double recouvrement dans une étude de Tadeu and Branco-Klamer et al [85]	.80
Figure 63 : Relation Force ultime de rupture-température des essais de cisaillement sur les	
éprouvettes à double recouvrement dans une étude de Blontrock [2003]-Klamer et al [85]	.80
Figure 64 : Contrainte de cisaillement	.81
Figure 65 : Déformation mesurée dans le CFRP au niveau de la force de 30 kN [86]	.81
Figure 66 : Température à l'interface du joint au moment de la rupture en fonction de la	
longueur d'ancrage [88]	.82
Figure 67 : Textiles de renfort	88
Figure 68 : Empilements pour deux composites TRC	89
Figure 69 · Deux machines de traction universelles utilisées dans cette thèse	91
Figure 70 · Illustration de deux types de mors utilisés dans cette thèse	92
Figure 71 · Détaille du mors rotulé utilisé dans cette thèse	92
Figure 77 : Illustration d'un thermocounle indépendant de type K	93
Figure 73 : Énrouvettes de traction de CERP stratifié (unit : mm)	94
Figure 75 : Eprouvenes de traction des énrouvettes nar les canteurs laser, par les jauges et nav	· / T
les cantours IVDT	95
Figure 75 · Éprouvette de traction de l'Etancol 402 tune 18 NE EN ISO 527	96
Figure 75. Epiouveue de la delormation de deux énrouvettes 402 T20 5 et 402 T20 6	90
Figure 70. Miss on muwe de composite non moulage qui contact	.70 00
Figure 77. Mise en œuvre de composite par monage du contact	.70 00
Figure 70. Decoupage des elements à une plaque de composite	.70 00
	.70
13	

<i>Figure 80 : Mesure de déformation sur l'éprouvette TRC*-T20-1 par des LVDT</i>	99
Figure 81 : Éprouvettes de traction en Aluminium instrumentée par des jauges	100
Figure 82 : Procédé de l'essai de détermination du comportement des matériaux aux différent	tes
températures	101
Figure 83 : Procédé de l'essai de détermination du comportement des matériaux TRC et TRC	*
après une exposition à la Tcible de 100 °C et 300 °C respectivement	102
Figure 84 : Mesure de déformation sur les faces principale (à gauche) et latérale (à droite)	103
Figure 85 : Vérification de la mesure de déformation par des capteurs laser sur l'aluminium.	103
Figure 86 : Essai sur l'éprouvette CFRP-T20-3 utilisant à la fois des capteurs laser et des	
iauges.	105
Figure 87 : Essai sur l'éprouvette CFRP-T20-1 en utilisant des capteurs laser (à gauche) et	
l'éprouvette CFRP-T20-4 en utilisant des capteurs LVDT (à droite).	105
Figure 88 : Vérification de précision de la mesure de déformation par des capteurs laser sur l	les
éprouvettes CFRP, testées à 20°C	105
Figure 89 : Mesure de déformation par des capteurs laser et des capteurs LVDT sur l'éprouve	ette
<i>TRC*-T20-1</i>	106
<i>Figure 90 : Courbes "σ-ε" du matériau TRC* obtenues en utilisant des capteurs laser et des</i>	
capteurs LVDT	106
Figure 91 : Comportement de traction à haute température de CFRP	108
Figure 92 : Tendance du comportement de traction à haute température de CFRP	109
Figure 93 : Evaporation de la fumée au cours d'essai	109
Figure 94 : Photos d'éprouvettes après essai	109
Figure 95 : Evolution du moduled' Young du CFRP	110
Figure 96 : TRC - courbes « contrainte-déformation » du matériau composite TRC à différent	es
températures.	111
Figure 97 : TRC - Comparaison des courbes « contrainte-déformation » à différentes	
températures ; courbe bleue – 20°C ; courbe jaune – 100 °C ; courbe rouge – 200 °C ; courbe	е
bleue foncée – 300 °C	112
Figure 98 : Réprésentation schématique donnant les trois types de comportement observés en	
matériaux cimentaires [93]	113
Figure 99 : Loi de comportement en traction du composite TRC en fonction de la température	!
avec les notations utilisées pour l'exploitation des résultats.	113
Figure 100 : TRC* - courbes « contrainte-déformation » du matériau composite TRC*	115
Figure 101 : TRC* - Comparaison des courbes « contrainte-déformation »	115
Figure 102 : Loi de comportement en traction du composite TRC* en fonction de la températu	ıre.
Les notations utilisées pour l'exploitation des résultats.	116
Figure 103 : Evolution de la contrainte ultime des matériaux TRC et TRC* avec la températur	re
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	120
Figure 104 : Evolution de la déformation ultime des matériaux TRC et TRC* avec la températ	ture
	120
Figure 105 : Evolution de la contrainte (σ_{l}) des matériaux TRC et TRC* avec la température	2
	120
Figure 106 : Evolution de la contrainte (σ_{II}) des matériaux TRC et TRC* avec la température	121
Figure 107 : TRC - Mode de rupture à différentes températures	123
Figure 108 : TRC - Toutes éprouvettes de TRC après les essais aux différentes températures	123
Figure 109 : TRC* - Toutes éprouvettes de TRC* après les essais	124
Figure 110 : TRC^* - Mode de rupture « pull-out » à 20 °C et 100 °C	124
Figure 111 : TRC - Schéma de fissuration à la rupture et à différentes températures	124

Figure 112 : TRC* - Schéma de fissuration à la rupture et à différentes températures
Figure 115 : GRILLE – Espacement entre des jus Figure 114 : Comparaison des contraintes à la rupture de la résine Etancol 492 à différentes
durées d'exposition à 55 °C
Figure 115 : Tendance de comportement de la résine ETANCOL 492 en fonction de la
température
<i>Figure 116 : Comportement de l'Etancol 492 à température ambiante en termes de la contrainte en fonction de la déformation</i>
<i>Figure 117 : Variation de la contrainte à la rupture de l'Etancol 492 en fonction de la température</i> 130
Figure 118 : Configuration du joint de cisaillement à recouvrement simple CEiS (à gauche) et du joint de cisaillement à recouvrement double CEiD (à droite)
Figure 119 · Traiet de chargement thermomécanique des essais effectués sur les joints CEiS
<i>CEiD (les températures en haut, au milieu, en bas sont les températures à différentes positions</i>
Figure 120 · Préparation de l'échantillon avant de l'essai
Figure 120 : Détermination de la température à la runture de l'éprouvette CFiS-0 5MPa-Trun-1
138
Figure 122 : Relation entre le niveau de la contrainte de cisaillement moyenne des joints SLJ,
<i>DLJ</i> et leurs temperatures à la rupture
Figure 125. Modes de rupture du joint « CEIS » à différentes températures
Figure 124. Modes de l'uplure du joint « CEID » d'ujjerenies lemperduires
Figure 125 : Configuration du Joint « TRCiD »
<i>Collage Lc.</i>
l'adhérent intérieur en fonction de la Le
Figure 128 : Mode de ruine des joints TPCiD
Figure 120 : Isolation thermique de la zone de collage $L = 50$ 143
Figure 12): Isolation mermique de la 20ne de conage Le 50
143
Figure 131 : Détermination de la température à la rupture de l'éprouvette TRCiD-F30-Trup-1 ($E/Emax = 30\%$ Trup = 607 °C)
Figure 132 · Relation entre le niveau de charge mécanique et la température à la runture du
ioint
Figure 133 · Différents modes de ruine du joint « TRCiD » 145
Figure 134 · Fabrication des échantillons thermiauement isolés (Isolant A) 148
Figure 135 : Protection thermique d'un joint par l'Isolant A 148
Figure 136 : Protection thermique d'un joint par 1100 1100 1100 1100 1100 1100 1100 11
<i>Figure 137 : Utilisation des thermocouples permettant de mesurer la température à l'interface</i>
des joints thermiauement isolés avant de mouler des isolants 149
Figure 138 : Trajet de chargement thermomécanique pour les essais sur le joint « CEiS » isolé
<i>Figure 139 : Trajet de chargement thermomécanique pour les essais sur le joint « TRCiD » isolé</i>
Figure 140 : Détermination de la température à la rupture de l'éprouvette CEiS-SprayT2.5cm- 2MPa-Trup-1 (Trup = 595 °C)

Figure 141 : Surchauffe du four et évolution de la température à l'interface de l'éprouvette	
CEiS-Isolant A2.5cm-0.5MPa-Trup-2	151
Figure 142 : Décroissance de la vitesse d'augmentation de la température du four à des	
températures approximatives de celle de rupture déterminée dans des essais T_{rup}	152
Figure 143 : Efficacité des isolants	152
Figure 144 : Mode de rupture des joints "CEiS » isolés par l'isolant SPRAY T et l'isolant A	153
Figure 145 : Surchauffage brutale du four au cours d'un essai	154
<i>Figure 146 : Détermination de la température à la rupture et l'évolution de la température à</i>	
<i>l'interface de l'éprouvette TRCiD-Isolant A1.5cm-F50-Trup-2 ($T_{rup} > 1000 \text{ °C}$)</i>	154
Figure 147 : Mode de rupture des joints TRCiD protégés par l'isolant PROMASPRAY®T et	
l'isolant	155
<i>Figure 148 : Surface du</i> PROMASPRAY®T après l'essai	155
Figure 149 : Fissuration à la surface de l'Isolant A après essai	155
Figure 150 : Sortie des fumées au cours d'essai	156
Figure 151 : Eprouvette avant, au cours et après l'essai.	157
Figure 152 : Configuration d'éprouvette (dimension en mm)	159
Figure 153 : Configuration et dimensions des éprouvettes (dimension en mm)	160
Figure 154 : Eprouvette (Isolant A et SprayT) avant et après l'essai	161
Figure 155 : Evolutions des températures Tex et Tin pour les éprouvettes de 10 mm d'épaisset	ur
	163
Figure 156 : Evolution des vitesses V_{Tex} et V_{Tin}	163
Figure 157 : Evolution des vitesses V_{Tex} et V_{Tin}	163
Figure 158 : Evolutions des températures T_{ex} et T_{in} pour les éprouvettes de 20 mm d'épaisseur	r
	164
Figure 159 : Surface d'éprouvette après exposition à 100 °C et 400 °C	164
Figure 160 : Déformation thermique du matériau TRC	165
Figure 161 : Evolution des températures à l'extérieur, T_{ex} et l'intérieur, T_{in}	166
Figure 162 : Evolution des vitesses de température V_{Tex} et V_{Tin} des éprouvettes du	
PROMASPRAY®T de 1,5 et 2,5 cm d'épaisseur	166
Figure 163 : Eprouvettes « SprayT-d15-V30-1 » et « SprayT-d25-V30-1 » de PROMASPRAY®	®T
avec 1,5 et 2,5 cm d'épaisseur après essai	167
Figure 164 : Prédiction des températures à la rupture pour les joints « CEiS » isolés	167
Figure 165 : Evolution des températures à l'extérieur, T_{ex} et l'intérieur, T_{in}	168
Figure 166 : Evolution des vitesses des températures V_{Tex} et V_{Tin}	169
Figure 167 : Fissuration à la surface de l'éprouvette « d27 » de l'ISOLANT A après essai	169
<i>Figure 168 : Propriétés thermiques du béton en fonction de la température,</i>	178
Figure 169 : Section transversale des éprouvettes TRC dans la modélisation numérique (toute	?S
les dimensions en mm)	179
Figure 170 : Section transversale des éprouvettes Isolant A dans la modélisation numérique	
(toutes les dimensions en mm)	180
Figure 171 : Evolutions des paramètres thermiques du matériau TRC en fonction de la	
température	182
Figure 172 : Eprouvettes TRC de 10 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres	
thermiques dans le sens d'épaisseur	182
Figure 173 : Eprouvettes TRC de 10 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres	
thermiques dans le sens d'épaisseur - agrandissement de l'origine	183
Figure 174 : Eprouvettes de 20 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres	
thermiques dans le sens d'épaisseur	183

Figure 175 : Section de l'éprouvette pour le modèle de la modélisation numérique	184
Figure 176 : Vérification de la durée d'exposition nécessaire à des températures cibles des	
éprouvettes TRC et TRC*	184
Figure 177 : Evolutions des paramètres thermiques de l'Isolant A en fonction de la températ	ture
	186
Figure 178 : Comparaison des courbes numériques et expérimentales	187
Figure 179 : Comparaison des courbes numériques et expérimentales – Agrandissement de	la
région près de l'origine	187
Figure 180 : Prédiction de la température T_{in} en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette Isol	ant A
dans une scène d'incendie standard ISO834	188
<i>Figure 181</i> : Configuration et dimensions de l'échantillon	189
<i>Figure 182</i> : Schéma d'analyse thermomécanique	190
Figure 183 : Schéma de transfert de chaleur utilisé dans la modélisation numérique	190
Figure 184 : Comportements en traction de l'adhésif supposés dans le modèle numérique	192
Figure 185 : Courbes de la détermination du module élastique de l'ETANCOL 492 à différen	ntes
températures	193
Figure 186: Evolution du module Young converti en fonction de la température	193
Figure 187 : Maillages utilisés dans le modèle 3D	194
Figure 188 : Comparaison de deux maillages	195
Figure 189 : Différence $\Lambda T = T_{ar} - T_{inte}$ en fonction de la V_{Ter} dans les cas où	
Figure 190 : Comparaison deux modèles 2D et 3D.	196
Figure 191 : Evolution du déplacement de traverse de la machine au cours de l'essai sur	
l'éprouvette CEiS-2MPa-Trup-1 ($T_{rup} = 116 ^{\circ}C$ - Tableau 27)	197
Figure 192 : Influence du paramètre E2 sur la convergence de la solution numérique	198
Figure 193 : Relation numérique « température T_{ar} - déplacement d'appui Λ » pour les join	ts
soumis une contrainte de cisaillement (a) de 0.5 MPa et (b) de 2 MPa et exposés à différente	25
vitesses de chauffage V_{Tax}	
Figure 194 : Comparaison des températures à la rupture expérimentale et numérique	199
Figure 195 : Existence des filets dans les éprouvettes testées	199
Figure 196 : Relations « $\tau_{max} - T_{rup}$ »	200
Figure 197 : Influence de la longueur L _o	200
Figure 198 : TGA results of all tested adhesives [72]	209
Figure 199 : Tvnical TG scans of neat enoxy polymer and epoxy-titania	209
Figure 200 : Conductivité thermiaue d'un époxy pur (EP) et des composites à base d'époxy	
ajouté des nanotubes de carbone (CNT) en fonction de la température [78]	211
Figure 201 : Variation de la chaleur molaire en fonction de la température pour un	
polypropylène isotactique : amorphe et cristallin. [70]	212
Figure 202: Evolution de la chaleur spécifique d'une résine époxidique pure - courbe (1) [79	9]213
Figure 203 : Schéma des segments de transfert de chaleur	214

Liste des tableaux

Tableau 1 : valeurs principales de la courbe conventionnelle température/ temps - ISO 834	26
Tableau 2 : Propriétés typiques de la résine époxy, fib bulletin 14 [27]	45
Tableau 3 : Propriétés typiques des différentes fibres, Houhou [28]	45
Tableau 4 : Résumé des principaux processus se produisant lors qu'un composite est exposé d	аи
feu, Mouritza et al [17]	49
Tableau 5 : Valeurs comparatives de la rigidité et la résistance des adhésifs structuraux	
communs (Canto [69])	75
Tableau 6 : Des valeurs de la chaleur spécifique de la résine époxidique à différentes	
températures (Tables of Physical and Chemical Constants of Naltional Physical Laboratory	
NPL)	77
Tableau 7 : Propriétés mécaniques des lamelles UD carbone-époxy	86
Tableau 8 : Propriétés mécaniques de l'Etancol 492 [89]	87
Tableau 9 : Propriétés physico-mécaniques du Verre AR MAT	88
Tableau 10 : Propriétés mécaniques de la grille	88
Tableau 11 : Liste des éprouvettes CFRP testées à différentes températures	95
Tableau 12 : Liste des éprouvettes Etancol 492 testées à différentes températures	96
Tableau 13 : Liste des éprouvettes TRC(en haut) et TRC* (en bas) testées à différentes	
températures	99
Tableau 14 : Liste des températures cibles pour les matériaux (Tamb : la température ambian	<i>ite)</i> .101
Tableau 15 : Valeurs du module Young d'aluminium mesurées par différentes instrumentation	ıs
sur les éprouvettes Alum 1 (à supérieur - a) et Alum 2 (à inférieur - b)	.104
Tableau 16 : Valeurs du module Young du matériau CFRP mesurées par différentes	
instrumentations : (a) laser - jauge ; (b) laser - LVDT	.105
Tableau 17 : Module d'Young à des températures inférieures à 300 °C	.110
Tableau 18 : TRC - Synthèse des résultats des essais de traction directe à des températures	.118
Tableau 19 : TRC - Synthèse de la contrainte ultime en traction directe du matériau à des	
températures	.118
Tableau 20 : TRC* - Synthèse des résultats des essais de traction directe à des températures	.119
Tableau 21 : TRC* - Synthèse de la contrainte ultime en traction directe du matériau à des	
températures	.119
Tableau 22 : Caractéristique géométrique de fibre de MAT avant et après la rupture d'éprouv	vette
Tableau 23 : Contrainte à la rupture de la résine Etancol 492 aux différentes durées d'exposit	tion
à 55 °C	.128
Tableau 24 : Valeurs de la résistance en traction de l'Etancol 492 à différentes températures	.131
Tableau 25 : Liste des échantillons à recouvrement simple (CEiS)	.136
Tableau 26 : Liste des échantillons à recouvrement double (CEiD)	.136
Tableau 27 : Synthèse des résultats des essais sur les joints « CEiS »	.138
Tableau 28 : Synthèse des résultats des essais sur les joints « CEiD »	.138

Tableau 29 : Le nom et la quantité ainsi que le taux de travail prévu des échantillons du joint	
« TRCiD »	143
Tableau 30 : Synthèse des résultats d'essai sur les joints "TRCiD »	144
Tableau 31 : Liste des joints « CEiS » thermiquement isolés	148
Tableau 32 : Liste des joints « TRCiD » thermiquement isolés	148
Tableau 33 : Synthèse des résultats d'essai sur les joints "CEiS » isolés	152
Tableau 34 : Synthèse des résultats des essais effectués sur les joints "TRCiD » isolés	154
Tableau 35 : Plaques utilisées pour la fabrication des éprouvettes	158
Tableau 36 : Dimensions des éprouvettes TRC type 1 et TRC type 2	159
Tableau 37 : Dimensions des éprouvettes	160
Tableau 38 : Liste des éprouvettes des trois matériaux TRC, SprayT et Isolant A	162
Tableau 39 : Conductivité thermiques des matériaux [98]	174
Tableau 40 : Valeurs numériquement et préliminairement prédites des propriétés thermiques	
dans le sens d'épaisseur correspondant à différentes températures du matériau TRC	181
Tableau 41 : Valeurs préliminairement prédites des propriétés thermiques correspondant à	
différentes températures de l'Isolant A	185
Tableau 42 : Conversion du module Young à partir des courbes "force-déplacement"	193
Tableau 43 : Propriétés thermiques d'un époxy pur (''neat epoxy polymer'') et d'autres	
composites à base d'époxy ajouté de différentes concentrations de particules de titane sub-	
micronique, Rubab et al [75]	209
Tableau 44 : Conductivité thermique des polymères [77]	210
Tableau 45 : Valeurs de la conductivité thermique des composites à base d'époxy [78]	211
Tableau 46 : Conductivité thermique des matériaux, y compris une résine époxy [103]	211
Tableau 47 : Quelques valeurs typiques de la conductivité thermique des matériaux [104]	211
Tableau 48 : Chaleur spécifique de la résine époxy en fonction de la température	213

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux composites, constituent depuis quelques décennies des recours récurrents tant dans le cadre des structures neuves (voire innovantes) que dans celui ayant trait à la réhabilitation au sens extensif du terme. Bien des avantages, selon le type de composite mobilisé, sont associés à ces matériaux et justifient pleinement leur emploi.

Pour autant, dans le cadre de la réhabilitation structurelle, les matériaux composites employés de type FRP (Fiber Reinforced Polymer) sont désormais privilégiés dans bon nombre d'applications eu égard, notamment, aux très bonnes dispositions performantielles en particulier mécaniques, couplées à une aisance dans la mise en œuvre.

Néanmoins, les FRP, qui sont constitués d'une résine organique généralement époxydique et des fibres continues dans la nature sont conditionnés essentiellement par l'application visée (l'une des déclinaisons les plus exploitées est le CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer)), présentent des limites, qui faute d'un saut scientifique et technologique dans la formulation des résines époxydiques, se révèlent rédhibitoires dans le cas de sollicitations thermiques y compris modérées du fait même de la faible température de transition vitreuse des résines thermodurcissables.

Le constat établi renvoie dès lors à deux problématiques scientifique et technique de nature à surmonter les limites des solutions actuelles et qui dessinent en creux les contours du présent mémoire.

La première, loin de récuser les matériaux composites organiques, se propose de les valoriser via le recours à des isolants dont la diversité est aussi riche que peu traitée. Ainsi, une partie du présent travail visera à examiner les potentialités de matériaux isolants rapportés dans le cadre de joint de colle.

La deuxième option consiste à explorer l'intérêt de matériaux composites différents, dans le cas d'espèce les composites textile-mortier (TRC : Textile Reinforced Concrete), dont le comportement thermique semble, a priori, plus à même de répondre à un cahier des charges en lien avec une réhabilitation thermomécanique.

Il est crucial de préciser que les présents travaux constituent un premier jalon, à caractère préliminaire et foncièrement exploratoire, ayant vocation à contribuer, autant que faire se peut, au défrichement scientifique en lien avec le comportement thermomécanique de solutions composites dans le cadre de la réhabilitation thermomécanique d'éléments de structure en béton armé.

Il convient d'insister sur le fait que l'attention sera portée quasi-exclusivement sur le joint de colle, maillon crucial dans le cadre de la réhabilitation, et en se limitant à l'échelle du matériau pour tenter de cerner les limites des solutions examinées tout en veillant à identifier les

comportement thermomécanique des différents matériaux constitutifs avant de caractériser le joint de colle, le cas échéant, en présence d'isolant rapporté.

Enfin, si l'essentiel du mémoire est à caractère expérimental, des développements numériques, sous la forme de simulations reposant sur un logiciel commercial, ont vocation à compléter utilement le manuscrit bien que de manière prudente et mesurée en offrant quelques éclairages, en dépit du fait que les hypothèses retenues soient potentiellement simplificatrices, relativement aux mécanismes de dégradation. Il semble opportun d'inviter le lecteur à y puiser des tendances ou des ordres de grandeur plutôt que d'y rechercher une précision à laquelle l'approche retenue ne saurait prétendre.

Ce mémoire de thèse se compose de quatre chapitres et une annexe :

Le premier chapitre concerne une étude bibliographique sur le feu et surtout le comportement des différents matériaux (béton, composite polymère, composite mortier/textile et adhésif polymère) vis-à-vis de la température. Celui-ci a pour but de synthétiser les connaissances nécessaires relatives à la méthodologie d'étude, la procédure expérimentale, les résultats obtenus et les limites existantes dans les études antérieures.

Le deuxième chapitre est principalement destiné à une campagne expérimentale, à l'échelle matériau, afin de caractériser le comportement thermomécanique d'un composite carbone/époxy (CFRP), d'un composite mortier/textile développé au sein du laboratoire LGCIE et d'un adhésif époxydique. Pour cela, une procédure expérimentale est développée et validée pour obtenir les résultats fiables des essais effectués à haute température en utilisant une machine thermomécanique, récemment modernisée, et une nouvelle technique de la mesure de déformation des matériaux grâce au capteur laser. La réponse thermomécanique des joints de colle présentant l'interface « composite – colle » d'un système de renforcement/réparation « substrat/ colle/ composite » est également étudiée dans différentes conditions de la variation de la température d'environnement. Enfin, l'efficacité de la protection thermique des isolants (protection incendie) ainsi que le caractère isolant thermique des matériaux sont expérimentalement examinés.

Le troisième chapitre est lié à une approche numérique pour déterminer préliminairement et approximativement les propriétés thermiques des matériaux et pour prédire la réponse thermomécanique d'un joint de colle CFRP/ colle/ CFRP. L'objectif principal de ce chapitre est de trouver les données thermomécaniques nécessaires et acceptables des matériaux étudiés et de développer une méthode de simulation numérique visant à déterminer la température de rupture de joints de colle en fonction du niveau de contrainte appliquée.

Le dernier chapitre est relatif à la synthèse des résultats retenus à travers ce travail et des perspectives.

Ce mémoire de thèse se termine par une annexe et une liste des documents bibliographique.

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX VIS-A-VIS DE LA TEMPERATURE

Introduction du chapitre

Ce chapitre est destiné à mettre en exergue les points saillants relativement au comportement des différents matériaux constitutifs du système de renforcement et des joints de colle qui seront traités plus bas. Il va de soi que cette incursion bibliographique vise à apporter des éclairages potentiellement profitables dans l'interprétation des résultats expérimentaux qui seront obtenus dans le cadre du présent travail.

En effet, bien que les joints de colle testés ne feront explicitement pas appel au béton ou béton armé (pour des raisons expérimentales et technologiques expliquées plus bas) il apparait pour autant nécessaire et salutaire d'en évoquer les principaux aspects attachés au comportement thermique ou thermomécanique dans la mesure ou de fortes similitudes avec les TRC ne sont pas à écarter et sont de nature à éclairer l'exploitation des résultats obtenus ultérieurement.

Ce chapitre sera précédé par des considérations plus générales mais indispensables à la compréhension des montages expérimentaux ainsi que l'approche méthodologique retenue. Une attention particulière sera portée sur la possibilité de mieux comprendre des études antérieures.

I.1. Généralité du feu

Un feu est une combustion. On le trouve dans des fours, des chaudières sous forme de combustion contrôlée. Dans le domaine de l'incendie il devient une combustion incontrôlée. Il peut alors provoquer un incendie.

I.1.1. Déroulement d'un incendie

Pour qu'un feu (une combustion) prenne naissance, trois conditions doivent être réunies simultanément, *Figure 1* :

- Présence d'un combustible : matière inflammable de type solide (bois, charbon, papier..), liquide (essence, alcools...), gazeux (butane, propane...).

- Présence d'un comburant : une substance chimique qui a pour propriété de permettre la combustion d'un combustible (oxygène, air, peroxyde...).

- source de chaleur-flamme : source d'énergie nécessaire au démarrage de la combustion (flamme, étincelle, décharge électrique...)

La présence simultanée de ces trois éléments forme ce qu'on appelle le triangle du feu, *Figure 1*. L'absence d'un des trois éléments empêche le déclenchement de la combustion.



Figure 1 : Triangle du feu [1]

I.1.2. Développement d'un incendie

Généralement, la durée d'un incendie comporte idéalement les périodes suivantes: le développement (depuis l'ignition à l'embrasement généralisé – flashover), la pleine intensité et la décroissance. Ces différentes phases sont schématisées dans la *Figure 2*, montrant l'évolution de la température dans un compartiment en fonction du temps.



Figure 2 : Phases de développement d'un incendie [2]

Au cours de l'évolution de l'incendie, il peut exister une transition rapide entre les deux premières phases, nommées l'embrasement généralisé ou le flashover. Ce phénomène se passe généralement à une température de 500 °C à 600 °C, s'il suffit du fuel, de la ventilation ou la propension de propagation du feu. A défaut, l'incendie dans le compartiment ne peut pas

atteindre un taux de dégagement de chaleur suffisant pour que l'embrasement se produise. Le feu restera faible autour du point d'ignition (*Figure 3*, à gauche, la courbe au-dessous).

Première phase "Développement de l'incendie" comprend:

- Une période de feu couvant, où la température est localisée au point d'ignition; les premiers gaz et la fumée apparaissent; le feu couvant à une très basse température et une durée qui est difficile à estimer.

- Une période de déclenchement de l'incendie, où le foyer est vif mais encore localisé, le rayonnement ou le contact des flammes atteint les matières proches, les gaz chauds se dégagent et emplissent le volume.

Embrasement généralisé:

Les gaz chauds accumulés entraînent les combustibles à une inflammation sous l'action de leur température; le feu est brusquement généralisé dans une durée très courte.

Deuxième phase "pleine intensité":

La température s'élève jusqu'au pic et diminue, selon [3], jusqu'au moment où la température est égale 80% de la valeur maximale (*Figure 3*, à droite).

Troisième phase "décroissance"

La violence de feu décroît avec la disparition progressive du combustible.



Figure 3: Les phases de température-temps d'un compartiment de feu bien ventilé (Courbe de feu idéale à gauche; courbe à droite est typique de l'histoire de température des gaz contenus dans un compartiment de feu selon [3])

La sévérité du feu et la durée de ces phases dépendent de plusieurs paramètres:

- quantité et répartition des matériaux combustibles (la charge combustible);
- vitesse de combustion de ces matériaux;

- conditions de ventilation (ouvertures);
- géométrie du compartiment;
- propriétés thermiques des parois du compartiment;
- mesures actives de lutte contre l'incendie.

Parmi ces éléments, la charge incendie et la ventilation sont les deux facteurs les plus importants. Le feu sera contrôlé par le combustible s'il y a suffisamment d'oxygène disponible pour la combustion. Il sera contrôlé par la ventilation s'il n'y a pas suffisamment d'oxygène.

I.1.3. Modélisation d'un incendie

En général, un incendie est représenté de façon plus simple par des courbes nominales, par exemple les courbes ISO 834 ou ASTM E119 (bâtiments), la courbe d'hydrocarbures majorée (tunnels), la courbe d'hydrocarbures (pétrochimie et plate-formes en mer), voir la figure *Figure* 4. Ces courbes montrent des relations donnant l'évolution de la température des gaz en fonction du temps.

D'après Denoël [2], les courbes nominales ont été développées pour tester expérimentalement les éléments de construction, afin d'en établir un classement relatif tant pour leur résistance que pour leur réaction au feu. Il est souhaitable que les éléments testés dans différents fours subissent la même action thermique. Pour la modélisation d'un incendie dans un bâtiment, ces courbes constituent une référence conventionnelle. Les courbes les plus fréquemment utilisées sont présentées sur la *Figure 4*. Elles ont été établies à partir de l'expérience sur des feux réels, se produisant dans les bâtiments, la pétrochimie/plates-formes en mer et les tunnels.



Figure 4 : Différentes courbes de température [2]

La courbe standard ISO 834 est caractérisée par une température ambiante qui augmente de façon continue avec le temps, mais à un taux décroissant. Elle constitue une courbe logarithmique mise à profit pour les essais en laboratoire. La valeur de durée de résistance au feu n'indique donc pas la durée réelle pendant laquelle une composante résiste dans un incendie de bâtiment, mais elle constitue une référence correspondant à la sévérité d'un incendie auquel la composante peut résister. L'équation de cette courbe ISO et quelques paires de valeur de temps - température sont présentées ci-dessous et les valeurs de température correspondant à chaque durée du temps sont calculées dans le *Tableau 1*.

$$\theta_{\rm g} = 20 + 345 \, \log_{10}(8t+1) \tag{1}$$

Avec: θ_g = température des gaz dans le compartiment en feu (en °C) t = temps après le début de l'essai (en minutes)

Temps (min)	Température (°C)	Temps (min)	Température (°C)
0	20	90	1006
5	576	120	1049
10	678	180	1110
15	739	240	1153
30	842	300	1186
60	945	360	1214

Tableau 1 : valeurs principales de la courbe conventionnelle température/ temps - ISO 834

L'équation caractérisant la courbe standard (1) met en évidence deux phases distinctes lors d'un incendie (voir la *Figure 5*) : d'une part, la période d'embrasement généralisé durant laquelle se produit une augmentation très rapide de la température ou un choc thermique (jusqu'à une température d'environ 800 °C), suivie d'autre part, de la période où l'incendie est entièrement développé, caractérisée par une augmentation moins rapide de la température pouvant aller jusqu'à 1200 °C. Cette courbe a plutôt comme vocation de représenter les feux de produits cellulosiques.



Figure 5 : Courbe conventionnelle température / temps - ISO 834

La courbe ISO 384 dont l'avantage pratique est certaine, présente des écarts par rapport à un incendie naturel prenant effet dans les bâtiments. En effet, les éléments suivants peuvent être notés:

- la courbe ISO est une courbe théorique, qui peut être dépassée durant un temps limité dans le cadre d'un incendie réel; En outre, il n'existe qu'une seule courbe ISO pour tous les types de bâtiments, quelles que soient les conditions de charge calorifique et de ventilation. Cependant, des travaux de l'Institut national de recherche et de sécurité (INRS) [4], montre qu'il n'y a que 6 % des incendies durant plus d'une heure assortis d'un foyer pouvant atteindre 1130 °C ;

- la courbe ISO doit être prise en considération pour toute la zone concernée, même si celle-ci est très grande. En réalité, lors d'un incendie, la température est susceptible de sensiblement varier selon l'endroit considéré ;

- la courbe ISO ne tient pas compte de la phase de « pré-flashover » d'un incendie réel ;

- la courbe ISO implique une température toujours croissante. Dans la pratique, il est établi que la température commence à diminuer après que la plus grande partie des combustibles a brûlé;

- la température est uniforme dans le compartiment; le seul paramètre dont elle dépend est le temps.

I.2. Comportement des matériaux vis-à-vis de la température

I.2.1. Comportement thermomécanique des bétons

Dans cette partie, un survol bibliographique présente synthétiquement les principales observations concernant le comportement à hautes températures des bétons à l'échelle du matériau, essentiellement le béton ordinaire. Cette revue de la littérature se justifie par le fait que le béton est habituellement le substrat du système de renforcement/réparation des structures renforcées par les matériaux composites qui sont étudiés dans cette thèse. En outre, les réponses thermomécaniques du béton à de hautes températures constitueront des indicateurs éclairants relativement à l'étude du matériau composite à matrice cimentaire renforcée de textiles (TRC) qui sera un des matériaux mobilisés dans le cadre de ce travail. En effet, les matériaux composites TRC sont constitués, entre composant, par du mortier. Les évolutions des principales propriétés (physiques, thermiques et mécaniques) du béton avec la température ainsi que les mécanismes de fissuration et d'endommagement sont brièvement présentés (Bazant et Kaplan [5], Hager [6], Fares [7], Nguyen [8], Missemer [9] Tshimanga [10] et Mindeguia [11]).

I.2.1.1. Phénomènes physiques et chimiques dans le béton chauffé

Le béton est constitué de trois composants essentiels : le ciment, les granulats et l'eau. D'après Missemer [9], au cours du temps, l'évolution des propriétés (mécaniques, physicochimiques, thermiques) est essentiellement liée à l'hydratation du ciment. Le ciment et l'eau confèrent la résistance au béton. Leur mélange déclenche des réactions d'hydratation permettant de passer d'un ciment anhydre à une pâte de ciment durcie. Les deux principaux hydrates formés sont les silicates de calcium hydratés, notés C-S-H et la portlandite, notée $Ca(OH)_2$ ou également CH. Le rôle de ces C-S-H est prépondérant dans la résistance de la pâte de ciment.

Dans le béton, l'eau existe sous diverses formes:

- L'eau libre dans les capillaires : c'est l'eau la plus facile à s'évaporer lors d'une élévation de température ;

- L'eau adsorbée : cette eau est liée chimiquement ou physiquement à la surface des hydrates. Cette eau peut être considérée comme un élément structurel, capable de transmettre des contraintes ;

- L'eau chimiquement liée : c'est l'eau qui compose les hydrates créés au cours de la réaction d'hydratation.

En se basant sur l'évaporabilité de l'eau, c'est-à-dire son aptitude à s'évaporer, on peut ainsi distinguer deux types d'eau [9]:

- l'eau "évaporable" : principalement l'eau libre et l'eau adsorbée librement, dont l'évaporation est possible entre 30°C et 120°C. De nombreux auteurs observent que cette évaporation dépend de la vitesse de montée en température. En effet, la part d'eau libre évaporée est plus importante pour une température donnée lorsque la vitesse de chauffage est faible. Cela se traduit par une perte de masse plus importante. Par contre, si cette vitesse est trop rapide, la vapeur peut se trouver piégée dans le béton.

- l'eau "non évaporable" : correspond à l'eau interfeuillets et l'eau chimiquement liée. Son évaporation nécessite un chauffage prolongé important qui ne peut pas être sans conséquences pour les granulats du béton et pour la pâte.

Les granulats constituent le squelette du béton et occupent environ 60-80% de son volume. Différents types de granulats peuvent être utilisés : calcaire, siliceux, silico-calcaire, grès, basalte, argile expansé...etc. Les granulats calcaires présentent de fortes liaisons avec la pâte de ciment du fait des réactions chimiques qui se produisent au cours du temps. En revanche, les granulats siliceux sont neutres au contact de la pâte de ciment et présentent donc de faibles liaisons.

Lorsque le béton est soumis à des températures en augmentation, différentes transformations physico-chimiques se produisent en son sein. Ces dernières peuvent concerner aussi bien la pâte de ciment durcie que les granulats.

(a) Modification de la pâte de ciment

Une analyse thermogravimétrique (ATG) ou thermodifférentielle (ATD) met évidence les transformations physico-chimiques qui se produisent dans la pâte de ciment suite à l'élévation de la température. Les principales transformations décrites par plusieurs auteurs (Hager [6], de Fares [7], Nguyen [8], Missemer [9]) sont synthétisées comme suit :

- Entre 30°C et 120°C : l'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'évaporent. A 100°C, l'éttringite $(3CaO \cdot A_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O)$ se décompose complètement.

- Entre 130°C et 170°C : la réaction endothermique de décomposition du gypse (CaSO₄·2H₂O) s'observe.

- La déshydratation du gel C-S-H observée avant 100°C se poursuit jusqu'à 450°C. L'eau liée chimiquement commence alors à s'échapper du béton.

- Entre 450°C et 550°C : décomposition de la Portlandite selon l'équation :

 $Ca(OH)_2 \xrightarrow{endothermique} CaO + H_2O$

- Entre 600°C et 700°C se produit la décomposition du CSH. C'est la seconde étape de déshydratation des hydrates de calcium au sein du béton. On a donc une nouvelle phase d'évacuation de l'eau liée chimiquement.

- A partir de 650°C : décomposition endothermique du calcaire selon l'équation :

 $CaCO_3 \xrightarrow{endothermique} CaO + CO_2$

- A partir d'environ 1300°C : début de fusion des constituants (la pâte et des granulats) ce qui provoque la destruction complète du matériau.

Lorsque les transformations physico-chimiques mentionnées ci-dessus se produisent dans le béton, elles s'accompagnent de variations de masse ou de température suivant l'exothermie ou l'endothermie de la réaction, comme illustré sur la *Figure 6*.



Figure 6 : Analyses thermogravimétrique (ATG) (a) et thermodifférentielle (ATD) (b) de quatre pâtes de ciment différentes (MIX01, MIX02, MIX03, MIX04) dans une étude de Ye et al, d'après Missemer [9]

Durant la phase de refroidissement, certains auteurs ont montré un processus de réhydratation des silicates qui conduit à la formation de nouveaux gels de C-S-H. De plus, une nouvelle formation de la portlandite est observée (Nguyen [8]).

(b) Evolution des granulats

Au cours d'une élévation de température, les granulats subissent des modifications physico-chimiques. C'est essentiellement la structure minérale qui est modifiée avec la température.

Les granulats calcaires sont assez stables jusqu'à une température comprise entre 650°C et -700°C. Elle constitue le début d'une perte de masse de l'ordre de 40% (*Figure* 7-a). Cette perte est liée à la transformation de la calcite (CaCO₃) en CO₂ et CaO. La chaux libre (CaO) ainsi formée peut réagir avec l'humidité de l'air durant la phase de refroidissement et se transformer en portlandite (Ca(OH)₂) en multipliant son volume par 2,5. La formation d'une nouvelle portlandite entraîne un accroissement de fissures dans le béton qui engendre une baisse de la résistance résiduelle (résistance mesurée après refroidissement) par rapport à la résistance à chaud des bétons à granulats calcaires chauffés au-delà de 700°C.

Pour les granulats de quartzite (siliceux) (*Figure* 7-b), un comportement physique relativement stable vis-à-vis de la température imposée est constaté. La structure de ces minéraux contient de l'ordre de 20% d'eau combinée. Cette eau, entre 120 °C - 600°C est capable de se libérer partiellement en réduisant la résistance de ce matériau. Ce départ d'eau peut entraîner un clivage des granulats. Autour de 570°C, la transformation des granulats quartziques de la phase α à la phase β se produit. Elle s'accompagne d'un gonflement (un changement de volume de 1 à 5,7%). Cette variation de volume pourrait engendrer un endommagement dans le béton.



Figure 7 : Analyse thermogravimétrique des granulats calcaires(a), siliceux (b) dans une étude de Xing, d'après Nguyen [8]

I.2.1.2. Evolution des propriétés physiques du béton au cours de l'échauffement *(a) Porosité*

La mesure de la porosité à l'eau ou au mercure de bétons chauffés a fait l'objet de nombreuses études. Les résultats ont montré une augmentation de la porosité avec la température

pour le béton ordinaire ou le béton à hautes performances (Nguyen [8]). D'après Fares [7], à travers le Projet National BHP 2000, les auteurs ont trouvé une augmentation de 2.3% pour un béton ordinaire et 0.9% pour un béton à haute performance entre 105 °C et 400°C. La *Figure 8*, présentée dans l'étude de Missemer [9], nous montre l'évolution de la porosité totale à l'eau des bétons avec la température comme un exemple. L'augmentation de la porosité peut être le résultat de deux processus : le départ d'eau (eau libre et une partie de l'eau liée) augmente le volume poreux du matériau et l'apparition de la pâte, les incompatibilités de déformation pâte/ granulat et les contraintes thermomécaniques (reliées aux gradients thermiques). La *Figure 9*, issue d'essais au porosimètre à mercure, montre l'évolution de la porosité en fonction de la température d'un béton ordinaire. Celle-ci augmente régulièrement et modifie le comportement thermique du matériau.



Figure 8 : Évolution de la porosité totale d'un béton ordinaire BO (Rc=36 MPa) et d'un béton à haute performance BHP (Rc=110 MPa) [9]



Figure 9 : Évolution de la distribution des pores pour des bétons ordinaires Missemer [9]

(b) Perméabilité

La perméabilité est couramment utilisée pour évaluer les propriétés de transport du béton. La perméabilité des bétons dépend fondamentalement de la porosité de la pâte de ciment qui, à son tour est tributaire du rapport Eau/ Ciment (E/C) ainsi que du vieillissement du béton [7].

La plupart des études traitant de l'évolution de la perméabilité des bétons avec la température ont montré une augmentation de la perméabilité du matériau avec l'élévation de la température (*Figure 10* et *Figure 11*). Cette augmentation est franche à partir de températures de l'ordre de 100 °C. Cette augmentation de perméabilité peut être attribuée au départ de l'eau capillaire par séchage, à la microfissuration de la matrice à cause de la déshydratation des CSH et à l'incompatibilité de déformation entre la pâte de ciment et les granulats.





Figure 10 : Perméabilité de mortiers en fonction de la température [7]

Figure 11 : Evolution de la perméabilité du béton en fonction de la température [10]

D'après Mindeguia [11], l'endommagement du matériau et sa perméabilité sont profondément liés, même à température ambiante. A haute température, et sous l'effet combiné, le béton subit différents endommagements par exemple :

- endommagement de la matrice dû à sa déshydratation,

- microfissuration de la matrice, de l'interface pâte/ granulat et des granulats due à l'incompatibilité de déformation,

- endommagement thermomécanique dû aux gradients thermiques (particulièrement important lors d'un chauffage rapide comme un incendie), la perméabilité du béton augmente fortement, facilitant ainsi le mouvement des fluides.

(c) Perte de masse

Durant l'échauffement du béton, sa masse est soumise à une diminution due à l'évaporation de l'eau et la déshydratation progressive des hydrates de la pâte de ciment. La *Figure 12* nous montre une courbe caractéristique de la perte de masse durant l'échauffement,
ainsi que la courbe de la vitesse de la perte de masse. L'évolution de la perte de masse est regroupée en trois domaines : de 20 - 150°C, on observe une faible perte de l'ordre de 3% ; entre $150 \div 300$ °C une perte rapide puis au-delà de 300°C, un ralentissement de perte de masse (Nguyen [8]).



Figure 12 : Perte de masse durant l'échauffement et vitesse de perte de masse en fonction de la température, Hager [6]

(d) Densité apparente

Les mesures de la densité apparente pour trois bétons à hautes performances (BHP) et un béton ordinaire (BO) dans le Projet National BHP 2000 (Voir Hager [6] et Fares [7]) sont représentées sur la *Figure 13*. Ces résultats montrent une faible diminution de la densité des bétons dans la gamme des températures entre 100°C et 400°C à cause de l'expansion thermique du matériau et du départ de l'eau (Mindeguia [11]).

Selon l'Eurocodes EN 1992-1-2:2004 [12], la variation de la masse volumique avec la température est influencée par la perte d'eau et est définie comme suit :

$\rho(\theta) = \rho(20^{\circ}C) = \text{densité de référence}$	for $20^{\circ}C \le \theta \le 115^{\circ}C$
$\rho(\theta) = \rho(20^{\circ}\text{C}).(1 - \frac{0.02(\theta - 115)}{85})$	for $115^{\circ}C < \theta \le 200^{\circ}C$
$\rho(\theta) = \rho(20^{\circ}\text{C}).(0.98 - \frac{0.03(\theta - 200)}{200})$	for 200°C < $\theta \le 400$ °C
$\rho(\theta) = \rho(20^{\circ}\text{C}).(0.95 - \frac{0.07(\theta - 400)}{800})$	for $400^{\circ}C < \theta \le 1200^{\circ}C$



Figure 13 : Densité apparente des bétons du Projet National BHP 2000, Hager [6] ; M30 C béton ordinaire de granulats calcaire, résistance en compression moyenne fc_{moyen} = 30 MPa ; M75 C - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_{moyen} = 75 MPa ; M75 SC - béton à haute performance de granulats silico - calcaire, fc_{moyen} = 75 MPa ; M100 C - béton à haute performance de granulats calcaire, fc_{moyen} = 100 MPa.

I.2.1.3. Dilatation thermique

Soumis à un changement de température, le béton subit une déformation thermique. Cette déformation thermique du béton est conditionnée par la dilatation thermique de la matrice et celle des granulats. Elle dépend fortement des propriétés de ses constituants notamment de leur nature et de leur quantité.

(a) Dilatation thermique de la pâte de ciment durcie

La pâte de ciment durcie se dilate dans un premier temps jusqu'aux environs de 150° C (l'expansion maximum constatée étant de l'ordre de 0,2 %). Puis elle subit un retrait important, *Figure 14*. La phase de dilatation initiale est généralement attribuée aux mouvements et à la dilatation volumique des molécules d'eau (sous toutes ses formes) ainsi qu'à la réduction des forces capillaires de l'eau sur le solide du fait de l'augmentation de la température (Bazant et Kaplan 1996, rapporté par Nguyen [8] et Mindeguia [11]). La phase de contraction est liée au départ de l'eau contenue dans le matériau. La transition depuis la phase dilatante vers la phase de contraction du matériau dépend de la vitesse de chauffage, *Figure 15*. Ce résultat semble montrer l'influence de la cinétique de départ de l'eau du matériau sur sa dilatation thermique, d'après Mindeguia [11].

(b) Dilatation thermique des granulats

Les granulats ont une expansion thermique différente de celle de la pâte de ciment. En général, les granulats utilisés pour la confection des bétons se dilatent sur la gamme de température atteinte lors d'un incendie. Cette expansion thermique dépend de la nature minéralogique des roches notamment de leur teneur en silice. Le granulat calcaire a un coefficient

d'expansion thermique plus faible que celui du granulat de nature siliceuse mais plus haute que le granulat de basalte (Nguyen [8]). Le coefficient de dilatation thermique est défini comme le pourcentage de variation de la longueur d'une éprouvette par un degré d'élévation de la température. De plus, la transformation du quartz- α en quartz- β autour de 570 °C s'accompagne d'un gonflement du granulat de quartzite (siliceux).



Figure 14 : Dilatation thermique de pâtes de ciment durcies selon 4 travaux différents, reportés par Mindeguia [11]



Figure 15 : Influence de la vitesse de chauffage sur les déformations thermiques de la pâte de ciment, Hager [6]

La *Figure 16* présente les évolutions de l'expansion thermique de différents granulats. Tous les granulats se dilatent avec la montée de la température. Durant la phase de refroidissement, leur expansion thermique est irréversible.



Figure 16 : Evolution avec la température de la dilatation longitudinale de différents types de roches a) calcaire ; b) quartz ; c) basalte, Hager [6]

(c) Dilatation thermique du béton

La dilatation thermique des bétons est principalement liée à celle des granulats qui occupent environ 70 % du volume du béton. Elle dépend fortement de la nature des granulats, de la teneur en eau initiale et de la stabilité thermique et chimique du béton (Menou [13], Kodur [14]). La *Figure 17* montre la déformation thermique de différents types de béton de granulats légers, calcaires, basaltiques et quartzitiques. Les constatations suivantes ont été faites :

- Les déformations thermiques du béton sont non linéairement dépendantes de la température.

- Le facteur prépondérant de la dilatation thermique est la nature des granulats.

- Au-delà de 600°C, la plupart des bétons présentent une faible dilatation et parfois un léger retrait, dus aux décompositions chimiques de leurs différents composants.

L'évolution opposée de la dilatation thermique des granulats et de la pâte de ciment génère des incompatibilités de déformation qui provoquent des contraintes de traction au sein de la pâte de ciment, des contraintes de compression au niveau des granulats et des contraintes tangentielles à l'interface pâte de ciment/ granulat. Cette évolution opposée est d'autant plus importante que les granulats présentent une forte expansion thermique, comme cela peut être le cas des granulats à teneur élevée en silice. Ce comportement opposé granulats – pâte de ciment pourrait donc engendrer l'endommagement du matériau béton. L'une des conséquences de cet endommagement est l'apparition de fissures dans la matrice, transgranulaires et surtout à

l'interface pâte de ciment/ granulat du fait que la zone de transition possède des propriétés mécaniques faibles, voir la *Figure 18*.



Figure 17 : Déformations thermiques des bétons avec différents types de granulat dans l'étude de Piasta, reporté par Hager [6] : 1. silicieux, 2. grès, 3. calcaire, 4. basaltes, 5. argiles expansées, 6. pâte du ciment



Figure 18 : Observations d'échantillons de béton chauffés à 600 °C par Hager [6]. A gauche, nous observons une fissuration dans la pâte de ciment et à l'interface pâte/ granulat. A droite, fissuration transgranulaire traversant des quartzs

I.2.1.4. Evolution des propriétés thermiques du béton

(a) Conductivité thermique

La conductivité thermique est l'aptitude d'un matériau à conduire la chaleur. Elle représente l'énergie (quantité de chaleur) transférée par unité de surface et de temps sous un gradient de température de 1 kelvin par mètre. Pour le béton cette grandeur dépend de nombreux paramètres : la porosité, la température, le degré d'hydratation, la teneur en eau, le type de granulats (Menou [13]). La conductivité thermique des bétons à la température ambiante est de l'ordre de 1,4 et 3,6 W/m.°C. La conductivité thermique du béton à haute performance (BHP) est

généralement supérieure à celle du béton ordinaire (BO) en raison du faible rapport eau/ ciment (E/C) et de l'utilisation de différents liants dans le BHP (Kodur [14]).

Cette propriété diminue, d'une manière générale, lorsque la température augmente. La *Figure 19* illustre la variation de la conductivité thermique du béton ordinaire en fonction de la température basée sur les données d'essais publiés et les relations empiriques. La baisse de la conductivité thermique est attribuable au séchage du matériau, à la déshydratation des C-S-H ce qui créent des vides (Missemer [9]). De plus, l'apparition et le développement des fissures, causées par l'incompatibilité de déformation entre le retrait de la pâte de ciment et la dilatation des granulats, limitent le transfert de chaleur dans le béton (Nguyen [8]). La variation des données mesurées sur la conductivité thermique est représentée par la zone ombrée dans la *Figure 19*. Cette variation en données publiées est principalement attribuable à la teneur en eau, au type de granulats, aux conditions d'essai, et aux techniques de mesure utilisées dans les expériences (Kodur [14]).



Figure 19 : Variation de la conductivité thermique du béton ordinaire en fonction de la température, Kodur [14] (ASCE : American Society of Civil Engineers)

(b) Chaleur spécifique

La chaleur spécifique ou la capacité calorifique (J/kg.K) est la quantité de chaleur par unité de masse, nécessaire pour faire élever la température d'un matériau d'un degré. Cette quantité d'énergie est absorbée ou restituée par des réactions endothermiques ou exothermiques dans le matériau. Par conséquence, la chaleur spécifique du béton va être fortement sensible aux différentes transformations physico-chimiques à des températures élevées, plus particulièrement le départ de l'eau libre (séchage du matériau à environ 100 °C), la déshydratation des C-S-H, la déshydroxylation de la portlandite (entre 400 et 500 °C), et la transformation du quartz- α en quartz- β autour de 570 °C de granulat siliceux (Nguyen [8], Kodur [14]).

La chaleur spécifique du béton à la température ambiante varie dans la gamme de 840 J/kg.K et 1800 J/kg.K pour différents types de granulats (Kodur [14]). Celle-ci de la pâte de ciment durcie varie de 700 à 1700 J/kg.K à température ambiante (Mindeguia [11]). Cette grandeur augmente d'une manière générale avec la montée de la température à cause des réactions endothermiques. La *Figure 20* présente l'influence des types de granulat sur la chaleur spécifique de bétons. D'après Nguyen [8], une augmentation de cette grandeur du béton des granulats siliceux se produit autour de 500 °C liée à la transformation du quartzite, et un accroissement violent de celle du béton calcaire entre 600 °C et 800 °C lié à la consommation de chaleur sous forme latente pour la décarbonatation du calcaire. L'effet de séchage a été pris en compte dans l'Eurocodes EN 1992-1-2:2004 [12], *Figure 21*. Dans cette dernière figure, un pic de chaleur spécifique entre les températures 100°C et 200°C est dépendant de la teneur en eau du béton.



Figure 20 : Chaleur spécifique de bétons de différents granulats, Nguyen [8]

Figure 21 : Chaleur spécifique en fonction de la température des bétons à trois teneurs en eau différentes, Eurocodes [12]

1200

D'après Kodur [14], la présence de fibres a également une influence mineure sur la chaleur spécifique du béton. A titre d'exemple, pour le béton fibré par des fibres de polypropylène, la combustion de ces fibres produit des micro-canaux de libération de vapeur; et donc la quantité de chaleur absorbée pour la déshydratation de l'eau chimiquement liée diminue. Ainsi, la chaleur spécifique de ce béton est réduite dans la gamme de température de 600-800°C. Toutefois, le béton renforcé par des fibres d'acier montre une chaleur spécifique élevée dans la gamme de température 400-800 °C, qui peut être attribuée à la chaleur supplémentaire absorbée pour la déshydratation de l'eau liée chimiquement.

I.2.1.5. Évolution des propriétés mécaniques du béton

En général, la résistance à la compression, la résistance à la traction et le module élastique en compression diminuent avec l'augmentation de la température. Des transformations chimiques se produisent au cours du chauffage induisant une dégradation de la microstructure du béton (Nguyen [8]).

(a) Résistance en traction

Dans la littérature il existe peu de résultats concernant l'évolution de la résistance en traction du béton 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. Cette propriété peut être obtenue, d'un point de vue thermique, à chaud ou en résiduel (après refroidissement) et d'un point de vue technique par traction directe ou par fendage ou par flexion. La plupart des chercheurs proposent des résultats d'évolution de la résistance en traction des bétons à partir d'essais « résiduels » et ceux de fendage ou de flexion (Hager [6], Mindeguia [11]). Le manque de résultats de traction directe « à chaud » est principalement lié à la difficulté de la réalisation des essais à haute température (problèmes d'alignement de l'éprouvette, de flexion parasite, d'influence des appareils d'appuis, de rigidité de la presse, de gradients thermiques, etc.) (Mindeguia [11], Hager [6]).

Plusieurs travaux montrent que la résistance de traction des bétons diminue avec l'augmentation de la température (cependant, pour les pâtes de ciment, les observations dans les essais de traction directe « à chaud », réalisées par certains auteurs ont montré que leur résistance en traction augmente jusqu'à 400°C, Hager [6]). Cette diminution peut être attribuée à l'endommagement thermique du béton sous la forme des microfissures (Kodur [14]). De plus, l'évolution de la résistance en traction du béton avec la température est affectée par les mêmes paramètres que pour la résistance en compression : nature du liant et des granulats; teneur en eau; conditions expérimentales comme la durée et le taux de chauffage et de refroidissement; la géométrie des éprouvettes; type d'essai (fendage, flexion ou traction directe); protocole d'essai (à chaud ou résiduelle, c'est-à-dire l'essai direct à haute température ou l'essai effectué à la température ambiante sur une éprouvette qui est préalablement soumise à un cycle échauffementrefroidissement); présence des fibres ajoutées dans le béton... La Figure 22 présente à titre d'exemple les résultats de résistance à la traction en fonction de la température, qui sont collectés dans la littérature par Fares [7]. Sur cette figure, on observe en général une baisse de la résistance de traction avec la montée de la température. Jusqu'à 300°C, ces valeurs sont assez dispersées avec des résistances relatives allant de 35 % à 100 %. Par contre, les valeurs fournies par l'Eurocode représentent plutôt des valeurs moyennes. Au-delà de 300°C, les résultats sont tous supérieurs aux valeurs données par l'Eurocode. Il existe également dans la littérature quelques résultats qui montrent que la résistance en traction du béton mesurée « à chaud » pourrait croître avec l'élévation de la température, Figure 23.

(b) Résistance en compression

La résistance en compression du béton à des températures élevées a été largement étudiée dans la littérature. D'une manière générale, les résultats de la littérature montrent que la résistance à la compression du béton (à chaud ou après refroidissement) diminue avec l'augmentation de température, surtout au-delà de la température 300°C ÷ 400°C (Nguyen [8]). Cela est attribué à l'effet conjugué des transformations physico-chimiques et des incompatibilités de déformation pâte/ granulats (provoquant la fissuration de la matrice, l'augmentation de la porosité) (Mindeguia [11]). Toutefois, entre 150°C et 250°C, il est parfois d'observer une stabilisation voire même une augmentation de la résistance en compression de certains bétons. La phase de séchage et le début de la déshydratation provoquent un retrait de la matrice, améliorant ainsi la compacité du matériau et donc sa résistance en compression (Mindeguia [11]). Nous invitons le lecteur à consulter Bazant et Kaplan [5], Hager [6], Fares [7], Nguyen [8] et Missemer [9], Tshimanga [10], Mindeguia [11] pour élargir l'étude bibliographique sur ce sujet.



Figure 22 : Différents résultats concernant l'évolution de la résistance à la traction en fonction de la température, reportés par Fares [7]



Figure 23 : Evolution de la résistance en traction du béton testé « à chaud », par traction directe, Hager [6].

I.2.1.6. Conclusion

L'objectif de cette partie bibliographique est de synthétiser les principales observations et des résultats expérimentaux concernant l'évolution du comportement du béton à haute température. Elle montre que le béton subit de nombreuses transformations physico-chimiques durant l'exposition à des températures élevées. Celles-ci modifient fortement les propriétés thermomécaniques du matériau. Ces diverses transformations physico-chimiques sont la transformation de l'eau en vapeur, la déshydratation du gel C-S-H, la déshydroxylation de la portlandite, la transformation des phases du quartzite et la décarbonatation des calcaires.

Parmi les paramètres qui influencent significativement le comportement du béton à haute température, figure la présence de l'eau dans le matériau. Cette dernière est présente dans le béton sous forme d'eau libre, d'eau capillaire, d'eau adsorbée et d'eau chimiquement liée aux hydrates de ciment. Durant l'augmentation de la température, l'eau s'échappe progressivement du matériau en commençant par l'eau libre faiblement liée puis à la déshydratation des hydrates. Cela représente la principale cause de perte de masse du béton, et provoque corrélativement la variation de volume du matériau alors que des contraintes thermiques sont induites par les pressions de vapeur d'eau dans les pores et le gradient thermique.

Lors de la montée en température, la combinaison entre les transformations physicochimiques, l'évaporation d'eau, la pression dans les pores et l'incompatibilité de déformation entre la pâte de ciment durcie et les granulats (la pâte de ciment durcie se contracte à partir d'environ 150 °C alors que les granulats se dilatent continuellement) entraîne la déstructuration de la pâte de ciment durcie et des granulats. Cette déstructuration affecte directement les propriétés thermiques, mécaniques et de transfert du matériau béton. Ceci se traduit par :

- une augmentation de la taille caractéristique des pores, de la porosité et de la perméabilité du béton. Celle-ci est profondément liée au départ d'eau, à l'apparition de microfissures (ces microfissures sont dues à la déshydratation de la pâte de ciment durcie, aux

incompatibilités de déformation pâte/ granulat et aux contraintes thermomécaniques) et à la fusion des petits pores;

- des variations des propriétés thermiques telles que la conductivité thermique (une diminution) et la chaleur spécifique. La baisse de la conductivité thermique est attribuable au séchage du matériau, à l'apparition et au développement des fissures, des vides (qui sont causées par l'incompatibilité de déformations pâte de ciment/ granulats et par la déshydratation des C-S-H). La variation de la chaleur spécifique est étroitement liée à l'effet de séchage du matériau et à des réactions endothermiques (décomposition du gypse, décomposition du calcaire, décomposition de la Portlandite, transformation du quartzite, décarbonatation du calcaire);

- une modification (qui est généralement une diminution) de la résistance en compression, de la résistance en traction, du module d'élasticité avec l'élévation de la température. La principale raison de cette diminution peut être attribuée à l'endommagement thermique du béton : l'augmentation de la microfissuration et de la porosité ; les contraintes internes. Néanmoins, il existe également quelques résultats expérimentaux qui montrent une augmentation de la résistance en traction du béton et celui de la pâte de ciment (mesurée « à chaud », par traction directe) à certaines températures élevées;

- et de plus, le phénomène de l'éclatement. Ce phénomène peut être principalement attribué à deux processus : le processus thermomécanique (qui provoque des contraintes thermiques) et le processus thermo-hydrique (une élévation de la pression interne des pores).

Ces modifications mentionnées ci-dessus ont un caractère irréversible en raison du caractère irrémédiable des réactions chimiques (déshydratation) et micro-structurelles (rupture de cohésion) qui se produisent.

Enfin, il convient de remarquer qu'une dispersion importante de la résistance en traction du béton soumis à des températures élevées est constatée. Elle s'explique par la différence des protocoles d'essai et la multiplicité des paramètres expérimentaux.

I.2.2. Comportement du matériau composite FRP en fonction de la température

L'utilisation des composites à matrice à base de polymère, renforcée par des fibres (FRP) est de plus en plus répandue dans le génie civil pour les applications de renforcement/réparation. Une abondance de recherches existe dans la littérature sur le comportement de ces matériaux à la température ambiante ou à des conditions d'exploitation courantes. Toutefois, compte tenu des faibles dispositions des résines employées (essentiellement la résine époxidique) le comportement à haute température est très rarement traité. A cet effet, il est loisible de citer les travaux [15], [16], [17], [18], [19], [20], [21], [22]. En général, les essais expérimentaux disponibles visant la caractérisation des propriétés thermomécaniques des composites FRP à haute température sont encore en petit nombre. Quelques essais ont été réalisés pour évaluer la résistance à la traction résiduelle de composite FRP après une exposition à des températures élevées.

Cette partie fournira une description générale du comportement d'un composite à matrice polymère thermodurcissable (essentiellement le composite à matrice à base de résine époxydique) et les variations de leurs propriétés mécaniques en sollicitation de traction uniaxiale ainsi que leurs propriétés thermiques sous l'effet de températures élevées.

I.2.2.1. Comportement en traction du matériau composite FRP à température ambiante :

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux composants non miscibles (mais ayant une forte capacité de pénétration) dont les propriétés se complètent. L'assemblage final possède des propriétés qui sont supérieures à celles de chacun des matériaux constitutifs considéré isolément. Le matériau composite FRP (fiber reinforced polymer) est simplement défini comme une matrice à base de polymère, renforcée par des fibres.

Les polymères font partie des matériaux «idéaux », à température ambiante, car ils peuvent être facilement traités, possèdent le poids léger et les propriétés mécaniques souhaitables. Dans le domaine des composites à matrice organique, on considère généralement deux types principaux de résines polymères: les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables. La différence physique primaire en ces deux types de résine est que, d'après Pascault et al [23], "Sur la base de leur réponse à la température, les matières plastiques peuvent être classées en deux catégories principales: les thermoplastiques et les thermodurcissables. Un thermoplastique se comporte comme un fluide au-dessus d'un certain niveau de température, mais le chauffage d'un thermodurcissable conduit à sa dégradation sans le passage par un état fluide.". Le polyéthylène, le polypropylène, le polychlorure de vinyle et le polystyrène sont des thermoplastiques. L'utilisation de ces résines dans le domaine du génie civil est assez limitée à l'heure actuelle. En général, les résines thermoplastiques possèdent une viscosité élevée à l'état fondu (Nakamura [24]) (ce qui rend difficile à imprégner des fibres ou ce qui nécessite un équipement complexe et coûteux) et des propriétés mécaniques qui sont plus faibles que celles thermodurcissables (Berthelot [25], Massot [26]). En construction de génie civil, les résines thermodurcissables sont de loin les plus utilisées. Elles sont couramment les polyesters insaturées, les phénoliques, les vinylesters et les époxydes. Parmi ceux-ci, les résines époxydes sont largement utilisés dans les résines pour des préimprégnés et des adhésifs structuraux. Ces résines offrent plusieurs avantages tels que de bonnes propriétés mécaniques (en traction et en compression) un faible retrait au moulage, une bonne résistance à l'humidité et aux agents chimiques, une bonne adhérence sur plusieurs types de support et une bonne performance à température élevée (Berthelot [25]). Les propriétés typiques de l'époxy utilisé dans les applications de génie civil sont données dans le Tableau 2 ci-dessous.

Les fibres supportent la majorité des contraintes mécaniques et fournissent la résistance et la rigidité d'un composite FRP. Elles peuvent être fabriquées en forme continue ou discontinue. Dans le composite FRP, elles travaillent essentiellement en traction et se trouvent sous forme de mèches, de tissus ou de mats. Un ratio élevé longueur/ diamètre de fibre permet un transfert très efficace de la charge par l'intermédiaire de la matrice sur les fibres, ce qui permet ainsi d'exploiter pleinement les bonnes propriétés mécaniques des fibres (*fib bulletin 14* [27]). Les trois grandes familles des fibres utilisées dans les applications de génie civil sont le carbone, le verre et l'aramide. Leurs propriétés typiques sont présentées dans le *Tableau 3* et leurs comportements en traction à température ambiante sont illustrés sur la *Figure 24*. Malgré un coût élevé, les fibres de carbone sont les fibres les plus utilisées pour le renforcement / la réparation des structures des ouvrages de génie civil, car elles possèdent les performances mécaniques les plus intéressantes associées à une faible densité. Les fibres de verre sont classées en trois types : fibres de verre E, fibres de verre S et fibres de verre AR. Les fibres de verre AR ont des propriétés mécaniques similaires aux fibres de verre E, mais elles sont ajoutées une quantité considérable de zircon pour résister aux alcalis.

Propriété (à 20°C)	époxy durcissant à froid	
Densité (kg/m ³)	1100 - 1700	
Module Young (GPa)	0.5 - 20	
Module de cisaillement (GPa)	0.2 - 8	
Coefficient de poisson	0.3 - 0.4	
Résistance à la traction (MPa)	9 - 30	
Résistance de cisaillement (MPa)	10 - 30	
Résistance de compression (MPa)	55 -110	
Déformation de traction à la rupture (%)	0.5 - 5	
Énergie de rupture approximative (Jm ⁻²)	200 -1000	
Coefficient de dilatation thermique $(10^{-6})^{\circ}C$	25 - 100	
Absorption d'eau: 7 jours - 25 °C (% w/w)	0.1 - 3	
Température de transition vitreuse (°C)	45 - 80	

Tableau 2 : Propriétés typiques de la résine époxy, fib bulletin 14 [27]

Type de fibre	Diamètre (µm)	Densité	Résistance en traction (MPa)	Module de traction (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Température de fusion (°C)
Verre E	3 à 30	2,54	3 400	73 000	4,5	850
Carbone HR	8	1,78	3 500	200 000	1	2 500
Carbone HM	8	1,8	2 200	400 000	0,5	2 500
Aramide HR	12	1,45	3 100	70 000	4	480
Aramide HM	12	1,45	3 100	130 000	2	480

Tableau 3 : Propriétés typiques des différentes fibres, Houhou [28]

Une grande variété de formulations est disponible pour les composites FRP dans le domaine de génie civil. Le verre et le carbone sont les deux fibres les plus couramment utilisées et les matrices sont généralement des résines époxy ou des esters vinyliques. Selon le type de fibres utilisé, le composite FRP est nommé CFRP (à base de fibres de carbone), GFRP (à base de fibres de verre) ou AFRP (à base de fibres d'aramide). En général, la fraction volumique de fibres dans le composite FRP est d'environ 25% à 70% (*fib bulletin 14* [27]). Il existe différentes techniques de fabrication des composites par exemple la pultrusion ou le moulage au contact ou « hand lay-up ».



Figure 24 : Diagramme « contrainte-déformation » pour les différentes fibres, CNR-DT [29]

Dans les matériaux composites FRP, les fibres fournissent à la fois la capacité portante et la rigidité du composite, cependant la matrice est nécessaire pour distribuer la charge mécanique entre les fibres et protéger les fibres elles-mêmes. Le comportement mécanique du composite FRP dépendent de plusieurs facteurs tels que le type de résine et de fibre, la concentration du renfort (fraction volumique ou fraction massique) et sa distribution dans le volume du composite, la nature de l'interface matrice-renfort...

Les caractéristiques élastiques d'un composite unidirectionnel peuvent être estimées à partir des caractéristiques de ses constituants et en utilisant la « règle de mélange », par exemple les expressions suivantes:

$$E_{c} = V_{f}.E_{f} + (1 - V_{f}).E_{m}$$
⁽²⁾

$$f_c = V_f \cdot f_f + (1 - V_f) \cdot f_m$$
(3)

où V_f : la fraction volumique de fibres

 E_c , E_f et E_m : les modules d'élasticité du composite, des fibres et de la matrice, respectivement

 f_c , f_f et f_m : les résistances de traction du composite, des fibres et de la matrice, respectivement

Cette règle de mélange se fonde sur l'hypothèse d'une liaison parfaite entre les fibres et la matrice. Toutefois, les autres paramètres, tels que les caractéristiques de l'adhérence entre les fibres et la matrice, la présence de défauts, les vides ou le désalignement des fibres ne sont pas pris en compte. Ainsi, pour la conception, les valeurs fiables des propriétés mécaniques du composite doivent être obtenues à partir d'essais.

La *Figure 25* montre le comportement en traction des composites FRP se traduisant par des courbes « contrainte-déformation ». Une courbe d'un essai avec de l'acier est également inclue dans cette figure. Les composites présentent des comportements élastiques linéaires similaires à ceux des fibres dans la *Figure 24*. Ils ont généralement des résistances supérieures mais des déformations ultimes inférieures à l'acier. Les deux composites FRP de fibres de verre et d'aramide ont des modules qui sont considérablement inférieures à celui de l'acier dans la zone élastique, mais les composites FRP de fibres de carbone ont des modules qui sont comparables, voire plus élevés que ceux de l'acier, dans certains cas. Les FRP ont donc globalement un comportement en traction élastique linéaire à température ambiante.



Figure 25 : Courbes « contrainte-déformation » typiques des composites FRP, Bisby [30]

I.2.2.2. Processus d'une exposition des composites FRP à température élevée

Lors d'une exposition à des températures élevées ou à un feu, les composites FRP subissent des changements thermiques, chimiques et physiques complexes, impliquant les principaux processus résumés dans le *Tableau 4* et illustrés sur la *Figure 26*. Géométriquement, trois zones principales peuvent être définies sur l'épaisseur d'un stratifié de FRP (Mouritz et al [22], Bai et al [31]) :

- Zone 1 : Une zone de fibre, de charbon (le charbon est très poreux et fragile, fournissant une faible adhérence pour les fibres). La teneur en polymère dans cette zone est négligeable parce que la matrice est complètement dégradée, et toute matière organique résiduelle a condensé en charbon.

- Zone 2 : Une zone fine appelée la zone de décomposition (le front de réaction de décomposition) où la matrice de polymère a été chauffé jusqu'au-dessus de sa température de décomposition (T_d) mais inférieure à la température de formation de charbon (Mouritz et al [22]). Dans cette zone, la matrice est partiellement dégradée.

- Zone 3 : Une zone de matériau vierge (T < T_d). Dans cette zone le composite contient des fissures dans la matrice et celles à cause du délaminage entre les plis et à cause du décollement interfacial fibre-matrice. La région la plus proche de la surface froide du stratifié n'a pas été affectée par le feu car la température est encore faible pour provoquer le ramollissement ou la décomposition de la matrice.



Figure 26 : Schéma des processus de réaction dans la direction traversant de l'épaisseur d'un stratifié exposé à haute température ou au feu, Mouritz et al [22]

Avec l'augmentation de la durée d'exposition à un feu, les zones 1 et 2 se déplacent progressivement vers la surface froide, et finalement la matrice polymère est complètement dégradée en charbon. La *Figure 27* montre les températures approximatives sur lesquelles les différents processus se produisent dans un composite verre/ polymère.

- Conduction anisotrope de chaleur à travers la matière vierge et carbonisée (charbon)
- Dilatation/contraction thermique
- Déformation thermique
- Décomposition de la matrice polymère et des fibres organiques
- Augmentation de la pression due à la formation de gaz et la vaporisation de l'humidité
- Flux de gaz de la zone de réaction à travers la zone de carbonisation
- Formation de délamination, et des fissures dans la matrice
- Réactions entre le charbon et les fibres de renfort
- Ablation

Tableau 4 : Résumé des principaux processus se produisant lors qu'un composite est exposé au feu, Mouritza et al [17]



Figure 27 : Effet de la température sur les différentes réponses d'un composite de fibre de verre. Les températures sont approximatives et varieront en fonction de la composition des matériaux et des conditions de feu, Mouritza et al [17]

Ces processus peuvent être regroupés, dans une certaine mesure, en trois grandes catégories :

* Processus thermiques, ceux-ci comprennent les phénomènes suivants :

- La conduction anisotrope de la chaleur tout le long de la durée d'exposition. La plupart des types de fibre ont une conductivité thermique plus élevée que celle de la matrice polymère. Par exemple, à température ambiante, la conductivité thermique axiale de fibres de carbone et de verre est respectivement d'environ 20 ÷ 80 W/m.K et 1 W/m.K, tandis que la conductivité de la plupart des polymères n'est que de 0,10 \div 0,25 W/mK (Mouritza et al [17]). Par conséquent, la vitesse de la conduction thermique le long du stratifié (c'est-à-dire dans la direction de la fibre) est beaucoup plus rapide que celle dans la direction traversant l'épaisseur. La conduction de chaleur est en outre complexe, car la conductivité thermique et la chaleur spécifique des matériaux composites varient avec la température. Dans le sens traversant l'épaisseur d'un stratifié, cette conduction de la chaleur se produit principalement dans la couche de la matière vierge, où la température est encore inférieure à celle de décomposition de la matrice polymère, T_d. La vitesse de conduction de la chaleur est gouvernée par le flux de chaleur et la diffusivité thermique du composite vierge. Cependant, la diffusivité thermique de la plupart des types de composite est faible, en particulier dans le sens traversant l'épaisseur. Par conséquent, un gradient de température peut se développer dans le composite (Mouritza et al [17]).

- La génération ou l'absorption de la chaleur à cause de la décomposition des composants organiques (matrice polymère, fibres organiques telles qu'aramide ou polyéthylène). Cette décomposition se passe généralement à une température (T_d) d'environ 250 ÷ 500 °C (Mouritza et al [17], Correia et al [32]), en libérant de la fumée, de la suie, et des matières volatiles inflammables et toxiques. Elle peut également provoquer une combustion de gaz inflammables en présence d'un carburant (oxygène, air, peroxyde...). Elle dépend de la composition et de la stabilité chimique des matériaux organiques, et des conditions environnementales (Mouritza et al [17]). Les réactions de décomposition de la plupart des matrices polymères et des fibres organiques sont endothermiques. Cependant, la combustion de produits de gaz inflammables est exothermique (Mouritz et al [33], Wang et al [20]). Une petite quantité d'énergie est aussi absorbée par la dilatation thermique (Mouritza et al [17]).

- La perte de chaleur par convection à partir de la sortie des gaz et des vapeurs d'humidité. La chaleur générée par l'oxydation du charbon ou de la fibre (Mouritz et al [22], Wang et al [20]).

* Processus chimiques (y compris les transformations de phase):

Ceux-ci sont : le changement de phase (autour de la température de transition de la matrice, T_g), la fusion, la décomposition et la volatilisation de la matrice polymère, des fibres organiques ; la formation, la croissance et l'oxydation de la couche de charbon ; l'oxydation des fibres de carbone; et les réactions charbon-fibres (Mouritz et al [22]).

* Processus physiques et mécaniques, ceux-ci concernent les phénomènes suivants:

- La dilatation/contraction thermique à cause de la conduction de la chaleur. Le niveau de dilatation/contraction dépend de la valeur de température et de la nature de matrice et de fibre. Elles sont non-uniformes dans la direction traversant l'épaisseur en raison du gradient thermique (Mouritza et al [17]). En général, il existe une différence entre le coefficient de dilatation thermique des fibres et celui de la matrice polymère, même dans les différentes directions d'une fibre. D'après Hartwig et al [34], Matthews et al [35], ce coefficient pour la fibre de verre est d'environ 4,8 x 10⁻⁶ K⁻¹ et il est pratiquement isotrope dans toutes les directions. Les fibres de

carbone et de Kevlar présentent un très faible, voire un coefficient de dilatation thermique négatif dans la direction longitudinale de fibre (-4 x 10^{-6} K⁻¹ pour le Kevlar et -1,4 x 10^{-6} K⁻¹ pour le carbone), mais dans la direction perpendiculaire elles possèdent un positive coefficient de dilatation thermique assez élevé qui est plus important que celui de la plupart des résines époxidiques. Le coefficient de dilatation thermique de l'époxy est d'environ 55 ÷ 110 x 10^{-6} K⁻¹.

- Le remplissage des pores par des gaz, de l'eau (fibres d'aramide) et l'augmentation de la pression interne. Les produits volatils de la réaction de décomposition et l'eau vaporisée (audessus d'environ 100 ÷ 150 °C) sont initialement piégés en raison de la faible perméabilité aux gaz des matériaux composites, ce qui conduit à une augmentation rapide de la pression interne et d'une grande dilatation du composite (Mouritza et al [17]).

- L'ablation (une perte de masse), le ramollissement et la fusion des fibres. Lorsque la température dépasse 1000 °C, le produit de carbonisation (charbon) peut réagir avec le réseau de silice dans des fibres de verre, ce qui entraîne une perte de masse considérable des fibres. Dans le cas de composites à fibres de carbone, les fibres de carbone et le charbon peuvent être oxydés lorsqu'ils sont exposés au feu dans un environnement riche en oxygène. La dégradation peut être accélérée par le flux d'air à grande vitesse sur la surface composite qui peut avoir un effet érosif (Mouritza et al [17]).

- La déformation induite par les dilatations/contractions thermiques différentes entre les composants.

- La fissuration de la matrice, le décollement interfacial fibre-matrice, le délaminage à cause d'une pression importante et d'un ramollissement de la matrice.

Il faut noter que ces processus ne se produisent pas de manière isolée ou de façon successive, mais ils se chevauchent et/ou interagissent entre eux. De plus, ces processus sont également influencés par la charge mécanique appliquée. La contrainte de traction peut favoriser la formation de fissures au sein de la résine, et raccourcir le processus de décomposition. La contrainte de compression peut produire un effet inverse (Elmughrabi et al [36]).

I.2.2.3. Propriétés mécaniques en traction de composite FRP à haute température

Dans la mesure où la visée applicative du présent travail porte sur la réparation et/ou le renforcement d'élément de structure, c'est bien le comportement en traction des composites, généralement mobilisés dans cette optique, qui sera privilégié.

Il est opportun de commencer par examiner les changements des propriétés mécaniques des composites FRP à matrice thermodurcissable avec une connaissance générale suivante : Dans la région de sollicitation thermique comprise entre la température ambiante et le début de décomposition, la plupart des résines thermodurcissables et des polymères amorphes, dont l'époxy est un exemple, montre une seule transition importante. Cette transition se produit dans un intervalle étroit, d'environ quelques dizaines de degrés, ce qui est représenté par une température de transition vitreuse, $T_g = 50-90^{\circ}$ C pour les produits commerciaux, utilisés dans les

applications d'infrastructure civile (Wang et al [20]). Dans cette transition, la matrice polymère devient plus molle et ses propriétés mécaniques (module Young, résistance de traction) sont diminuées de manière significative. Par conséquent, la contribution de la matrice à la résistance de traction du composite devient progressivement négligeable. Cette contribution est nulle après la décomposition totale de la matrice, marquée par une température de décomposition, T_d (250 ÷ 500 °C (Mouritza et al [17], Correia et al [32]). Par ailleurs, les propriétés mécaniques des fibres, en général, ne sont pas affectées de manière significative à des températures voisines de Tg de la matrice. Certaines fibres elles-mêmes sont intrinsèquement résistantes à haute température. Par exemple, le module de fibre de carbone ne diminue qu'au-dessus 500 °C dans l'air et sa résistance en traction ne commence qu'à diminuer légèrement à partir de 400 °C (Feih et al [18]). La Figure 28 (a) montre aussi la résistance des fibres à des températures élevées. Les fibres de carbone ne sont pratiquement pas affectées par une température élevée jusqu'à 1000 °C alors que les fibres de verre conservent la plupart de leur résistance à 400 °C. Ainsi, à des basses températures (comprises entre 20°C et des températures autour de la température de transition vitreuse de la matrice), une réduction de la rigidité d'un composite FRP peut être principalement attribuée à la faiblesse de la matrice. Et la résistance de traction du composite, à des très hautes températures, est controllée généralement par celle de la fibre. Bien sûr, il y a d'autres facteurs influençant le changement de ces propriétés, par exemple le taux de renfort, l'adhérence fibre/matrice... Bien que les fibres individuelles peuvent maintenir leurs résistances mécaniques à des températures élevées, toutefois, lorsqu'elles sont combinées avec la résine dans un composite, la résistance du composite à haute température peut considérablement diminuer comme montré sur la Figure 28 (b). A des températures autour de 400 °C, la plupart des composites perdent une partie substantielle de leur résistance en comparaison avec la traction. Cela est imputable au ramollissement et à la dégradation de la matrice polymère à des températures supérieures à sa température de transition vitreuse. Ainsi, sa fonction de partage de charge mécanique est dégradée et les fibres individuelles peuvent être surchargées et progressivement rompues induisant in fine la rupture du composite (Green et al [37]).



Figure 28 : Evolution de la résistance des fibres nues (a) et des composites FRP (b) en fonction de la température, Green et al [37]

En ignorant l'effet à long terme tel que la fatigue, le fluage, et en considérant des conditions isothermiques, les principales préoccupations portant sur le comportement mécanique d'un composite FRP exposé à de hautes températures sont les réductions de sa résistance et de sa rigidité ; la variation de son comportement est représentée par une relation « contrainte-déformation » à différentes températures.

a/ Relation « contrainte-déformation » en fonction de la température

A notre connaissance, très peu d'études expérimentales fournissent des données concernant la relation « contrainte-déformation », principalement en raison de la difficulté technique ou expérimentale de mesure de la déformation à haute température.

Wang et al [19] ont effectué des essais en traction sur les éprouvettes cylindriques de CFRP et GFRP, dans la gamme de la température de 20 ÷ 600 °C. Ces éprouvettes sont utilisées comme les armatures internes dans les structures en béton armé. Elles se composent de fibres de carbone ou de verre et d'une matrice à résine polyester (thermodurcissable). Tous les essais ont été effectués dans la condition d'état thermiquement stable. L'éprouvette est tout d'abord chauffée à la température souhaitée. Après une demi-heure d'attente pour obtenir une homogénéité de la température au sein du matériau, l'éprouvette se voit imposer des charges mécaniques monotones, en traction, jusqu'à sa rupture. Pendant la durée d'application des charges mécaniques, la température de l'éprouvette est maintenue constante. Un essai répondant à ce type de sollicitation thermomécanique sera désormais appelé « essai direct à haute température ». Les capteurs de déplacement ont été utilisés pour mesurer la déformation de la partie d'éprouvette à l'intérieur du four (la partie chauffée). La mesure de la déformation a commencé en même temps que le chargement mécanique et après la dilatation thermique de l'échantillon. Par conséquent, les capteurs de déplacement ont mesuré les déformations mécaniques de l'échantillon, y compris le fluage. Toutefois, d'après les auteurs, ce fluage est probablement faible car la durée du chargement mécanique est courte. Néanmoins, le système de capteur de déplacement n'a pas réussi à enregistrer des données de déformation pour des essais à des températures très élevées (à partir de 350 °C). La résine dans les éprouvettes est brûlée conduisant dès lors à la chute du système de mesure. Concernant les résultats d'essai, les auteurs trouvent que les relations « contrainte-déformation », même à des températures très élevées (jusqu'à 600 °C), sont presque linéaires jusqu'à la rupture des éprouvettes. La Figure 29 cidessous montre un exemple de la courbe « σ - ε » d'une éprouvette de CFRP à 200°C.

Cette relation essentiellement linéaire jusqu'à la rupture a également probablement été vérifiée, jusqu'à 520 °C, par les essais directs à haute température sur des éprouvettes de type stratifié de CFRP (matrice à résine époxidique-thermodurcissable) dans le travail de Wang et al [20], *Figure 30*. Les résultats présentés sur cette figure concernent des éprouvettes testées dans le régime des températures stables, en d'autres termes la sollicitation thermomécanique combine une température constante (régime permanent) et une sollicitation quasi-statique monotone jusqu'à la rupture. Les limites des résultats en question ont trait au fait que l'exploitation des

résultats se fonde non sur le déplacement entre deux points de l'éprouvette mais bien sur celui des traverses de la machine de traction. Néanmoins, les courbes « contrainte-déplacement » présentées sur la Figure 30 reflètent, peu ou prou, la tendance de la relation « contraintedéformation ». En outre, les courbes « contrainte - déplacement » présentent des non-linéarités dans la gamme de température comprises entre 625 °C et 706 °C (la température maximale dans cette campagne expérimentale) et à des hauts niveaux de contrainte. D'après les auteurs, ces nonlinéarités sont attribuées à la perte de la performance mécanique des fibres provenant de l'oxydation des fibres de carbone. Cette étude permet d'apprendre qu'une durée de 5 min est suffisante pour atteindre l'homogénéité thermique visée dans le cas des éprouvettes de 1,4 mm d'épaisseur et qu'une prolongation de cette durée n'affecte pas la résistance à la traction des stratifiés. De plus, l'exposition à de très hautes températures provoque une perte partielle (97 ÷ 308 °C) ou totale (395 ÷ 625 °C) de la matrice dans les éprouvettes à cause de la décomposition de l'époxy, Figure 31. Foster et al [38] mettent en évidence que les matériaux époxy purs et les composites à matrice époxidique CFRP, GFRP perdent significativement leur masse à une température de 367 °C. Cependant, les fibres de carbone et de verre montrent pratiquement aucune réduction de la masse jusqu'à 600 °C, Figure 32.



Figure 29 : Relation contrainte-déformation de la barre d'armature CFRP obtenue par un « essai direct à haute température » à 200 ° C, Wang et al [19]

Des courbes « contrainte-déformation » linéaires ont également été montrées dans l'étude de Foster et al [38] pour les composites CFRP et GFRP ayant une matrice à résine époxidique (éprouvette présentant sous forme de la stratifié), *Figure 33*. La différence importante du type de sollicitation thermomécanique dans cette étude par rapport à celle mentionné ci-dessus (essai direct à haute température) est que les éprouvettes se voient imposer des charges mécaniques après avoir été chauffées à la température souhaitée et ensuite refroidies à température ambiante. Un essai correspondant à ce type de sollicitation thermomécanique sera désormais dénommé « **essai sur éprouvette chauffée-refroidie** ». Un extensomètre et des jauges ont été utilisés pour mesurer la déformation des éprouvettes. Néanmoins, les auteurs ont également signalé que les jauges de déformation sont décollées avant la rupture de la plupart des éprouvettes GFRP. Cela illustre une nouvelle fois les difficultés de la mesure de déformation pour les composites FRP y compris à température ambiante. De plus, il a été observé que la matrice de polymère époxy sur l'ensemble des éprouvettes testées a été quasiment entièrement brûlée après exposition à 400 °C (pendant 3h).



Figure 30 : Relations « contrainte-déplacement de traverse » dans les essais sur les éprouvettes stratifiées carbone/époxy chauffées-refroidies, Wang et al [20]



97 °C ÷ 308 °C



395 °C ÷ 625 °C

Figure 31 : Décomposition partielle (à gauche) et totale (à droit) de la matrice à résine époxidique après l'exposition à des températures élevées, Wang et al [20]



Figure 32 : Perte de masse avec la température des éprouvettes: époxy pur, CFRP, GFRP et fibres de carbone et verre (analyse TGA), Foster et al [38]



Figure 33 : Courbes « contrainte – déformation » en traction des composites CFRP (à gauche) et GFRP (à droite) après exposition à des températures élevées (l'essai sur éprouvette échaufféerefroidie), Foster et al [38]

b/ Variation des propriétés mécaniques en traction

* Module d'élasticité en traction

Du fait des difficultés expérimentales susmentionnées (inaptitude à rendre compte de la déformation du composite), les résultats concernant la variation des propriétés mécaniques des composites FRP sont principalement liés à l'évolution de leurs résistances ultimes. Toutefois, l'évolution du module d'Young des matériaux (CFRP, GFRP, matrice à résine polyester) en fonction de la température a été proposé par Wang et al [19]. Les essais effectués dans cette dernière étude sont les essais directs à haute température (voir la section « a » ci-dessus), *Figure 34*. On remarque sur cette figure que le module d'élasticité du GFRP demeure constant jusqu'à une température de 400 °C. Au-delà, la baisse de ce module est très marquée lorsque la température augmente progressivement. A 500°C, ce module ne conserve qu'environ 30% de sa valeur initiale. Les résultats ne sont pas disponibles pour CFRP à des hautes températures en raison de l'endommagement des capteurs de mesure de déformation. A des températures allant jusqu'à 200 °C, l'évolution du module d'Young du CFRP est semblable à celle du GFRP (une perte d'environ 14 % de sa valeur initiale à 200 °C). Selon ces auteurs, une baisse du module d'Young du CFRP et du GFRP peut également être trouvée dans l'étude de Saafi, mais avec une plus faible amplitude, *Figure 34*.

Les résultats concernant les « essais sur éprouvette échauffée-refroidie » dans l'étude de Foster et al [38] montrent que le module résiduel du composite CFRP (matrice à résine époxidique) ne diminue pas jusqu'à 400 °C et celui du composite GFRP réduit de façon importante à partir des températures supérieures à 300 °C, *Figure 36*. Néanmoins, il faut noter que la dispersion des données d'essai augmente nettement avec la hausse de la température d'exposition. Enfin, deux modèles proposés par Saafi et Bisby pour l'évolution du module d'élasticité du composite GFRP avec la température sont présentés dans le travail d'*Adelzadeh et*

al [39], *Figure 35*. Néanmoins, nous ne disposons pas d'informations sur le type d'éprouvette ainsi que le type de matrice et de sollicitation thermomécanique. Toutefois, selon ces deux modèles, on peut observer que le module d'Young de ce composite ne se dégrade pas de manière significative en-dessous de 200 °C.





Figure 35 : Modèles de Saafi et de Bisby pour la dégradation du module élastique du GFRP à des températures élevées, Adelzadeh et al [39]

Figure 34 : Module d'élasticité résiduel en fonction de la température des composites FRP, Wang et al [19]



Figure 36 : Variation du module d'élasticité résiduel à la traction des composites CFRP (à gauche) et GFRP (à droite) avec la température d'exposition, Foster et al [38]

Bien que toutes les études susmentionnées montrent une décroissance du module d'Young des matériaux composites CFRP et GFRP à des très hautes températures (plus de 200 °C, voire 300 °C ou 400 °C). Il est clair qu'il y a une différence relativement importante du niveau de la baisse de cette grandeur dans les différents travaux. Dans l'étude de Wang et al [19], les essais effectués sur deux types d'éprouvettes de même matériau GFRP, mais de différents diamètres (9,5 mm et 12,7 mm) montrent également une différence du niveau de réduction du module d'élasticité avec température, voir la *Figure 34*. Cela peut être évidemment attribué à la différence de la composition des matériaux testés, de leur taux de renfort et du type de sollicitation thermomécanique. Cela est également dû à une carence de données expérimentales

ainsi qu'à différentes techniques expérimentales utilisées et/ou à des effets de la température sur la précision des mesures de déformation à des hautes températures (déformation des instrumentations, le glissement instrumentation/ substrat). A notre connaissance, il n'y a actuellement aucune norme spécifiant le procédé d'essai lié à la détermination du comportement à haute température pour les matériaux composites. En outre, il semble que l'effet de température élevée augmente l'hétérogénéité du matériau conduisant à la dispersion des données d'essai telles que le module d'élasticité ou la résistance ultime des composites FRP.

* Résistance à la traction:

L'étude de Wang et al [19] (dans laquelle, les éprouvettes sous forme des barres d'armature ayant la matrice à résine polyester sont testées par des essais directs à haute température, voir la section « a ») montre qu'il y a une réduction progressive de la résistance à la traction des composites CFRP et GFRP, à des températures élevées. Cette réduction est presque linéaire et la valeur de la résistance est à peu près de zéro à environ 550 °C pour le GFRP et à environ 600 °C pour le CFRP, *Figure 37*. D'après ces auteurs, c'est un résultat raisonnable en comparant à celui dans le travail de Blontrock et al.

Deux modèles proposés par Saafi et Bisby pour l'évolution de la résistance en traction du composite GFRP ont été rapportés dans l'étude d'Adelzadeh et al [39], *Figure 38*. Ceux-ci montrent également une dégradation presque linéaire de cette grandeur dans la gamme des températures comprises entre la température ambiante et 400 °C.



Figure 37 : Evolution de la résistance ultime résiduelle en traction des composites en fonction de la température des composites FRP [19]



Figure 38 : Modèles de Saafi et de Bisby pour la dégradation de la résistance en traction du GFRP aux températures élevées [39]

Par ailleurs, les « essais directs à haute température » (effectués sur des éprouvettes sous forme de la stratifié de CFRP ayant la matrice à résine époxidique) présentés dans le travail de Wang et al [20] montrent qu'il y a deux réductions importantes de la résistance à la rupture. Ces deux réductions se produisent dans les gammes de température entre 20/150 °C et 450/700 °C,

Figure 39. Entre ces deux gammes de température, il n'y a qu'une légère réduction de la résistance ultime du matériau. A 300 °C, la résistance ultime en traction de ce matériau CFRP est égale à environ 50% de celle à température ambiante. Cependant, à 700 °C, celle-ci ne conserve qu'environ 5 % de sa valeur initiale, à température ambiante.

La *Figure 40* montre une évolution assez différente de la résistance résiduelle en traction des matériaux CFRP et GFRP (matrice à résine époxidique). Ces résultats sont obtenus par des « essais sur éprouvette chauffée-refroidie » dans le travail de Foster et al [38]. On remarque que la résistance résiduelle du matériau diminue légèrement avec la température, dans la gamme de 20 °C à 300 °C, mais cette duminution est sévère à 400 °C. A partir de cette dernière température (400 °C), la diminution de la résistance résiduelle du composite GFRP est plus importante que celle du composite CFRP. Cela s'explique par le fait que la résistance des fibres de carbone est meilleure que celles des fibres de verre.



Figure 39 : Evolution de la résistance de traction du composite CFRP, Wang et al [20]



Figure 40 : Variation de la résistance en traction résiduelle des composites CFRP (à gauche) et GFRP (à droite) avec la température d'exposition, Foster et al [38]

Ainsi, il est clair que la résistance ultime en traction des matériaux composites CFRP et GFRP diminue généralement avec l'augmentation de la température. Néanmoins, le niveau de l'évolution de cette résistance avec la température dépend non seulement de la composition des composites, mais aussi du protocole d'essai (« essais directs à haute température » ou « essais sur éprouvette échauffée-refroidie »).

c/ Modélisation des propriétés mécaniques en traction du composite FRP :

Quelques modèles ont été présentés dans le travail de Mouritza et al [17], ceux qui concernent le comportement en compression des composites FRP tels que le modèle de Kulkarni and Gibson, celui de Mahieux and Reifsnider, celui de Gibson et al, celui de Gu et Asaro... Cependant, il est très rare de trouver dans la littérature un modèle de l'évolution des propriétés mécaniques en traction avec la température de ces composites.

Ahmed et al [40] présentent dans leur étude un modèle semi-empirique, proposé par Bisby sous la forme d'une fonction sigmoïde, pour décrire les propriétés mécaniques en traction du composite CFRP (la résistance en traction et le module d'Young). L'équation est présentée comme suit :

$$\frac{f}{f_0} = \left(\frac{1-a}{2}\right) \tanh\left(-b\left(T-c\right)\right) + \frac{(1+a)}{2},\tag{4}$$

Où : f est la propriété mécanique en question (résistance ultime à la traction, module d'élasticité...) à la température T (en °C),

f₀ est la valeur à la température ambiante de cette propriété,

a, b, c sont les coefficients :

- Pour la résistance ultime : a = 0,1 ; b = 5,83E-3 ; c = 339,54
- Pour le module élastique : a = 0,05 ; b = 8,68E-3 ; c = 367,41

Wang et al [20] proposent également un autre modèle en se basant sur les résultats expérimentaux pour la résistance à la traction des stratifiés de CFRP (carbone/ époxy), jusqu'à 700 °C, équation (5). Le lecteur pourrait trouver la valeur des coefficients de calibrage (A, B, C et n) dans le tableau suivant.

$$\frac{f_{u,T}}{f_{u,normal}} = A - \frac{(T-B)^n}{C}.$$
(5)

Temperature (°C)	Coefficients				
	Α	В	С	n	
$22 \le T < 150$	1.00	22	200	0.9	
$150 \le T < 420$	0.59	150	490	0.7	
$420 \le T < 706$	0.48	420	76,000	1.8	

Néanmoins, il semble que ces modèles se basent sur soit un assemblage de plusieurs résultats expérimentaux qui sont obtenus grâce à une variété des composites FRP (équation (4), d'après Wang et al [20]), soit quelques données d'essai sur un seul composite. Par conséquent, afin de vérifier la pertinence de ces modèles pour un matériau spécifique, par exemple CFRP ou GFRP, il est nécessaire de réaliser d'autres essais pour l'obtention de données expérimentales supplémentaires.

I.2.2.4. Propriétés thermiques des composites FRP en fonction de la température

La réponse thermomécanique des matériaux composites FRP exposés à la température, notamment dans le régime variable, renvoie à des problématiques scientifiques aussi intéressantes que complexes (processus et interactions thermiques, chimiques et physiques et mécaniques). La prévision précise de la réponse thermique des composites, en vue de l'évaluation de la distribution de température dans un élément, nécessite la connaissance des propriétés thermiques et physiques comprennent la densité, la conductivité thermique, la chaleur spécifique et la perméabilité de gaz à la fois du composite vierge et du composite totalement décomposée (charbon). Ces propriétés évoluent avec la température, il est donc nécessaire de considérer leur dépendance en température dans les analyses et le cas échéant lors des calculs.

Dans la littérature, il existe des données fiables sur les propriétés thermiques à haute température du béton et de l'acier. Cependant, concernant le composite FRP soumis à des températures élevées peu de valeurs susceptibles d'être considérées comme fiables et réalistes sont disponibles. C'est notamment du fait du faible ancrage expérimental couplé à la diversité des composites traités. Certaines recherches ont été menées au cours des dernières années et les données expérimentales concernant les propriétés thermiques des composites FRP peuvent être trouvés dans les études de Maraveas et al [41] et Bisby et al [30].

En général, les polymères ont relativement de faibles conductivités thermiques. La conductivité thermique d'un composite FRP dépend du type de résine, du type et de l'orientation des fibres, et de la fraction volumique de fibres. Pour les composites unidirectionnels utilisés dans les applications de génie civil, les fibres gouvernent leur conductivité thermique longitudinale et la matrice gouverne leur conductivité thermique transversale. La conductivité thermique des composites FRP est généralement relativement faible, à l'exception de celle selon la direction des fibres du composite CFRP en raison de la conductivité thermique élevée de fibres de carbone (Bisby et al [30]). La *Figure 41* montre l'évolution de la conductivité thermique du composite CFRP en fonction de la température. On remarque qu'il y a une réduction considérable de cette grandeur lorsque la température augmente.

En raison des réactions chimiques complexes qui se déroulent dans un composite FRP à des températures élevées, il est extrêmement difficile de déterminer la variabilité de la chaleur spécifique avec la température. Quelques auteurs ont proposé l'utilisation de la chaleur spécifique dont l'évolution avec la température est montrée sur la *Figure 41*, pour les calculs de transfert de

chaleur dans un composite FRP carbone/époxy. Sur la courbe présentant l'évolution de la chaleur spécifique (ligne continue, *Figure 41*), cette grandeur augmente très significativement dans la gamme de température entre 343 °C et 510 °C. Ce phénomène est lié à l'effet de la décomposition thermique de la résine époxy.

Les formules suggérées par Bisby (Ahmed et al [40]) indiquant l'évolution des propriétés thermiques du composite CFRP carbone/ époxy avec la température sont également présentées dans **l'ANNEXE I**.



Figure 41 : Evolution de la conductivité thermique, de la densité, de la chaleur spécifique avec la température pour composite FRP carbone / époxy, Bisby et al [30]

I.2.2.5. Conclusion

En résumé, les informations concernant le comportement thermomécanique des composites FRP à de hautes températures sont encore assez rares, en particulier pour celui de carbone/ époxy et de verre/ époxy. Ces composites sont couramment utilisés pour les applications dans le domaine du renforcement et/ou de la réparation des structures des ouvrages. Malgré une faible quantité d'étude sur les composites FRP, le rassemblement de tous les travaux abordés dans cette partie nous offre une bonne compréhension bien que lacunaire du comportement thermomécanique des composites FRP.

Généralement, une exposition à des hautes températures provoque des processus thermiques, chimiques, physiques et mécaniques complexes dans un composite FRP. En outre, ces processus interagissent entre eux et ils sont également influencés par le niveau de sollicitation appliquée. Les comportements thermique et mécanique du composite FRP dépendent évidemment de plusieurs facteurs. Parmi ceux-ci, l'impact de la nature de la matrice et l'incidence de sa fraction sont extrêmement importants. Son ramollissement, la dégradation de sa performance mécanique et sa décomposition au cours d'une augmentation de la température provoquent généralement la réduction des propriétés mécaniques ainsi que la variation des propriétés thermiques du composite FRP.

Toutes les études présentées dans cette partie montrent une décroissance du module d'Young et de la résistance ultime en traction des matériaux composites CFRP et GFRP à des hautes températures. Néanmoins, il est très difficile d'en inférer une loi représentative de l'évolution de ces propriétés mécaniques à cause de la variété du type de composite (la nature et la fraction de ses constituants), d'un déficit de données expérimentales pour chaque matériau composite et de la différence du type de sollicitation thermomécanique étudiée dans les différentes travaux (« essais directs à haute température » ou « essais sur éprouvette échaufféerefroidie »). En outre, les études expérimentales précédentes montrent également que la mesure de la déformation ou du déplacement du composite, à l'aide des instrumentations au contact direct avec l'éprouvette des composites FRP (par exemple : jauges, LVDT) dans les conditions de températures élevées, est très difficile et coûteuse. La haute température peut endommager les instrumentations de mesure de la déformation ou du déplacement. Par ailleurs, il est nécessaire de tenir compte de l'influence de la température sur la précision des instrumentations de mesure. Ce sont les raisons principales pour lesquelles peu de données expérimentales concernant l'évolution du module d'Young et de la déformation ultime des composites FRP selon la température sont disponibles dans la littérature.

I.2.3. Comportement mécanique du matériau composite TRC à haute température

I.2.3.1. Matériaux composite à matrice cimentaire renforcée par des textiles – TRC

Dans la littérature, le terme « composite TRC » est généralement utilisé pour les matériaux : béton renforcé par des textiles ou mortier cimentaire renforcé par des textiles. Il s'agit d'une matrice de mortier/ béton de nouvelle génération à base de ciment, qui est constituée de granulats très fins (en général, le diamètre maximal des grains < 2 mm) et renforcée par des textiles multiaxiaux, non corrosifs (RILEM [42]). Ce renforcement a pour but principal de compenser la faiblesse traditionnelle de la matrice cimentaire, à savoir une mauvaise résistance à la traction et une sensibilité marquée à la fissuration.

Les matériaux TRC créent une famille de composite rigide qui associent la haute résistance en compression des mortiers aux propriétés élevées de traction des fibres. Cette combinaison entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques (choc, ténacité, flexion, traction, etc), un maintien d'une excellente ductilité et une limitation des problèmes de vieillissement et de retrait (Promis [43]). Au cours des deux dernières décennies, des améliorations importantes dans le développement de TRC ont été réalisées. Cela résulte des matériaux composites de haute performance qui peuvent présenter une résistance à la traction uniaxiale jusqu'à 50 MPa et une déformation en traction jusqu'à 5% (Rambo et al [44]). Avec ces excellentes caractéristiques, les composites TRC sont utilisés, actuellement, dans une large gamme d'applications, par exemple les éléments de façade, les éléments de protection environnementale, les éléments porteurs de structure. Ils sont également utilisés pour renforcer/réparer des éléments structuraux. La *Figure 42* présente des diverses applications du composite TRC dans le Génie Civil.

Concernant la fabrication d'un composite TRC, une matrice très fluide est requise pour pénétrer de manière adéquate les textiles de renfort et ainsi offrir une adhérence matrice/fibre suffisante de nature à générer un transfert de charge satisfaisant. En outre, la matrice cimentaire doit être chimiquement compatible avec le renfort textile choisi en fournissant la capacité portante souhaitée et les caractéristiques appropriées pour la géométrie d'éprouvette et le procédé de production d'un composite TRC. Les matrices cimentaires actuellement utilisées pour les matériaux composites TRC peuvent être divisées en quatre groupes principaux : les matrices à base de ciment Portland, les matrices à liant phosphatique, les matrices à base d'aluminate de calcium (ou alumineux) et les matrices cimentaires chargées de polymère (Contamine [45]).

* Matrice à base de ciment Portland : Le ciment Portland est produit dans une cimenterie à partir du mélange de clinker Portland, d'ajouts (régulateur de prise, calcaire, etc.) et d'additifs (agent de moutures, réducteur de chrome VI, etc.). L'inconvénient principal de ce ciment est la création d'une solution fortement alcaline capable de détruire les fibres de verre ordinaires.



Façade de l'extension du hall d'essai de l'Institut de la Structure en béton de l'Université d'Aix-la-chapelle, Allemagne



Structure par assemblage d'éléments rhombiques



Systèmes de murs de protection contre le bruit



Renforcement de la maçonnerie par composite TRC

Figure 42 : Diverses applications du composite TRC dans le Génie Civil, RILEM [42]

* Matrice à base de ciment d'aluminate de calcium : Les ciments d'aluminate de calcium (CAC) ont été développés et commercialisés à la fin du 19ème siècle et au début du 20ème siècle, comme une alternative aux ciments Portland pour résister aux sulfates et à l'eau de mer (Gosselin [46]). Ils sont réputés dans le domaine de la construction pour des applications spécifiques nécessitant un durcissement rapide, une résistance chimique et une résistance à la chaleur. Depuis plus d'un siècle, ce ciment, en fonction des périodes et des pays, a connu plusieurs appellations différentes comme le ciment à haute teneur en alumine, le ciment alumineux, le ciment fondu, etc. Il s'agit d'un liant hydraulique dont les matières premières sont principalement de la bauxite (oxyde d'aluminium) et des matériaux calcaires (oxyde de calcium). Des recherches sur les mortiers d'aluminate de calcium ont montré la pertinence théorique de ces matrices vis-à-vis des TRC (Contamine [45]).

* Matrice à liant phosphatique : Au cours des dernières années, des chercheurs à l'Université Libre de Bruxelles (Vrije Universiteit Brussel - VUB) ont mis au point un ciment de phosphate inorganique chimiquement lié (IPC) pour les applications structurales et industrielles. Ce matériau est aussi disponible dans le commerce sous le nom Vubonite. La Vubonite n'est pas un liant hydraulique, elle résulte en effet du mélange d'une poudre de silicate de calcium et d'une phase aqueuse (acide phosphorique). Le durcissement de ce matériau se produit spontanément à la température ambiante et conduit à un ciment avec un pH neutre après durcissement. Par conséquent, les fibres de verre ne sont pas chimiquement attaquées par la matrice cimentaire, ce qui rend l'utilisation de plusieurs types de fibre possible, telles que les fibres de verre E traditionnelles, les fibres de verre AR, celles de carbone, celles d'aramide et les fibres naturelles (Contamine [45]).

* Matrices cimentaires chargées de polymère ("Polymer Modified Cement" - PMC): Les polymères peuvent être ajoutés à la matrice cimentaire pour modifier les caractéristiques mécaniques de mortier (la résistance en traction et en compression, le module d'élasticité). Pour cela, il existe deux méthodes souvent utilisées : l'addition du polymère par imprégnation du mortier durci ("Polymer Impregnated Concrete", PIC) ou en ajoutant le polymère directement dans la formulation du mortier (sous forme de poudre ou de liquide lors du malaxage).

Le textile est un assemblage de fibres (ou fils lesquels se composent de milliers de filaments de différentes natures comme le verre, le carbone, l'aramide, le basalte...). Son premier objectif est de garantir une position relative des fibres entre elles afin d'assurer une distribution régulière des efforts sur la section transversale des éléments portants. Le textile doit conserver sa stabilité géométrique lors des manipulations diverses, y compris lors de sa mise en œuvre dans le cadre des TRC. Il existe de nombreuse technologies de confection des textiles (telles que le tricotage, le tissage, le tressage ou le collage...) qui peuvent être divisées en deux familles : bidimensionnelle et tridimensionnelle, *Figure 43*. Les renforts textiles bidimensionnels sont utilisés uniquement pour la reprise des efforts dans les deux directions du plan. Les efforts hors plan, dans le cadre d'un composite, sont ainsi repris par la matrice elle-même. C'est la raison pour laquelle, les composites constitués de renforts bidimensionnels ont une faible résistance

dans le sens perpendiculaire à son plan et sont très sensibles au délaminage. Les renforts textiles tridimensionnels permettent d'assurer un transfert de charge dans les trois directions de l'espace, et de gagner du temps de mise en œuvre du composite en positionnant en une seule fois le textile. De plus, ce textile garantit un positionnement plus précis des fils dans l'épaisseur du composite. Les principales technologies de textile utilisées comme renfort dans les composites TRC sont le canevas, le tricotage à maille jetée, le tricotage à maille jetée en trois dimensions ainsi que le tissage, *Figure 44*. (Contamine [45]).



Figure 43 : Principales technologies de mise en œuvre de renforts textiles, Contamine [45]



Figure 44 : Quelques exemples des textiles les plus utilisés

Il existe différentes techniques de production, ou de mise en œuvre du composite TRC. Ce composite peut être entièrement mis en œuvre sur son support in situ par moulage au contact ou projection. Il peut également être préfabriqué en usine (par pultrusion ou « pultrusion et compactage » ou imprégnation mécanique ou « pompage et injection ») avant d'être mis en œuvre. Parmi-eux, le moulage au contact (aussi nommé stratification manuelle) est l'une des techniques les plus accessibles grâce à sa facilité de mise en œuvre associée à son faible coût. Néanmoins, cette technique possède des inconvénients tels qu'un taux de renfort réduit, un temps de mise en œuvre relativement élevé et éventuellement une qualité irrégulière du produit final qui engendre une dispersion sensible des caractéristiques mécaniques du TRC.

Du fait que seuls les filaments extérieurs sur le pourtour d'un fils (constitué de milliers de filaments) peuvent être effectivement enrobés par le mortier (*Figure 45*) et que l'adhérence filament-matrice est généralement faible mais meilleure que celle entre des filaments intérieurs, qui ne sont pas enrobés par la matrice. Ces adhérences influencent évidemment la liaison entre le fil et la matrice (par exemple, lorsque l'adhérence entre des filaments intérieurs se rapproche de celle entre le filament extérieur et la matrice, l'effort de traction repris par le fil augmentera, *Figure 47*) puis la liaison textile-matrice et finalement le comportement mécanique en traction du composite TRC. Par conséquent, les produits (l'époxy, le latex, l'acrylique...) et les procédés de préimprégnation sont utilisés afin d'améliorer la qualité d'imprégantion des fils ainsi que l'adhérence fil-matrice. Il existe généralement deux procédés (Contamine [45]) : la préimprégnation par produit « frais » (juste après avoir préimprégné par le produit, le renfort textile est directement mis en œuvre dans la matrice) et celle par produit « durci » (le textile est mis en œuvre dans la matrice après la cure complète de son produit « frais » qui conduit à une homogénéisation de l'interface et, de ce fait, une meilleure adhérence fil-matrice.



Figure 45 : Illustration de l'imprégnation d'un fil dans la matrice. Visualisation des filaments intérieurs non-imprégnés et extérieurs imprégnés, RILEM [42]



Figure 46 : Illustration de la préimprégnation d'un fil par époxy « frais » et de l'homogénéité de l'interface fil-matrice (par microscope électronique à balayage -MEB), Contamine [45]



Figure 47 : Schémas du comportement à l'arrachement d'un fil avec la longueur d'ancrage infinie dans la matrice, en fonction de l'adhérence relative entre les filaments externes et internes, RILEM [42]

I.2.3.2. Comportement en traction du composite TRC à température ambiante

Plusieurs d'études ont été menées sur le comportement en traction des composites TRC, par exemple Rambo et al [44], Contamine [45], Mashima et al [47], Singla [48], Hegger et al [49], [50] [51], [52], [53], Mobasher et al [54], Dilthey et al [55], Raupach et al [56], Roth [57], Peled et al [58], Cuypers [59]. La plupart de ces travaux a montré une courbe « contrainte-déformation » qui peut être divisée généralement en trois zones (lorsque les fibres utilisées possèdent un comportement fragile). La *Figure 48*-a ci-dessous illustre une courbe typique du comportement TRC sous un chargement uniaxial.

La première zone (indiquée par le « state I-uncracked concrete » sur la Figure 48-a) présente un comportement linéaire (Rilem [42], page 135) ou quasi-linéaire (Mobasher et al [54]), une matrice non fissurée et une rigidité largement tributaire de celle de la matrice. En fait, d'après Mobasher et al [54], cette zone peut être divisée en deux sous-zones, la première est parfaitement linéaire, puis la seconde légèrement incurvée. La première fissure a lieu une fois que la résistance à la traction du mortier est atteinte, ce qui a pour effet un transfert plus accusé des contraintes de traction dans le textile de renfort dans la région de fissuration et qui correspond à un changement brutal de rigidité entre deux premières zones. Une formation multiple de fissure suit avec une augmentation minime de la charge caractérise la deuxième zone ("state IIacracking formation" sur la Figure 48-a). La troisième zone linéaire ("state IIb-cracking formation" sur la Figure 48-a) présente une augmentation importante de la rigidité (par rapport à celle de la deuxième zone) mais demeure inférieure à celle de la première. Lors de cette phase, la formation des fissures devient stable. Néanmoins, on observe parfois une fissuration de la matrice sur la troisième zone linéaire, comme marquée dans l'étude de Mobasher et al [54], et illustrée sur la Figure 48-b. Enfin, la rupture du TRC se produit lorsque le textile du renfort atteint sa résistance ultime. Aussi, certains auteurs remarquent une zone non-linéaire à la suite de la troisième zone (state III sur la Figure 48-b).


(a) Diagramme « contrainte-déformation » du béton renforcé par textile sous chargement uniaxial, RILEM [42]

(b) contrainte de traction et l'espacement des fissures en fonction de la déformation de deux TRC, Mobasher et al [54]

Figure 48 : Loi de comportement contrainte-déformation en traction directe de composites TRC relevée expérimentalement

Il y a bien sûr plusieurs facteurs, à différentes échelles, influençant le comportement mécanique en traction du composite TRC et de nombreuses études ont été effectuées afin d'examiner l'impact de ces paramètres. On citera notamment : la nature de la matrice (Rilem [42], Mobasher et al [54]); la nature des fibres (Hegger et al [52], Peled et al [58]); la structure du textile ; le taux de renfort (Hegger et al [49], Rambo et al [44]); l'orientation des fils (Hegger et al [49]); la quantité de filaments par fil (Hegger et al [51]); la préimprégnation du textile (Hegger et al [49], [53], Raupach et al [56]) ou la cure du composite (Mobasher et al [54]).

Concernant les modes de rupture du composite TRC dans les essais de traction directe, peu d'observations sont présentées dans la littérature. Contamine [45] a recensé deux modes de rupture. Pour un composite TRC dont le renfort n'est pas préimprégné, une rupture de l'éprouvette dans la région avoisinant les mors est observée. Celle-ci est attribuée à l'effet d'arrachement et la différence d'imprégnation entre les filaments extérieurs et intérieurs. Cependant, une bonne préimprégnation du renfort peut provoquer une rupture du composite TRC par délaminage. Cela a été expliqué comme suit : une bonne adhérence fil-matrice réduit la longueur d'ancrage du fil et augmente la contrainte dans les bielles de compression formées à l'ancrage du fil. Par conséquent, une contrainte de traction se développe perpendiculairement au plan du textile, ce qui est responsable de ce mode de rupture.

I.2.3.3. Comportement mécanique du matériau TRC à haute température

Si le faible nombre d'études portant sur le comportement thermomécanique des composites CFRP a été souligné plus haut, celui portant sur celui des composites TRC est encore plus marqué. Cela s'explique, d'une part, par l'essor récent bien que limité essentiellement à des

approches de recherche (même si des applications commencent à se faire jour) et d'autre part, par certaines problématiques portant sur le comportement thermomécanique des TRC. Par ailleurs, cela est lié aux difficultés expérimentales inhérentes à la restitution fidèle et fiable du comportement thermomécanique à température élevée. De plus, la diversité des composites traités de manière utile, mais souvent de manière partielle et limitée, soit matrice ciment Portland (Colombo et al [60], Xu et al [61], Tan et al [62]) soit à liant phosphatique (Blom et Wastiels [63], Blom et al [64]) soit à base du ciment à haute teneur en alumine (Rambo et al [44]), le type de fibre (verre, carbone, polypropylène, basalte) fragilise quelque peu la reproductibilité des résultats qui requièrent inévitablement, a minima, une consolidation expérimentale. En outre, les essais conduits sont de nature variable (traction directe, flexion en trois ou quatre points), et interdisent des comparaisons directes et potentiellement hasardeuses. Enfin, une des limites majeures de ces études par ailleurs précieuses, porte immanquablement sur l'approche expérimentale retenue. Cette approche consiste à évaluer des caractéristiques résiduelles (sollicitation thermique, refroidissement et enfin sollicitation mécanique - « l'essai sur éprouvette échauffée-refroidie » comme défini dans la partie II.2.2). Celle-ci s'affranchit ainsi des interactions thermomécaniques qui ne manquent pas d'exister dans le cadre d'incendies et qui sont susceptibles d'affecter de manière significative les résultats obtenus.

Pour autant, et tout en ayant les réserves susmentionnées à l'esprit, il est loisible de tirer les enseignements suivants :

- Au cours d'une augmentation de la température, les courbes « contrainte-déformation » (essai de traction directe) ou « force-flèche » (essai de flexion de trois ou quatre points) sont affectées tant qualitativement que quantitativement de manière baissière. Ainsi, dans le cas des essais quasi-statiques de traction directe, le nombre de zones (identifiées plus haut, dans la partie II.2.3.2) est susceptible de passer de 3 zones à 2 voire à 1 seule zone selon l'évolution de la température (Xu et al [61], Colombo et al [60], Blom et Wastiels [63], Blom et al [64], Rambo et al [44]). La *Figure 49* présente cette tendance des composites TRC renforcés des textiles de basalte ou de verre AR en traction. Un comportement d'écrouissage a été observé pour le TRC à des températures modérées. Pour les températures plus élevées, après l'apparition de la première fissure dans la matrice, seulement une phase de multi-fissuration jusqu'à la rupture peut être observée. Au-delà d'une certaine température un comportement fragile est présenté.

- La *Figure 49* montre aussi qu'une exposition à une certaine température (75 °C et 150 °C dans [44], 200 °C dans [60] et 120 °C dans [61]) a un effet positif sur la performance mécanique de TRC en augmentant le niveau de contrainte correspondant à la première fissure et/ou, dans une moindre mesure, la résistance ultime par rapport à celles à température ambiante. Ce phénomène est attribué à l'effet conjugué du retrait du mortier conduisant à l'augmentation de l'adhérence fibre-matrice, et l'effet d' « accroche » généré par la fonte de la résine polymère d'imprégnation (''coating'') du textile. Cette fonte conduit à une meilleure interaction entre le fils textile et le mortier lors que l'éprouvette est refroidie à température ambiante [44], [60]. L'ensemble des pistes explicatives ont été confortées par le recours à une batterie d'analyses

pertinentes telles que la thermogravimétrie, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage. Cependant, à des très hautes températures, une diminution de la performance en traction a été observée. Ce constat rejoint les rares études comparables sur le sujet [44], [60] et s'accorde avec la conjugaison de la dégradation des fibres et de l'interphase (interface) essentiellement constitué par un "coating" d'autant plus dégradé que la température est élevée.



(a) TRC à matrice à base du ciment à haute teneur en alumine, renforcement de fibre de basalte, Rambo et al [44]

(b) TRC verre-AR/matrice à liant ciment Portland, Colombo et al [60]

Figure 49 : Influence de la température sur le comportement résiduel à la traction des composites TRC

- L'espacement entre les fissures est également observé dans les travaux de Rambo et al [44] et Colombo et al [60]. En général, cet espacement diminue progressivement avec l'augmentation de la déformation imposée (ou de la charge mécanique appliquée) et il atteint finalement une valeur constante avant la rupture de l'éprouvette. Bien entendu, pour ce faire, la fraction volumique de fibres doit être supérieure à une valeur critique et la performance mécanique des fibres ainsi que l'adhérence fibre-matrice doivent rester encore à un niveau élevé. Avec une fraction volumique importante, les fibres peuvent assurer la résistance et la rigidité du composite TRC à des charges appliquées qui sont plus élevées que celles provoquant la multiple fissuration de la matrice. La température affecte également l'espacement final entre les fissures. Cet espacement final est visiblement inversement proportionnel à la performance mécanique du composite (voir la *Figure 50*). Celui-ci est minimal à 150 °C (dans [44]) et à 200 °C (dans [60]) et augmente progressivement au-delà de ces températures. Cela s'explique par les mêmes raisons que dans le cas de la performance mécanique de ce matériau comme analysées au-dessus. Il s'agit

toujours, d'une part, de la rigidité des fibres et d'autre part, de l'adhérence fibre-matrice sous l'effet de la température (Rambo et al [44]).





TRC à matrice à base du ciment à haute teneur en alumine, renforcement de fibre de basalte. Les échantillons testés à : (b) la température ambiante et à (c) 75 °C, (d) 150 °C, (e) 200 °C, (f) 300 °C et (g) 400 °C [44]



Figure 50 : Espacement entre des fissures des composites dans les essais de traction directe à température ambiante, effectués sur les éprouvettes échauffées-refroidies

Dans une étude intéressante, Xu et al [61] ont mis en évidence, sur la base d'essais de flexion sur plaques minces, les deux aspects suivants. La première porte sur la réduction de la performance mécanique en flexion d'un composite TRC (matrice à liant ciment Portland, textile de carbone et de verre E) ainsi que des réductions des résistances en compression et en flexion de sa matrice cimentaire lors d'une augmentation de la température, Figure 51. Le deuxième aspect souligne le fait que la préimprégnation des fibres par résine époxidique ne se révèle efficace qu'à des températures inférieures à 200 °C. Par ailleurs, selon Xu et al [61] et Tan et al [62], l'utilisation de fibres courtes de polypropylène dans le composite TRC n'a pas l'effet positif escompté, tel qu'il est établi dans le cas des bétons à hautes performances, sur sa capacité portante à des hautes températures sans fournir d'explications probantes. Les travaux de Blom et Wastiels [63] et Blom et al [64] ont permis de mettre en évidence l'effet de la température sur le composite TRC à base d'une matrice Vubonite. En effet, la température provoque une diminution significative de la rigidité du composite pré-fissuré (Ec1), Figure 52, mais elle influence peu celle du composite post-fissuré (Ec3) dans la mesure où cette phase est essentiellement gouvernée par le textile lequel est peu impacté dans le cadre de la gamme de température retenue. Enfin, Colombo et al [60], Rambo et al [44] ont souligné, sans pour autant fournir d'explications, l'existence d'une relation possible entre l'espacement des fissures et la géométrie du textile. Dans le travail de Colombo et al [60], les auteurs trouvent qu'à 200 °C, une fissure se produit à chaque fil de trame.





Figure 51: Influence de la température sur les résistances en flexion et en compression du substrat de béton fin à ciment Portland [61]

Figure 52 : Effet de la température sur la rigidité du composite pré-fissuré Ec1 [64] (4L, 6L, 8L, 12L correspondant à 4, 6, 8 et 12 couches de textile)

I.2.3.4. Propriétés thermiques du matériau TRC à haute température

Il est généralement établi que le composite à matrice cimentaire TRC est non-combustible (Mobasher [65], page 9). Ainsi, ce matériau présente certains avantages par rapport au composite FRP dans l'application de renforcement /réparation des structures qui présentent des risques d'exposition à des températures élevées. Il n'en demeure pas moins que jusqu'à lors l'aptitude des composites TRC vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques dans le cadre de la réparation et/ou renforcement n'a pas fait, sauf omission de notre part, l'objet d'études. Logiquement, très rares sont les données relatives aux propriétés thermiques des composites TRC lesquels peuvent présenter un nombre important de combinaisons de constituants. Quelques auteurs (Pavlik et al [66], Siemon et al [67], Magallhaes et al [68]) ont rapporté des résultats expérimentaux sur les propriétés thermiques des composites possédant une matrice à base ciment Porland et des fibres courtes de nature diverse (mais pas de textiles). Par conséquent, il est délicat voire hasardeux de tirer des enseignements fiables de l'évolution des propriétés thermiques d'un matériau TRC en fonction de la température. Ainsi, les études menées sur ce sujet sont évidemment requises pour les applications du TRC dans les environnements thermomécaniques.

I.2.3.5. Conclusion

Avec les nombreux types de matrice cimentaire, de textile et de procédé de production qui ont été étudiés et mis au point les dernières années, l'application du matériau composite TRC dans le secteur du génie civil semble très prometteur. A travers cette étude bibliographique, plusieurs aspects ont été mis en lumière notamment l'identification du comportement de traction directe monotone et les méthodologies expérimentales afférentes.

Cependant, le comportement mécanique du TRC à de hautes températures est très peu traité dans la littérature. La plupart des études sont destinées au comportement résiduel de ce matériau en utilisant des essais effectués sur les éprouvettes échauffées-refroidies. De plus, il n'existe pas encore d'études menées sur le comportement thermique du composite « mortier/textile » TRC. Cela est lié, d'une part, à l'émergence relativement récente des TRC, et, d'autre part, à des difficultés expérimentales en lien avec les conditions extrêmes de sollicitation. Les premières études fournissent des informations très précieuses concernant le comportement mécanique en traction du TRC en fonction de la température d'exposition, par exemple : la diminution générale de la performance à la traction (résistance, module, déformation); la disparition progressive des zones post-fissurées de la courbe « contrainte-déformation » et un changement d'un comportement d'écrouissage à celui de fragile; l'existence des niveaux de température ayant des effets positifs sur la performance mécanique du matériau (ces niveaux dépendent du type de composite) ; le changement de l'espacement final entre des fissures et une relation possible entre l'espacement des fissures et la géométrie du textile.

En résumé, la brève incursion bibliographique a permis de souligner la faiblesse voire l'indigence de l'ancrage expérimental relatif aux composites TRC sous sollicitations thermomécaniques et l'absence de méthodologies consensuelles.

I.2.4. Comportement des adhésifs polymères à haute température

Dans le cadre de cette thèse le terme « adhésif polymère » est utilisé pour désigner spécifiquement les adhésifs structuraux, ceux qui produisent des liaisons mécanique/chimique susceptibles de transmettre des charges structurelles importantes entre les adhérents (le béton et les composites FRP, TRC). Typiquement, les adhésifs structuraux sont des polymères thermodurcissables même si certains thermoplastiques sont utilisés (Canto [69]). Les caractéristiques physico-chimiques des thermodurcissables (résistance mécanique et chimique) sont en général bien supérieures à celles des thermoplastiques, surtout en ce qui concerne la résistance à la température (Oudet [70]). Certaines propriétés d'adhésifs structuraux communs sont comparativement présentées dans le *Tableau 5*. Parmi eux, les adhésifs époxy sont largement utilisés dans le domaine du génie civil grâce à une haute résistance chimique ou à la corrosion, de bonnes propriétés mécaniques et thermiques, une excellente adhérence à divers substrats, un faible retrait lors du durcissement, de bonnes propriétés d'isolation électrique. Ils sont généralement combinés à une résine époxidique et un durcisseur. Les résines époxy sont des polymères thermodurcissables dont la structure moléculaire globale après durcissement est amorphe (Odegard et al [71]).

L'influence de la température sur les propriétés thermo-physico-mécaniques (la masse, la conductivité thermique, la chaleur spécifique, le module, la résistance) des adhésifs polymères (surtout l'époxy) ont été assez largement étudiées. En général, les propriétés physico-mécaniques de ces adhésifs évoluent avec la température. Ces changements deviennent très accusés dans la

région de transition vitr	euse. Les variations	s des caractéristiques	des adhésifs	époxy son	t montrées
sur les <i>Figure 53</i> \div 55 e	et Figure 58 ÷ 60.				

	Material	Relative density	Young's modulus (GPa)	Shear modulus (GPa)	Tensile strength (MPa)
	Epoxy adhesive	1.25	3	1.2	60
Common Adhesives	Polyurethanes	1.1	0.02	0.008	40
	Phenolics	1.3	3.5	1.4	50

Tableau 5 : Valeurs comparatives de la rigidité et la résistance des adhésifs structuraux communs (Canto [69])

La variation de la masse de l'adhésif est attribuée à sa décomposition (Souza et al [72]). Par ailleurs, les changements de l'état physique ou des propriétés mécaniques, d'après Perkins [73], sont dus aux mouvements moléculaires et à la flexibilité des chaînes de polymère. En fonction de la structure de la chaîne du polymère, le matériau peut subir deux transitions importantes. Les portions cristallines du polymère feront l'objet d'une transition thermodynamique du premier ordre à la température de fusion du polymère (T_m). Les portions amorphes seront soumises à une transition thermodynamique de second ordre à la température de transition vitreuse du polymère (Tg). La Tg est en fait une plage de température, au lieu d'une température spécifique. Dans la région de transition vitreuse, les chaînes de polymère dans les portions amorphes se déplacent et le polymère subit une transition d'un état "vitreux" à un état "caoutchouteux" lorsque la température augmente. Dans cette région, les propriétés physiques (la chaleur spécifique, le coefficient de dilatation thermique) et les propriétés mécaniques (le module, la résistance) du polymère peuvent être modifiées de façon drastique. Alors, on peut dire que la T_g est une propriété intrinsèque de la portion amorphe et la température la plus importante pour les adhésifs époxy. Pour la plupart des polymères thermodurcissables, comme les époxys, la T_g peut dépendre du durcisseur, de la condition de durcissement, de la composition et de la densité de liaison transversale du polymère étant donné que ces facteurs affectent la mobilité et la flexibilité des chaînes de polymère. La Figure 56 ci-dessous donne un exemple d'influence du temps de durcissement sur la Tg d'un époxy. En général, la Tg est mesurée par des analyses comme la Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ou l'analyse mécanique dynamique (DMA). Après la T_g, si la température du matériau continue à augmenter, les polymères se décomposeront en libérant des produits comme de la fumée, du gaz ou du charbon. Sa décomposition est totale au-delà d'une température désignée par T_d.

L'effet de la température change aussi la forme et les paramètres caractéristiques de la courbe « contrainte-déformation » d'un adhésif polymère. Dans l'étude de Revathi et al [74], il est établi que : à des basses températures, la résine époxidique présente un comportement quasi

linéaire et fragile. Par contre, à de hautes températures, elle a un comportement ductile sans écoulement. En outre, lorsque la température augmente et se rapproche de la T_g (région viscoélastique, 100 °C), l'époxy devient plastifié, avec une baisse significative de module et de résistance à la traction, *Figure 57*. Au-dessus de T_g , à côté de la chute de module et de résistance, la déformation à la rupture subit également une réduction importante. Ce qui est attribué à la réduction significative des liaisons intermoléculaires et à la distorsion possible du réseau de liaison transversale au-dessus de T_g . Ces observations ont été confirmées par Perkins [73], à l'exception des déformations car dans l'impossibilité expérimentale de les mesurer.



Figure 53 : Une analyse TGA typique d'un époxy pur (''neat polymer'') et des époxys modifiés, Rubab et al [75]



Figure 54 : Schéma de la variation du module d'élasticité et de la résistance à la traction de l'adhésif, Ahmed et al [40]



Figure 55 : Variation du module de cisaillement en fonction de la température pour des polymères amorphes, Oudet [70]





Figure 56 : Tg en fonction du temps de durcissement à la température ambiante pour un époxy, Perkins [73]

Figure 57 : Courbes "contrainte-déformation" d'un époxy en fonction de la température, Revathi et al [74]

De nombreux auteurs ont également étudié l'influence de la température sur les propriétés thermiques des adhésifs polymère comme la conductivité thermique et la chaleur spécifique mais dans une gamme relativement étroite de température, par exemple Pascault et al [76], Tsekmes et al [77], Hussan [78], Evseeva et al [79]. En général, la conductivité thermique des polymères amorphes à température ambiante varie de 0,1 à 0,2 W/m.°C (Tant et al [80]). Les travaux [78], [79] montrent que cette grandeur, dans le cas de l'époxy, varie peu entre la température ambiante et 100 °C, Figure 58. La capacité thermique spécifique de la résine époxidique à température ambiante est généralement comprise entre 0,8 et 1,2 kJ/kg.°C et augmente avec la température. Quelques valeurs de la chaleur spécifique de l'époxy sont présentées dans le Tableau 6 [ces valeurs sont reprises à partir des "Tables of Physical and Chemical Constants of Naltional Physical Laboratory NPL" (http://www.kayelaby.npl.co.uk/general physics)]. Cette hausse est habituellement la plus importante dans la région de transition vitreuse en raison de l'absorption de la chaleur afin d'effectuer la transition d'état physique et la décomposition, Figure 59. De nombreux travaux ont été menés sur l'influence de la température sur la variation de la densité des adhésifs polymères en général et des adhésifs époxy en particulier, par exemple Rubab et al [75], Souza et al [72]... La plupart des études ont montré que, pour la résine époxidique, la masse diminue significativement à partir d'environ 300 °C, Figure 60. Cela marque une décomposition sévère de la résine.

Epoxy resin (cured)	273 (0°C)	373 (100°C)	573 (300°C)
с _р /Јд ⁻¹ К ⁻¹	1,11	1,52	2,11 (473)

Tableau 6 : Des valeurs de la chaleur spécifique de la résine époxidique à différentestempératures (Tables of Physical and Chemical Constants of Naltional Physical Laboratory



Figure 58 : Dépendance de température de la conductivité thermique d'une résine époxidique pure, Evseeva et al [79]



Figure 59 : La chaleur spécifique d'un adhésif époxy en fonction de la température, source : Application Brief TA No.11, Hitachi High-Tech Science Corporation (1981)



Figure 60 : Analyse TGA des adhésifs, l'ARC 858 est un époxy pur, Souza et al [72]

I.3. Brève revue bibliographique de l'influence de la température sur l'intégrité structurelle des systèmes de renforcement

Dans le domaine du renforcement et/ou de la réparation des structures par collage extérieur des composites, la communauté scientifique s'intéresse non seulement au comportement des composants individuels du système « substrat/ colle/ composite » comme présenté dans les parties précédentes, mais encore à ce qui se passe à l'interface « substrat/ composite ». Ce dernier est particulièrement important en cas d'incendie. En général, pour étudier l'influence de la température sur l'interface « béton/ composite », les joints de colle présentés dans la *Figure 61* sont utilisés. Afin d'éclairer l'approche adoptée et les résultats obtenus dans la campagne expérimentale effectuée dans le chapitre suivant, une brève revue bibliographique portant quasi-

exclusivement sur l'étude de joint faisant intervenir des composites FRP et à des échelles comparables, sera présentée ci-dessous.



Figure 61 : Configuration des joints utilisés pour étudier l'influence de la température sur l'interface « béton/ composite », Yao et al [81]

Leone et al [82], Klamer et al. [83], Almed et Kodur [40], Camata et al [84] montrent dans leurs études bibliographiques que :

- Tadeu et Branco ont effectué plusieurs tests de cisaillement à double recouvrement sur des échantillons de béton de 150x100x100 mm, qui sont collés avec des plaques d'acier à l'extérieur, aux différentes températures (20, 30, 60, 90 et 120 °C). Les auteurs ont remarqué une réduction importante de la charge de rupture avec l'augmentation de la température (une réduction de 32 % à 30 °C, de 45 ÷ 51 % à 60 °C et plus de 90 % à 120 °C, *Figure 62*) et des ruptures cohésives dans l'adhésif à des températures supérieures à 30 °C. Ceci est probablement, d'après Camata et al [84], dû au fait que l'adhésif utilisé présente une faible température de transition vitreuse T_g. De plus, il faut noter que le coefficient de dilatation thermique de l'acier est très proche de celui du béton, donc les contraintes thermiques susceptibles d'être générées à l'interface « bande d'acier-béton » sont très limitées.

- Blontrock et al. ont mené des essais de cisaillement à double recouvrement sur les prismes séparés de béton 150x150x800 mm, ceux-ci sont extérieurement renforcés par des plats laminés de composite CFRP. Les échantillons ont été soumis à des charges de traction, à quatre niveaux de la température de 20, 40, 55 et 70 °C. En comparant avec la charge de rupture maximale du matériau à 20 °C, les tests, effectués à 40 et 55 °C, ont montré une augmentation de la charge de rupture de 41% et 24% respectivement, cependant, la charge de rupture a diminué d'environ 19 % à 70 °C (proche to Tg), *Figure 63*.

- Di Tommaso et al. ont testé plusieurs échantillons de béton extérieurement collés avec CFRP, à quatre températures : -100 °C, -30 °C, 20 °C et 40 °C. Les résultats d'essai ont indiqué que la charge de rupture à 40 °C est inférieure à celle à la température ambiante.

L'étude expérimentale menée par Camata et al [84] a également révélé une tendance similaire de l'évolution de la charge à la rupture des éprouvettes à double recouvrement « béton-CFRP », comme dans le travail de Blontrock et al. Une augmentation de la charge à la rupture à des températures proches de T_g de l'adhésif par rapport à celle à température ambiante. Celle-ci se dégrade ensuite à des températures plus hautes.



Figure 62 : Relation Force ultime de rupturetempérature des essais de cisaillement sur les éprouvettes à double recouvrement dans une étude de Tadeu and Branco-Klamer et al [85]

Figure 63 : Relation Force ultime de rupturetempérature des essais de cisaillement sur les éprouvettes à double recouvrement dans une étude de Blontrock [2003]-Klamer et al [85]

Klamer et al [83] ont réalisé des essais de cisaillement à double recouvrement et de flexion trois points sur des échantillons de béton collés avec des plaques de CFRP, à différentes températures (-10, 20, 40, 50, 65 et 75 °C). La température de transition vitreuse T_g de l'adhésif utilisé est de 62 °C. Les résultats de ces essais montrent que la charge de rupture est non seulement affectée par la température, mais dépend également de la configuration de test utilisée. Les essais de cisaillement à double recouvrement montrent une augmentation initiale de la charge de rupture suivie par une diminution importante de cette charge, lors de l'augmentation de la température (au-delà de la température de transition vitreuse). Cependant, dans les essais de flexion, la charge de rupture a peu varié avec la température. Deux types de ruine ont aussi été observés. Aux faibles températures (-10 °C à +40 °C), la rupture cohésive s'est produite dans le béton, en laissant une fine couche de 1 mm à 3 mm de béton attachée à l'adhésif. Aux températures élevées (50 °C à 75 °C), la rupture de l'adhésif à l'interface adhésif-béton a eu lieu, sans laisser le béton attaché à l'adhésif. Néanmoins, dans un autre programme expérimental concernant l'effet de la température sur le décollement de CFRP, Klamer et al [86] n'ont pas

démontré que la configuration d'éprouvette testée avait une influence sur la tendance de variation de la charge de rupture. De plus, dans cette étude, les simulations numériques sur la distribution de la contrainte et de la déformation de cisaillement à l'interface ont montré que : la différence du coefficient de la dilatation thermique (CTE) entre le béton et le CFRP a une influence positive sur la charge de rupture (*Figure 64*); la diminution de la rigidité de l'adhésif à haute température a redistribué la déformation, de façon plus uniforme, sur la longueur d'ancrage de CFRP (voir la *Figure 65*) et a réduit la concentration de la contrainte. Ainsi, cette diminution a une influence positive sur la charge de décollement.



L'effet de la température de service (20, 50, 65 et 80 °C) sur le comportement de liaison FRP-béton a été étudié par Leone et al [82]. Les éprouvettes de cisaillement à double recouvrement, en béton de 150x150x800 mm, ont été renforcées avec CFRP et GFRP. Les résultats ont montré une diminution de la contrainte de cisaillement maximale à l'interface FRP-béton à des températures supérieures à la température de transition visqueuse T_g de l'adhésif (55 °C). A 80 ° C, une réduction de 25 % à 72 % de cette résistance de cisaillement dépend du type de composite FRP utilisé. Les données mesurées de ces tests indiquent que la déformation le long de l'éprouvette FRP et la longueur initiale de transfert d'une force appliquée se sont élevées avec l'accroissement de la température. Elles ont également montré un mouvement de pic de la contrainte, à partir de l'extrémité chargée vers celle libre de FRP avec l'augmentation de la charge mécanique. Toutefois, la tendance de variation de la charge de rupture n'a pas été abordée.

Ferrier et al [87] ont effectué une étude expérimentale sur le comportement mécanique en cisaillement des interfaces CFRP/béton à -40, -20, -10, 0, 20, 40, 60 et 80 °C. Les résultats montrent que les basses températures (moins de 20 °C) ont peu d'effet sur la résistance au cisaillement ultime. Toutefois, lorsque la température augmente (de 20°C à 80°C, par exemple) ils ont observé une diminution de cette résistance à partir de 40 °C et un changement de mode de rupture, d'un mode cohésif dans le substrat à une rupture interfaciale.

Gamage et al [88] ont expérimentalement et numériquement étudié les caractéristiques de la liaison des blocs de béton (130x130x300 mm), collés avec CFRP, à des températures élevées. Les auteurs ont effectué deux séries de tests de cisaillement. La première série se compose de onze échantillons sans isolation thermique, et la deuxième série comprend deux échantillons thermiquement protégés par 50 mm d'épaisseur d'isolant. Les éprouvettes de la première série ont été tout d'abord soumises à une charge de 50 % de sa capacité portante à température ambiante. Elles sont ensuite exposées à une augmentation de la température de 10 °C/min, à partir de la température ambiante. Le but de ces essais est de déterminer la température ultime correspondant à la rupture. Cependant, les éprouvettes de la deuxième série ont seulement été exposées à de hautes températures présentées par la courbe standard AS 1530.4, aucune charge mécanique n'ayant été imposée. Cela pour but de mesurer la température au niveau des interfaces. Les résultats de ces études montrent que la résistance de ces joints, à des températures élevées, est indépendante de la longueur d'ancrage des CFRP. La rupture des joints se produit toujours au moment où la température dans l'adhésif époxy est d'environ 70°C ÷ 80 °C, Figure 66. Les éprouvettes non isolées ont perdu la liaison béton-CFRP après 5 ÷ 6 minutes d'exposition au feu présenté par la courbe standard AS 1530.4. Cela a indiqué la nécessité d'une protection thermique pour maintenir l'efficacité de cette liaison à des températures élevées.



Figure 66 : Température à l'interface du joint au moment de la rupture en fonction de la longueur d'ancrage [88]

En résumé, les études à une échelle des petites structures (qui est comparable à celle qui sera traitée dans le chapitre suivant) ne sont pas nombreuses et se limitent, pour l'essentiel d'entre elles, à l'étude de l'influence de la température sur le comportement de l'interface «bétoncomposite ». La quasi-totalité de ces études se concentrent sur les joints « FRP/résine/béton » en se limitant souvent à l'évaluation de la résistance résiduelle (soit un découplage entre les sollicitations thermiques et mécaniques). En résumé, les études en question mettent en exergue les considérations suivantes :

- Ce sont la résine et/ou l'interface qui gouvernent la rupture du joint au-delà de la température de transition vitreuse (T_g) de la résine. Avant la T_g , c'est essentiellement le substrat, le béton dans le cas des études évoquées, qui a tendance à piloter la rupture du joint de colle. Dès lors, le mode de rupture du joint de colle passe généralement, d'une rupture cohésive dans le béton au voisinage de l'interface « adhésif-béton » à une rupture interfaciale « adhésif-béton » ou à celle cohésive dans l'adhésif.

- La température à la rupture du joint béton/résine/FRP, qui supporte une charge mécanique constante au cours d'un chauffage, est indépendante de la longueur d'ancrage du composite FRP.

I.4. Conclusion du chapitre

La revue bibliographique a mis en évidence l'intérêt de la communauté scientifique pour les problématiques liées aux composites polymères (FRP), aux composites textile-mortier (TRC) et aux adhésifs structuraux ainsi que l'ensemble du système de renforcement/ réparation « substrat/ colle/ composite » lors qu'ils s'exposent à des températures élevées. L'étude bibliographique permet de mettre en évidence qu'au niveau des laboratoires, on étudie habituellement le comportement des matériaux à différentes températures au lieu de celui vis-àvis du feu. Cela est étroitement lié aux difficultés de reproduction d'un feu. Le comportement thermomécanique du béton est largement étudié et présenté dans les normes. Cependant, les connaissances concernant le comportement thermomécanique des composites FRP surtout le composite carbone/époxy sont encore rares. De plus, il y a encore une absence d'études menées sur le comportement mécanique des composites TRC à des hautes températures et très peu d'études liées au comportement thermique de ces matériaux.

Il est également possible de noter les difficultés concernant la mesure de la déformation des matériaux à l'aide des instrumentations au contact direct avec l'éprouvette dans la condition de températures élevées (l'influence de la température sur la précision des instrumentations, le glissement ou le décollement des instrumentations sur le substrat). Par ailleurs, les équipements utilisés dans la plupart des études antérieures mentionnées ne permettent pas de conduire des essais thermomécaniques couplés. Ce qui est de nature à expliquer le choix des auteurs à privilégier « les essais sur éprouvette échauffée-refroidie », au lieu des « essais directs à haute température », pour étudier l'influence de la température sur le comportement mécanique des matériaux.

Aussi, les approches expérimentales mises en avant, quand elles existent de manière consensuelles comme dans le cas du FRP, requièrent inévitablement une clarification en phase avec des conditions réalistes de sollicitations thermomécaniques couplée à un étaiement expérimental susceptible de préciser les tendances déjà établies.

Dans le cas des composites textile-mortier (TRC), une méthodologie expérimentale est à envisager de sorte à nourrir une base expérimentale balbutiante ou, à tout le moins naissante. Cette approche méthodologique devrait permettre d'une part d'identifier, autant que faire se peut, le comportement thermomécanique des composites et d'autre part de constituer une base, certes modeste et sans prétention à l'exhaustivité, nécessaire à la compréhension des mécanismes d'endommagement.

Compte tenu des visées applicatives du présent travail, le comportement thermomécanique des résines a été présenté et il est bon de souligner qu'il a fait l'objet de nombreuses études qui s'accordent sur le comportement global obtenu. Ce constat ne nous permettra pas, compte tenu de la diversité des résines existantes, de faire l'économie d'une caractérisation de la colle mobilisée dans le cadre du présent travail.

Enfin, concernant les études menées sur l'influence de la température sur l'interface « substrat/ composite », on trouve que cette interface est l'élémént le plus faible du système de renforcement/ réparation des structures par collage extérieur des composites à haute température et que les joints de colle sont les configurations d'éprouvette les plus souvent utilisées. Néanmoins, la plupart des études sont liées à des essais de détermination de la force à la rupture de ces joints à différentes et faibles températures (T < 120 °C). Cependant, très peu d'études sont menées sur la température à la rupture des joints afin de refléter de façon la plus proche de l'état de travail des systèmes des structures renforcées/ réparées des bâtiments en cas d'incendie.

CHAPITRE II : APPROCHE EXPERIMENTALE A L'ECHELLE MATERIAU

Introduction du chapitre

Ce chapitre a principalement trait à l'identification expérimentale du comportement thermomécanique de joints de colle (CFRP/résine époxidique/CFRP) et (TRC/résine époxidique/TRC) dans une perspective applicative, rappelons-le, portant sur la réparation et/ou le renforcement d'éléments de structure en béton armé. Au préalable, une caractérisation thermomécanique des éléments constitutifs des joints de colle en question sera réalisée sur la base d'une procédure expérimentale originale qu'il conviendra de développer et valider. Il importe enfin de souligner que le choix de s'affranchir du support du matériau visé in fine (béton) se justifie par le caractère exploratoire de la présente étude ainsi que par les limites du dispositif expérimental (en termes dimensionnels) au demeurant innovant.

Une partie de ce chapitre est également destinée à l'efficacité de la protection thermique des isolants pour les joints de colle et au caractère isolant thermique du matériau TRC et des deux isolants (protection incendie). La performance thermique des isolants sera évaluée par l'intermédiaire de la faculté de prolongation de la température de rupture des joints. L'objectif de l'étude expérimentale concernant le caractère isolant thermique des matériaux est d'examiner l'évolution de la température au sein de ces matériaux en fonction de la température d'environnement. Cela a également pour but de fournir des données expérimentales pour les prédictions numériques dans le chapitre suivant.

A. Comportement thermomécanique des composites CFRP, TRC et de la résine époxy

II.1. Présentation des matériaux employés

II.1.1. Composite polymère CFRP (lamelles pultrudées)

Des lamelles pultrudées rigides de fibres de carbone unidirectionnelles associées à résine époxy ont été retenues. La section transversale de ces lamelles est de 1,2 x 25 mm². Ses caractéristiques mécaniques à température ambiante, données par le fabricant sont montrées dans le *Tableau* 7. Ces lamelles ont été choisies parce qu'il n'existe pas encore d'études menées sur son comportement à haute température. Par ailleurs, leurs dimensions s'adaptent à celles du four.

Désignation	Norme	Caractéristiques
Module d'élasticité - traction	EN 2561	160 GPa
Contrainte à la rupture - traction		> 3000 MPa
Allongement à la rupture - traction		≥ 1,7 %
Contrainte de cohésion dans l'épaisseur		> 35 MPa
Coefficient de dilatation thermique		1.3 μm/m/°C

Tableau 7 : Propriétés mécaniques des lamelles UD carbone-époxy

II.1.2. Adésif époxy Etancol 492

L'Etancol 492 est un adhésif structural à base de résine époxydique sans solvant à deux composants à durcisseur cyclo aliphatique. Cette colle commerciale est largement utilisée dans le domaine du renforcement et/ ou de la réparation des structures d'ouvrages. Il est conforme aux exigences de la norme EN 1504-4, en tant que produit de collage structural pour le collage de renforts. Cette résine époxy est exempte d'alcool benzylique et de MDA (4,4' - Diaminodiphénylméthane). Sa composition lui permet d'adhérer aux supports humides. Le rapport des composants A et B est simple : 1/1 en volume comme en poids. Ses caractéristiques mécaniques à température ambiante, données par le fabricant (la Société SPPM), sont montrées dans le *Tableau 8* ci-dessous.

II.1.3. Composite textile-mortier TRC

II.1.3.1. Matrice

Pour des raisons de confidentialité le détail de la formulation de la matrice retenue ne sera pas abordé. Un type de ciment sulfo-alumineux est utilisé. La composition minérale consiste en trois constituants principaux : un squelette granulaire, du liant et des adjuvants. Les charges minérales utilisées dans la formation du squelette granulaire sont la silice broyée, le filler calcaire, le laitier broyé de haut fourneau. La dimension maximale des granulats est de 300 µm. La nature du liant est étringittique, qui est constitué principalement de ciment alumineux (CAC),

de sulfate de calcium (anhydrite) et de ciment blanc (dans lesquels, le CAC est majoritaire). Le système des adjuvants se compose d'agents modificateurs de prise (un retardateur – acide carboxylique et un accélérateur – sel de lithium).

Désignation	Norme	Caractéristiques		
Température de transition vitreuse, T _g	ISO 11357-2	$54 \degree C \pm 2 \degree C$		
Température de mise en œuvre		+ 5 °C / + 35 °C		
Masse volumique		$1,5 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$		
Résistance à la traction	10.0 527	29,5 ± 1 MPa		
Allongement à la rupture	180 527	0,65 ± 0,10 %		
Résistance au cisaillement		> 15 MPa		
Résistance à la compression	ISO 604	83 ± 1,6 MPa		
Module				
E (0,2 %) traction	ISO 527	$4940 \pm 170 \text{ MPa}$		
E (0,2 %) compression	ISO 604	4200 ± 150 MPa		
E flexion	ISO 178	5050 ± 450 MPa		
Adhérence				
sur béton sec sablé	NED 10072	$2,7 \pm 0,2$ MPa (rupture béton)		
sur béton humide sablé	NFP 18853	$2,5 \pm 0,2$ MPa (rupture béton)		

Tableau 8 : Propriétés mécaniques de l'Etancol 492 [89]

II.1.3.2. Renfort

Dans le cadre de ce travail de thèse, deux types de renfort ont été utilisés : le textile MAT AR, nommé commercialement « Cem-MAT® M601 » de la société Owens Corning, *Figure 67*-a, et le textile de type GRILLE de la société TEXINOV, *Figure 67*-b.

Les choix opérés se justifient dans une large mesure par l'aptitude des renforts à exhiber de bonnes performances ultimes (textile type grille) et une très bonne aptitude à ponter les fissures, y compris à un stade précoce de sollicitation mécanique (Mat) alors même que la nature des fibres AR est de nature à garantir une faculté améliorée (comparativement au verre E) à s'opposer à la dégradation en milieu alkalin.

D'autres considérations, importantes bien que moins prégnantes, ont présidé au choix des deux renforts susmentionnés (grammage, faculté de pénétration du mortier, facilité de découpe, conditions de mise en œuvre, ...etc.).

a. Le textile MAT AR :

Le MAT AR a une géométrie ouverte pour permettre la pénétration du mortier de ciment. Dans cette géométrie, l'orientation des fibres discontinues est aléatoire dans son plan. Ce textile a un poids nominal de 120 g/m². La fibre de verre-AR utilisée a un module d'élasticité élevé et une haute résistance à la traction. Ces fibres sont donc appropriées pour un renforcement efficace pour les matrices cimentaires. Les principales caractéristiques mécaniques à température ambiante du MAT utilisé dans cette thèse sont présentées dans le *Tableau 9* (données fournies par le fournisseur de la fibre Verre AR MAT).



(a) MAT à base de fibres de verre AR



(b) GRILLE en fibre de verre AR

Figure 67 : Textiles de renfort

Diamètre des fibres	Poids nominal	Densité	Longueur de fils coupés	Résistance en traction	Module d'élastique	Déformation à la rupture	Point de ramollissement
14 µm	120 g/m ²	2.68 g/cm ³	~ 75 mm	1000 - 1700 MPa	72 GPa	2.4 %	860 °C

Tableau 9 : Propriétés physico-mécaniques du Verre AR MAT

b. Le textile de type GRILLE :

Le textile de type grille utilisé est produit en utilisant la technique de tricotage à maille jetée. Les mêmes fils dans deux sens (sens production ou sens chaîne et sens travers ou sens trame) de cette grille sont constitués par 1600 filaments d'un poids de fil de 1200 Tex. La nature de filament est du verre-AR et son diamètre est de 19 μ m. Cette grille est aérée pour faciliter la pénétration du mortier à travers les fils et favoriser l'adhérence fibre-matrice. L'ouverture entre-axes des mailles est de 8 x 8 mm ce qui permet le passage de l'ensemble des granulats. Les principales caractéristiques mécaniques à température ambiante de ce textile sont présentées dans le *Tableau 10*.

Déférence	Résistance à	la traction	Allongement		
Kelefellee	Sens chaîne Sens trame		Sens chaîne	Sens trame	
Grille ''rovings'' AR	25 kN/m	25 kN/m	< 3 %	< 3 %	

Tableau 10 : Propriétés mécaniques de la grille

c. Empilements de renfort :

Deux empilements de renfort sont utilisés et correspondent à deux types de composite : TRC et TRC*. Le premier composite ne contient que 5 couches de MAT alors que le renfort du deuxième composite est une combinaison de 5 couches de MAT et 5 couches de GRILLE, comme illustrés sur la *Figure 68*.



5 mats + 5 grilles

Figure 68 : Empilements pour deux composites TRC

Plusieurs critères ont guidé le choix de retenir ces deux configurations. D'une part, le souhait d'évaluation de l'intérêt d'un renforcement valorisant prioritairement, bien que non exclusivement, le caractère isolant thermique moyennant une faible quantité de renfort textile en privilégiant notamment, dans cette optique, une faible ouverture de fissure. Et d'autre part, dans le but d'apprécier l'incidence d'un renfort TRC établi en vue d'une valorisation des considérations thermiques et mécaniques. L'addition des textiles des fibres continues améliorera probablement de façon significative la performance mécanique du matériau TRC.

II.2. Développement et validation d'une procédure de caractérisation du comportement thermomécanique

Comme relevé dans l'étude bibliographique, une des limites majeures de l'approche thermomécanique, notamment dans le cas des composites TRC, est de nature méthodologique en ce sens que les rares approches mises en œuvre se limitent à l'évaluation de la capacité résiduelle du composite et font l'économie d'études intégrant l'interaction entre les sollicitations thermiques et mécaniques. Dès lors, le premier écueil porte sur les dispositifs expérimentaux employés qui se révèlent inadaptés pour ce type de sollicitation couplée et complexe. Le deuxième inconvénient porte sur l'aptitude de dispositifs plus idoines à restituer de manière fiable et reproductible, à l'échelle du matériau, le comportement thermomécanique des composites du fait, notamment, des problématiques liées à la qualité et la précision des mesures.

Il convient, compte tenu des visées du présent travail, par ailleurs préliminaire et exploratoire, de s'atteler à développer un protocole d'essai susceptible de permettre une identification réellement thermomécanique en s'affranchissant, ne serait que partiellement, des limites identifiées dans le cadre de la bibliographie. C'est dans cette optique qu'une validation s'appuyant sur la comparaison des mesures de déformation issues de plusieurs sources et celles provenant du laser, à température ambiante uniquement, sera établie. Aussi, une proposition visant à « neutraliser » ou contourner les imperfections géométriques des éprouvettes, d'autant plus marquées qu'il s'agit de composite textile mortier, sera avancée.

Bien que lacunaire, car faisant l'économie d'une confrontation de mesures à températures élevées, cette partie aura le mérite de clarifier les aspects liés à la représentativité des mesures via le laser et leur pertinence à température ambiante.

II.2.1. Dispositif expérimental et instrumentation

II.2.1.1. Machines de traction universelles

Les essais sur les éprouvettes des matériaux CFRP et TRC sont conduits en utilisant une machine de traction universelle Zwick/Roell (ci-après dénommée la machine A), *Figure 69*, elle a une capacité de 20 kN, et elle est équipée d'un petit four assorti de température de chauffage pouvant aller jusqu'à 1200 °C. La vitesse maximale de chauffage de ce four est de 30 °C/minute. Les températures dans les enceintes sont contrôlées par des thermocouples intégrés. Ce dispositif expérimental (machine A et four) permet d'appliquer une sollicitation thermomécanique couplée et d'assurer une régulation soit en température soit en force ou en déplacement.

Une autre machine de traction universelle Zwick/Roell (ci-après dénommée la machine B) a été mobilisée exclusivement pour la caractérisation des éprouvettes constituées d'adhésif Etancol 492. Elle a une capacité portante de 50 kN et est également équipée d'une grande enceinte thermique dont la température opérationnelle varie de - 40 °C à +150 °C.

II.2.1.2. Les mors

En se basant sur les caractéristiques mécaniques des éprouvettes testées telles que la rigidité en traction, la flexibilité, la résistance en traction ainsi que ses dimensions, deux types de mors sont choisis : des mâchoires auto-serrantes et des mors à goupilles, *Figure 70*. Le premier type de mors (mâchoires auto-serrantes) est dédié aux matériaux CFRP (pour les éprouvettes testées à la température ambiante) et Etancol 492 tandis que le deuxième (mors rotulé) convient aux matériaux CFRP (pour les éprouvettes testées à très haute température) et TRC.

Le mors rotulé permet d'appliquer un effort de traction sur l'éprouvette, *Figure 71*. Ces mors sont confectionnés en accord avec les travaux de Contamine et al ([45], [90]) dans le but de diminuer des flexions parasites au niveau des talons dues aux défauts de fabrication d'éprouvettes (l'excentrement éventuel du perçage, le voilement dû au retrait irrégulier, la dissymétrie du renfort...etc) et/ou d'éliminer l'écrasement de la partie d'éprouvette encastrée dans les mâchoires. Ces mors s'adaptent bien aux essais sur les éprouvettes de TRC et de TRC*.



Machine A : Capacité portante de 20 kN ; Température d'opération du four jusqu'à 1200 °C



Machine B : Capacité portante de 50 kN ; Température d'opération du four de -40 °C ÷ 150 °C Figure 69 : Deux machines de traction universelles utilisées dans cette thèse



Mâchoires auto-serrantes

Mors rotulé

Figure 70 : Illustration de deux types de mors utilisés dans cette thèse



Figure 71 : Détaille du mors rotulé utilisé dans cette thèse

II.2.1.3. Instrumentation

Le choix de l'instrumentation porte principalement sur les moyens appropriés de mesure de déformation et de température.

La mesure de la déformation via un laser adjoint et adapté au four (voir la *Figure 69*, machine A) est une priorité pour les essais à haute température. La combinaison des fuseaux de laser, émis par le capteur et des caméras de haute résolution nous permet de mesurer la déformation des matériaux sous l'impact de différentes sollicitations thermomécaniques. En outre, les fuseaux de laser peuvent passer au travers de l'écran de fumée qui est susceptible de se produire du fait de la montée en température des éprouvettes. En tout cas, la longueur de mesure de déformation (entre deux zones de points de l'éprouvette) peut être choisie par l'opérateur et varie de quelques millimètres jusqu'à 120 mm. Enfin, cette instrumentation offre plusieurs avantages tels que : la capacité à utiliser dans l'environnement d'une température élevée, la simplicité d'utilisation et la compatibilité avec une variété de matériaux. Le principe de base de cette technique de mesure de déformation consiste, au même titre que la mesure de champs par corrélation d'images, à utiliser les images consécutivement reflétées de la surface de l'échantillon

(sans pour autant qu'il faille envisager un mouchetis néanmoins certaines surfaces peuvent s'avérer incompatibles avec ce type de mesure) pour déterminer des lois de corrélation entre les images.

Avant chaque série d'essais utilisant le capteur laser, la vérification et l'étalonnage du capteur laser à la température ambiante est effectuée sur les échantillons étalon (en aluminium) afin d'assurer la précision et la fiabilité du capteur laser. Deux jauges sont collées sur les deux faces opposées de l'échantillon d'aluminium. L'étalonnage est effectué de sorte que la déformation de l'échantillon obtenue avec le capteur laser soit très proche de la déformation moyenne de l'échantillon obtenue avec les deux jauges (cf. les détails dans la partie II.2.4.1).

Au-delà des avantages présentés ci-dessus, la technique de mesure de déformation présente aussi certains inconvénients : le coût élevé de la mise en œuvre ; la mesure de déformation sur une seule surface de l'éprouvette testée. Par conséquent, les jauges et les capteurs LVDT sont parfois utilisés, dans les conditions de température ambiante. En se basant sur les caractéristiques mécaniques de chaque matériau (l'homogénéité, la distribution et l'ouverture des fissures), les capteurs LVDT sont choisis pour mesurer le déplacement et déduire la déformation des éprouvettes en composites cimentaires TRC et TRC* tandis que les jauges sont préférées pour les matériaux CFRP et l'adhésif Etanol 492. Concernant la mesure de déformation par les capteurs laser, la longueur de mesure est toujours définie de façon la plus longue possible, environ de 100 à 120 mm, afin d'obtenir un comportement global correct des matériaux.

La mesure de température est effectuée en utilisant des thermocouples intégrés dans les enceintes thermiques et des thermocouples indépendants (ceux qui sont fabriqués par la Société Prosensor), à savoir :

- trois thermocouples de type N qui sont intégrés dans le four, au long de sa hauteur. Ils mesurent la température en trois zones du four : en haut, en bas et au milieu. Leur température d'opération est de -270 °C à 1300 °C (voir ANNEXE II).

- des thermocouples indépendants de type K dont la tenue en température jusqu'à 1200 °C (voir *Figure 72* et ANNEXE II). Ils mesurent la température à l'intérieur des éprouvettes.

La tolérance de ces thermocouples est de : ± 1.5 °C dans le domaine de - 40 °C à + 375 °C ; et 0,4 % dans le domaine de 375 °C à plus 1000 °C.



Figure 72 : Illustration d'un thermocouple indépendant de type K

II.2.2. Préparation des éprouvettes

Toutes les éprouvettes sont fabriquées et conservées en condition atmosphérique du laboratoire et à température ambiante durant au moins 35 jours pour les composites textilemortier et 7 jours pour le reste des corps d'épreuve avant d'être testées.

II.2.2.1. Eprouvettes CFRP

Les plaques d'une section transversale rectangulaire sont coupées à partir du rouleau fourni par le fabricant. Le rouleau a une largeur de 25 mm et une épaisseur de 1,2 mm. Après les avoir coupés, ces plats qui mesurent 700 mm de long, 25 mm de large et 1,2 mm d'épaisseur. Chaque éprouvette CFRP est constituée d'un plat et de quatre talons comme le montre la *Figure* 73. Les dimensions de l'éprouvette satisfont à la fois les exigences de la géométrie en conformité avec l'ACI 440.3R-04 [91] et la structuration, la dimension des équipements d'essai, c'est-à-dire le four. Des talons d'aluminium de 70 x 50 x 4 mm sont collés, au moyen de l'adhésif Etancol 492, à deux extrémités de l'échantillon pour assurer l'efficacité du transfert de la charge mécanique. Le choix de la longueur des talons se base simplement sur la capacité portante de la machine de traction et la résistance en cisaillement de l'adhésif Etancol 492. Au moins 3 jours après le collage des talons, les échantillons sont forés à chaque extrémité pour être compatibles avec les mors utilisés.



Figure 73 : Éprouvettes de traction de CFRP stratifié (unit : mm)

Pour chaque température d'essai, au moins 3 éprouvettes ont été confectionnées. Néanmoins, en raison de divers soucis techniques, notamment en lien avec l'apparition importante de fumée et la discontinuité du matériau CFRP provenant de la décomposition de la matrice époxidique, la mesure de déformation par des capteurs laser n'est pas toujours réussite. Cela n'a pas permis d'obtenir de manière plus complète des résultats expérimentaux de cette étude. La liste des essais exploitables (15 essais exploitables, testés à des différentes températures cibles) est présentée dans le *Tableau 11*. La dénomination des éprouvettes est conforme à celle mentionnée sur le *Tableau 11*. Avant l'essai, les dimensions de la section transversale, dans la zone de mesure de déformation, de chaque éprouvette, sont mesurées en utilisant un pied à coulisse (ou anciennement « palmer ») dont la précision est de 0,02 mm. La valeur moyenne de trois points de mesure dans cette zone est utilisée pour calculer la valeur de contrainte moyenne.

En outre, dans le but de comparer la précision de la mesure de déformation par les capteurs laser avec celle issues des autres instrumentations (à température ambiante), une éprouvette instrumentée par 2 jauges collées (CFRP-T20-3) et une autre avec 2 capteurs LVDT disposés de manière centrée (parallèles à la plus grande dimension des corps d'épreuve) sur les deux faces de l'éprouvette (CFRP-T20-4), sont préparées comme montrées sur la *Figure 74*. Les résultats de cette confrontation seront présentés dans la partie II.2.4.2.

Désignation	Température (°C)	Essais exploitables
CFRP-T20-1/2/3/4/5	20	5
CFRP-T100-1/2	100	2
CFRP-T200-1/2	200	2
CFRP-T300-1/2/3	300	3
CFRP-T600	600	1
CFRP-T700	700	1
CFRP-T1000	1000	1

Tableau 11 : Liste des éprouvettes CFRP testées à différentes températures



Figure 74 : Mesure la déformation des éprouvettes par les capteurs laser, par les jauges et par les capteurs LVDT

II.2.2.2. Eprouvettes Adhésif Etancol 492

Les deux composants de la résine Etancol 492 sont manuellement et soigneusement mélangés avec un rapport de 1: 1 en masse, à température ambiante pendant de 3 à 5 minutes pour éviter l'inclusion d'air, jusqu'à l'obtention d'un mélange gris homogène sans marbrure. Ensuite, le mélange a été soigneusement versé dans des moules dont les dimensions sont conformes à la norme NF EN ISO 527-2 : 2012 [92], pour le type d'éprouvette 1B. La forme de l'éprouvette est présentée sur la *Figure 75*. La section transversale moyenne dans la longueur

utile de l'éprouvette est d'environ $10 \ge 4 = 40 \text{ mm}^2$. Les échantillons mûrissent pendant au moins 7 jours sous conditions ambiantes. Un total de 25 éprouvettes est préparé et testé à différentes températures. Les dénominations des éprouvettes sont conformes à celles du *Tableau 12*.

Avant l'essai en traction, les éprouvettes sont abrasées pour permettre d'obtenir des surfaces droites et planes. Ensuite, les dimensions de la section transversale, dans la zone de mesure de déformation, de chaque éprouvette, sont mesurées en utilisant un pied à coulisse électronique dont la précision est de 0.02 mm. La valeur moyenne de trois points de mesure dans cette zone est utilisée pour calculer la valeur de contrainte moyenne.

Pour mesurer la déformation en traction à température ambiante, 4 jauges sont collées sur les deux faces opposées de deux échantillons, *Figure 76*. Cela permet d'obtenir des courbes « contrainte-déformation » à 20 °C.



Figure 75 : Éprouvette de traction de l'Etancol 492, type 1B NF EN ISO 527



Figure 76 : Mesure la déformation de deux éprouvettes 492-T20-5 et 492-T20-6

Désignation	Température (°C)	Quantité	Désignation	Température (°C)	Quantité
492-T20-1÷6	20	6	492-T65	65	1
492-T30-1÷3	30	3	492 - T75	75	1
492-T35	35	1	492-T85-1÷3	85	3
492-T45	45	1	492-T100-1÷3	100	3
492-T55-1÷6	55	6	-	-	-

Tableau 12 : Liste des éprouvettes Etancol 492 testées à différentes températures

II.2.2.3. Eprouvettes TRC et TRC*

La forme de l'éprouvette est celle d'un parallélépipède rectangulaire. Notons que, le renfort de l'éprouvette TRC est de 5 couches de MAT alors que celui de l'éprouvette TRC* se

compose de 5 couches de MAT et de 5 couches de GRILLE, comme illustré sur la *Figure 68*. Le choix de ses dimensions dépend principalement de la dimension du four, la section maximale d'éprouvette ne peut excéder 55 x 15 mm². Une longueur de 700 mm et une largeur de 50 mm (équivalant aux 8 espacements entre des fils du sens chaîne) ont été adoptées. L'épaisseur d'éprouvette est tributaire du mode de fabrication ou de mise en œuvre, dans le cas d'espèce le moulage au contact ou stratification au contact ou encore "hand lay-up". Cette technique de mise en œuvre consiste en une stratification alternative d'une couche de mortier puis d'un renfort jusqu'à ce que le nombre de couches de renfort souhaité soit atteint.

Les plaques en composite textile-mortier sont donc confectionnées manuellement par moulage au contact, *Figure 77*. Pour chaque structuration de composite, TRC et TRC*, des plaques de 800 mm x 500 mm sont réalisées dans un moule en bois de coffrage contre-plaqué de 20 mm d'épaisseur. Les deux types de plaques TRC et TRC* utilisent la même composition du mortier. La seule différence entre eux est le renfort (5 mats pour le TRC contre 5 mats et 5 grilles pour le TRC*). La technique de moulage au contact utilisée dans le cadre de cette thèse est un procédé manuel et simple pouvant être facilement réalisable dans un laboratoire et sans la nécessité de mobiliser une pression significative (appliquée sur l'éprouvette dont le mortier est à l'état frais) afin d'améliorer l'interaction textile-mortier. Une fine couche du mortier est mise en œuvre à la truelle en fond de moule, puis le renfort est positionné et enrobé au sein du mortier. De multiples passages de la truelle sont effectués afin d'éliminer toute inclusion d'air et d'assurer une meilleure pénétration du renfort textile. Des couches supplémentaires de mortier et de renfort sont appliquées de la même façon.

La prise du composite ou plus exactement du mortier enrobant le textile s'effectue en milieu ambiant pendant plusieurs heures sous la protection d'une couche plastique pour favoriser la réaction chimique et limiter le retrait prématuré de la surface supérieure du composite. Après au moins 28 jours de cure, les plaques sont démoulées et 8 éléments de 700 mm x 50 mm sont extraits de chaque plaque au moyen d'une scie diamant tout en veillant à éliminer 5 centimètres du bord de la plaque, *Figure 78*. A cause d'une fabrication manuelle et sous l'effet du sciage, les dimensions de la section transversale de ces éléments ne sont pas strictement identiques sur la longueur, y compris pour les éléments découpés sur une même plaque. La largeur moyenne et l'épaisseur moyenne de la section transversale dans la zone de mesure de déformation des éprouvettes en TRC et en TRC* sont de 46 x 9 mm et 48 x 14 mm, respectivement.

Les éprouvettes sont composées d'un élément mentionné ci-dessus (700 mm x 50 mm) du matériau TRC ou TRC* et des talons d'aluminium de 70 x 50 x 4 mm, *Figure 79*. Avant la fabrication des éprouvettes, les plaques TRC/TRC* ont été soigneusement sélectionnées afin d'éliminer les défauts mentionnés dans le travail de Contamine [45], le voilement et le positionnement dissymétrique des renforts. Les talons sont collés aux extrémités de l'élément TRC/TRC* au moyen de la résine Etancol 492 et après un sablage de ces extrémités. Les trous (\emptyset 14 mm) sont forés, sur l'axe central d'éprouvette et dans les zones de talon, de façon perpendiculaire à la surface d'éprouvette. Enfin, les dimensions de la section transversale de

chaque éprouvette sont une fois encore vérifiées. La valeur utilisée de ces dimensions est celle moyenne mesurée à trois points dans la zone de mesure de déformation. Les éprouvettes sont ensuite stockées dans la condition ambiante au moins 7 jours (la durée de cure nécessaire de la colle utilisée, Etancol 492) avant la mise en œuvre des essais de traction.



Figure 77 : Mise en œuvre de composite par moulage au contact



Figure 78 : Découpage des éléments d'une plaque de composite



Figure 79 : Éprouvette de traction de TRC et TRC* (unit : mm)

Un total de 20 éprouvettes du matériau TRC et de 15 éprouvettes du matériau TRC* est préparé. Le *Tableau 13* présente la liste des éprouvettes confectionnées. Dans le but de vérifier la

précision de la mesure de déformation par les capteurs laser sur matériau composite cimentaire, l'éprouvette « TRC*-T20-1 » est collée avec deux capteurs de déplacement LVDT sur les deux côtés opposées, *Figure 80*.

Désignation	Température (°C)	Essais exploitables	Remarque
TRC-T20-1÷5	20	5	Pour les essais effectués sur les
TRC-T100-1÷7	100	7	éprouvettes TRC-T100-3, TRC-T200-3 et
TRC-T200-1÷4	200	4	4, TRC-T300-3 et 4, seule la contrainte
TRC-T300-1÷4	300	4	ultime du matériau est exploitable

Désignation	Température (°C)	Essais exploitables	Remarque
TRC*-T20-1÷4	20	4	Pour les essais effectués sur
TRC*-T100-1÷3	100	3	l'éprouvette TRC*-T100-3,
TRC*-T300-1÷5	300	5	seule la contrainte ultime du
TRC*-T400-1÷3	400	3	matériau est exploitable

Tableau 13 : Liste des éprouvettes TRC(en haut) et TRC (en bas) testées à différentes températures*



Figure 80 : Mesure de déformation sur l'éprouvette TRC*-T20-1 par des LVDT

II.2.2.4. Eprouvettes Aluminium

Afin d'étoffer la base de comparaison et s'appuyer sur des matériaux dont les propriétés sont établies, des éprouvettes en aluminium ont été retenues. Deux éprouvettes en aluminium sous la forme d'un parallélépipède rectangulaire dont la section transversale est de 46,84 x 4,01 mm² et de 45,78 x 3,94 mm², *Figure 81*. On les nommera « Alum 1 » et « Alum 2 » par la suite. Deux jauges sont collées sur deux surfaces opposées de chaque éprouvette. Le déplacement de traverse de la machine est imposé à l'éprouvette par les « mors rotulé » comme décrits dans la partie II.2.1.2.



Figure 81 : Éprouvettes de traction en Aluminium instrumentée par des jauges

II.2.3. Procédure d'essai

Dans le but de déterminer le comportement des matériaux utilisés à des températures différentes, le procédure d'essai est défini sur la *Figure 82*, ce qui se compose des trois étapes :

- étape 1 : augmentation de la température jusqu'à celle visée. La vitesse de cette augmentation dépend de la capacité des enceintes thermiques. La température visée (ou la température cible, T_{cible}) est différente pour chaque matériau, voir *Tableau 14*.

- étape 2 : maintien de la température cible, T_{cible}, pendant une durée prévue de 30 minutes à 2 heures afin d'homogénéiser la température dans les éprouvettes. Cette durée d'attente est différente pour chaque type d'éprouvette. Cette gamme est retenue sur la base des éléments bibliographiques (pour les éprouvettes CFRP) ainsi que les essais de détermination de la durée d'exposition à la température (pour les éprouvettes : Etancol 492 et TRC, TRC*), à savoir :

+ Pour les éprouvettes de l'adhésif Etancol 492 : Six éprouvettes 492-T55-1÷6 sont testées à différentes durées d'attente (30 minutes, 1 h et 2h, deux éprouvettes pour chaque durée) à 55 °C. Le résultat montre que ces trois durées influencent de façon négligeable le comportement en traction de ce matériau (Voir la partie II.5.1).

+ Pour les éprouvettes de TRC : trois éprouvettes TRC-T100-1, 2 et 3 s'exposent à 100 °C avec une durée d'attente de 30 minutes tandis que deux autres éprouvettes TRC-T100-4 et 5 s'exposent à 100 °C avec une durée d'attente de 2h. Le résultat montre qu'en général la différence du comportement en traction de ce matériau entre deux cas n'est pas significative (Voir la partie II.4.1).

Par conséquent, une durée d'attente de 30 minutes est adoptée pour les éprouvettes du CFRP et de l'Etancol 492. Celle choisie pour les éprouvettes du TRC, TRC* est de 1h (pour plus de détails voir les parties II.4.1 et II.5.1).

Au cours du chauffage thermique, pendant les étapes 1 et 2, l'éprouvette n'est solidaire que du mors situé en partie supérieure. Cela permet de s'affranchir de l'incidence des déformations thermiques et éviter, corrélativement, de biaiser les mesures et, a fortiori, leur exploitation.



Figure 82 : Procédé de l'essai de détermination du comportement des matériaux aux différentes températures

Matériau	Température T _{cible} (°C)								
CFRP	Tamb	100	200	300	600	700	1000	-	-
Etancol 492	Tamb	30	35	45	55	65	75	85	100
TRC	Tamb	100	200	300	-	-	-	-	-
TRC*	Tamb	100	300	400	-	-	-	-	-
Aluminium	Tamb	-	-	-	-	-	-	-	-

Tableau 14 : Liste des températures cibles pour les matériaux (Tamb : la température ambiante)

- étape 3 : application de la charge quasi-statique mécanique de manière monotone à l'éprouvette jusqu'à sa rupture en imposant et en pilotant l'essai en déplacement (vitesse de 0,5 mm/min).

Toutes les données, y compris les températures, la charge mécanique, la déformation d'éprouvette ou le déplacement de traverse sont enregistrées au moins 2 fois à chaque seconde.

De plus, dans le but d'examiner les caractéristiques mécaniques résiduelles des matériaux TRC et TRC* après exposition à une température cible, quelques essais sont effectués sous la sollicitation thermomécanique comme montré sur la *Figure 83*. Cette sollicitation est appliquée aux éprouvettes TRC-T100-6 et 7 et TRC*-T300-3, 4 et 5. Ces éprouvettes sont chauffées à 100

°C (pour TRC) et 300 °C (pour TRC*) pendant 1 heure, puis naturellement refroidies (et sans contrôle), dans le four (éteint), à température ambiante. La charge mécanique quasi-statique et monotone est ensuite appliquée à ces éprouvettes « refroidies », jusqu'à la rupture. Les dénominations des éprouvettes en question se voient associées au terme « refroidi » à la fin, par exemple TRC-T100-7-refroidi.



Figure 83 : Procédé de l'essai de détermination du comportement des matériaux TRC et TRC* après une exposition à la température cible de 100 °C et de 300 °C respectivement

II.2.4. Vérification de précision de la mesure de déformation au moyen des capteurs laser

Dans le but de vérifier la précision de la mesure de déplacement par un capteur laser à température ambiante, les essais en traction, sur les éprouvettes de différents matériaux, sont effectués en utilisant trois types d'instrumentation de déformation. Les courbes « contraintedéformation » sont tracées sur la base d'une déformation mesurée par l'intermédiaire soit du capteur laser, soit des jauges collées sur deux faces opposées, soit des capteurs de déplacement LVDT. Les résultats de mesure extraites de ces courbes (la forme de courbe, le module Young, la résistance et la déformation à la rupture) seront comparés entre eux et avec les informations disponibles dans la littérature ou fournies par les fabricants pour évaluer la pertinence et le bienfondé de l'utilisation du capteur laser.

II.2.4.1. Eprouvettes d'aluminium

Deux éprouvettes en Aluminium sont utilisées dans cette série d'essais. La mesure de déformation est simultanément effectuée au moyen des capteurs laser et des jauges. Puisque la mesure de déformation par des capteurs laser ne s'effectue que sur une seule face, quatre mesures distinctes sur les quatre faces de l'éprouvette (deux faces dans le sens de la largeur d'éprouvette sont dénommées « les faces principales 1 et 2 » tandis que les deux restantes, dans le sens de l'épaisseur d'éprouvette, sont dénommées « les faces latérales 1 et 2 ») ont été alternativement réalisées, voir la *Figure 84*. C'est-à-dire quatre essais sont effectués sur une même éprouvette en veillant à appliquer un niveau de sollicitation de 40 MPa de contrainte de traction. Cette petite contrainte assure que le matériau est encore dans le domaine de comportement réversible et donc la pertinence de la confrontation des mesures est garantie.

La *Figure 85* montre les courbes « contrainte-déformation » obtenues par des essais en traction sur différentes surfaces de deux éprouvettes et le *Tableau 15* présente les valeurs du module Young de l'aluminium déduites des mesures obtenues par l'intermédiaire des capteurs laser et des jauges. Les résultats montrent que les deux mesures fournissent des valeurs très voisines du module d'Young (une différence moyenne de moins de 7 %) par rapport à ce qui est trouvé dans la littérature, un module d'Young d'aluminium de 70 MPa. En outre, la déviation moyenne entre deux mesures est inférieure à 3 %. Cependant, il est clair que la première partie de la courbe « σ - ε » mesurée par des capteurs laser est fortement affectée par la courbure d'éprouvette et que la mesure de déformation sur les faces latérales a probablement limité, dans une certaine mesure, cet effet. Ainsi, une élimination des éprouvettes trop incurvées est requise et une mesure de déformation sur les faces latérales devrait être prioritaire pour les essais en traction utilisant les capteurs laser comme une instrumentation.





Figure 84 : Mesure de déformation sur les faces principale (à gauche) et latérale (à droite)



Figure 85 : Vérification de la mesure de déformation par des capteurs laser sur l'aluminium

(a) Eprouvette « Alum 1 »	Position des capteurs de laser	E-jauges	E-laser	Déviation jauge-laser
		GPa	GPa	%
	Face principale 1	72,755	77,052	-5,91
	Face principale 2	73,131	71,937	1,63
	Face latérale 1	73,882	70,678	4,34
	Face latérale 2	72,777	75,759	-4,10
	Moyen	73,136	73,857	-1,01
	Position des			
	Position des	E-jauges	E-laser	Déviation jauge - laser
	Position des capteurs de laser	E-jauges GPa	E-laser GPa	Déviation jauge - laser %
	Position des capteurs de laser Face principale 1	E-jauges GPa 73,888	E-laser GPa 71,791	Déviation jauge - laser % 2,84
(b) Eprouvette « Alum 2 »	Position des capteurs de laser Face principale 1 Face principale 2	E-jauges GPa 73,888 74,455	E-laser GPa 71,791 72,552	Déviation jauge - laser % 2,84 2,56
(b) Eprouvette « Alum 2 »	Position des capteurs de laser Face principale 1 Face principale 2 Face latérale 1	E-jauges GPa 73,888 74,455 75,579	E-laser GPa 71,791 72,552 77,126	Déviation jauge - laser % 2,84 2,56 -2,05
(b) Eprouvette « Alum 2 »	Position des capteurs de laser Face principale 1 Face principale 2 Face latérale 1 Face latérale 2	E-jauges GPa 73,888 74,455 75,579 74,653	E-laser GPa 71,791 72,552 77,126 69,627	Déviation jauge - laser % 2,84 2,56 -2,05 6,73

Tableau 15 : Valeurs du module Young d'aluminium mesurées par différentes instrumentationssur les éprouvettes Alum 1 (à supérieur - a) et Alum 2 (à inférieur - b)

II.2.4.2. Eprouvettes de CFRP

La comparaison des résultats de la mesure de déformation en traction au moyen des différentes instrumentations s'effectue sur deux éprouvettes de CFRP testées à la température ambiante. La déformation de l'éprouvette CFRP-T20-3 est simultanément mesurée à la fois par le capteur laser et par des jauges collées sur deux surfaces opposées, *Figure 86*. Par contre, celle de l'éprouvette CFRP-T20-4 est mesurée à l'aide des capteurs de déplacement LVDT collés sur deux surfaces opposées, *Figure 87*. Du fait que la simultanéité de deux mesures de déformation, en utilisant des capteurs de laser et ceux de déplacement LVDT, ne peut pas être effectuée à cause d'une faible largeur des éprouvettes CFRP. En outre, puisque l'épaisseur des éprouvettes est très faible, de l'ordre de 1,2 mm, la mesure par des capteurs laser ne peut pas être réalisée sur la face associée à l'épaisseur de l'éprouvette mais uniquement sur les faces dites « principales ».

Les résultats concernant la mesure des déformations permettant la déduction du module Young du matériau CFRP, à température ambiante, par différentes instrumentations sont présentés sur la *Figure 88* et dans le *Tableau 16*. L'écart entre des valeurs du module Young mesurées par différentes instrumentations et entre la valeur moyenne du module Young mesurée dans ce travail (168 MPa) et celle fournie par le fabricant (160 GPa) est moins de 10 %. Cela nous permet de conclure sur la pertinence et la fiabilité des mesures de déformation par le capteur laser sur des éprouvettes de type CFRP. Parce que la planéité de ces éprouvettes est peu affectée
par des courbures significatives en raison des propriétés de la résine (une des propriétés les plus avantageuses de résines époxydes est leur faible retrait pendant le durcissement).



Figure 86 : Essai sur l'éprouvette CFRP-T20-3 utilisant à la fois des capteurs laser et des jauges.



Figure 87 : Essai sur l'éprouvette CFRP-T20l en utilisant des capteurs laser (à gauche) et l'éprouvette CFRP-T20-4 en utilisant des capteurs LVDT (à droite).



EprouvetteMoyen de
mesureModule
Young (GPa)Déviation
(%)CFRP-T20-3laser155,349,6jauge171,87171,87

(a)	
de		Mo

Eprouvette	Moyen de mesure	Module Young (GPa)	Déviation (%)
CFRP-T20-4	LVDT	163,98	0,0
CFRP-T20-1	laser	160,84	1,9
CFRP-T20-2	laser	174,09	-6,2
CFRP-T20-3	laser	155,34	5,3
CFRP-T20-5	laser	171,49	-4,6

(b)

Tableau 16 : Valeurs du module Young du matériau CFRP mesurées par différentes instrumentations : (a) laser jauge ; (b) laser - LVDT

Figure 88 : Vérification de précision de la mesure de déformation par des capteurs laser sur les éprouvettes CFRP, testées à 20°C

II.2.4.3. Eprouvette de TRC*

Il n'y a qu'un seul essai de traction à température ambiante sur l'éprouvette TRC*-T20-1 utilisant simultanément deux instrumentations, le capteur laser et les capteurs LVDT. La mesure

de déformation par des capteurs laser s'effectue sur une face latérale de l'éprouvette tandis que celle par LVDT se réalise sur deux faces principales de l'éprouvette, *Figure 89*.

La courbe présentant le comportement du matériau TRC* au moyen des capteurs laser (en rouge, *Figure 90*) et celle issue de la moyenne des capteurs LVDT (en noir, tiret, *Figure 90*) sont quasiment confondues. Cela montre que la mesure de déformation par des capteurs laser sur le matériau TRC et TRC* et à des conditions ambiantes peut être tenu pour représentative du comportement des composites en question. En outre, en comparant avec les deux courbes « σ - ϵ » correspondant à deux capteurs LVDT individuels (LVDT 1 ou LVDT 2), il est une fois encore mis en exergue qu'une mesure de déformation par des capteurs laser sur la face latérale peut limiter l'effet de la courbure d'éprouvette provenant des défauts de la fabrication (comme montré dans le travail de Contamine [45], le voilement et la dissymétrie du renfort). Ces résultats confirment la pertinence de la procédure de mesure de la déformation de l'éprouvette TRC sur la face latérale à l'aide des capteurs laser.



Figure 89 : Mesure de déformation par des capteurs laser et des capteurs LVDT sur l'éprouvette TRC*-T20-1



Figure 90 : Courbes " σ - ε " du matériau TRC* obtenues en utilisant des capteurs laser et des capteurs LVDT

II.2.4.4. Conclusion

En résumé, les mesures de déformation effectuées au moyen du capteur laser sont tout à fait compatibles, à température ambiante, avec les matériaux employés uniquement quand les éprouvettes présentent une planéité « satisfaisante » soit dans le cas des CFRP et de l'aluminium. Les résultats afférents peuvent dès lors être tenus pour représentatifs et fiables étant donné qu'ils sont très proches des mesures obtenues via une instrumentation différente et éprouvée. Néanmoins, compte tenu du fait que la mesure par laser, dans le cas d'espèce, ne soit possible que sur une seule face, les imperfections de planéité (essentiellement les courbures) sont de nature à remettre en question la représentativité des mesures obtenues, hormis dans le cas où la

surface de mesure est l'une des « faces latérales » en accord avec les résultats obtenus par Contamine [45]. Dès lors, l'ensemble des essais conduits sur les composites textile-mortier s'appuieront avantageusement sur ce constat.

Enfin, comme mentionné plus haut, l'approche brièvement présentée pour développer ce protocole d'essai ne saurait, en toute rigueur, pleinement se satisfaire des résultats obtenus sans un ancrage expérimental supplémentaire visant à conforter les enseignements tirés et, idéalement, les étendre aux températures élevées. Pour autant, les quelques éléments obtenus sont de nature à lancer les bases d'une mise en place d'une méthodologie soignée et adaptée aux sollicitations thermomécaniques couplées.

II.3. Identification des propriétés thermomécaniques du composite CFRP

II.3.1. Courbe « contrainte-déformation » et modes de rupture en fonction de la température

Le comportement en traction du composite CFRP se traduit par des courbes "contraintedéformation" comme observées sur la *Figure 91*. Au cours du chauffage des éprouvettes, on a constaté la décomposition de la matrice époxy de CFRP en observant l'apparition de fumée au voisinage de 300 °C et qui prend fin à environ 650 °C \div 700 °C. La circulation de la fumée, comme illustrée sur la *Figure 93*, a rendu difficile la mesure de la déformation au moyen des capteurs laser. En outre, cette décomposition de la matrice a également provoqué la discontinuité du substrat de mesure pour le laser, il ne reste que des fibres au terme de la décomposition complète de la résine. L'ensemble de ces éléments a probablement affecté la précision des résultats de mesure de déformation. Ainsi, les courbes obtenues à 600 °C et 700 °C présentent un profil saccadé et se révèlent légèrement concave. Afin d'apporter des éléments de réponse relativement au caractère a priori non intrinsèque du composite en termes qualitatifs, les courbes contrainte-déplacement de la traverse ont été tracées *Figure 92*. S'agissant de l'éprouvette chauffée à 1000 °C, la rupture est survenue immédiatement après la mise en charge mécanique ne permettant pas d'obtenir une courbe à proprement parler.

En observant la *Figure 91* (courbe « σ - ε ») et la *Figure 92* (courbe « contraintedéplacement de traverse »), on peut trouver que :

- Toutes les courbes « σ - ϵ » correspondant aux températures cibles inférieures à 300 °C sont linéaires et celles à 600 °C et 700 °C sont quasi linéaires ;

- Cependant, toutes les courbes « contrainte-déplacement de traverse » à toutes les températures cibles, variant de 20 °C à 700 °C, sont linéaires.

Cela nous amène à penser que les courbes « σ - ϵ » à 600 °C et 700 °C peuvent être intrinsèquement linéaires. Bien entendu, les essais supplémentaires sont nécessaires pour vérifier cette constatation.

Concernant les modes de rupture, la seule éprouvette testée à 1000 °C s'est rompue de manière prévisible, au centre d'éprouvette donc au cœur de la région chauffée. Pour cette éprouvette, la résine époxy a été complètement brûlée et les fibres ont été totalement oxydées. En fait, même pour l'éprouvette testée à 600 °C, on ne peut pas trouver la trace de la résine époxydique sur la partie d'éprouvette disposée dans le four après l'essai. Ce constat est dans la lignée de ceux recensés dans le cadre de la bibliographie et qui pointent la décomposition de la matrice, à des températures supérieures à 400 °C (Wang et al [20], Foster et al [38]). Pour les éprouvettes testées à moins de 300 °C, même pour des niveaux de contraintes de traction atteignant les 600 MPa, les tronçons d'éprouvettes immergés dans le four ne présentent pas de dégradation manifeste à l'œil nu. La photographie des éprouvettes après essai est présentée sur la *Figure 94*.



108



Figure 92 : Tendance du comportement de traction à haute température de CFRP





Figure 93 : Evaporation de la fumée au cours d'essai

Figure 94 : Photos d'éprouvettes après essai

II.3.2. Influence de la température sur le module de traction - comparaison avec les modèles

Comme analysé dans le paragraphe précédent, deux écueils ont été mis en avant dans le cadre de l'identification entière du comportement thermomécanique du composite CFRP. Le premier a trait aux limites, en termes de capacité portante, du dispositif expérimental entravant ainsi la caractérisation de la résistance du composite CFRP à des températures très élevées. Le second obstacle, moins prévisible a priori, est associé à l'émanation de fumée et à la discontinuité du substrat de mesure (« effilage » du composite), à partir de 300 °C, rendant très incertaine la mesure de déformation. Par conséquent, seul un examen de l'évolution du module d'Young du CFRP, dans la gamme de 20 °C à 300 °C sera effectué. Les valeurs de ce paramètre sont déterminées conformément à la norme ACI 440.3R-04 [91] (la gamme de déformation appliquée à la détermination de la valeur du module d'Young est de 1000 à 3000 microdéformation) et présentées dans le *Tableau 17*, et son évolution est montrée sur la *Figure 95*.

Il est clair que le module élastique du CFRP diminue légèrement et quasi linéairement avec la température dans cette gamme de température. Cette diminution est attribuable au ramollissement progressif de la matrice époxy. La perte maximale de la rigidité de composite est seulement de 14 % à 300 °C, par rapport à celle à température ambiante. Dans cette gamme de température examinée, la prédiction du modèle semi-empirique proposé par Bisby (voir l'équation (4), la partie I.2.2.3) est assez cohérente avec les résultats expérimentaux, un écart de moins de 11 %.

E	E (G	Pa)	Déviation
Lprouvette	mesure	moyen	(%)
CFRP-T20-1	160,84		4,5
CFRP-T20-2	174,09		-3,3
CFRP-T20-3 (jauge)	171,87	168,45	-2,0
CFRP-T20-4 (LVDT)	163,98		2,7
CFRP-T20-5	171,49		-1,8
CFRP-T100-1	149,73	150 77	0,7
CFRP-T100-2	151,8	130,77	-0,7
CFRP-T200-1	149,95	140.52	-0,3
CFRP-T200-2	149,1	149,55	0,3
CFRP-T300-1	147,3		-2,1
CFRP-T300-2	139,33	144,30	3,4
CFRP-T300-3	146,27		-1,4



Figure 95 : Evolution du moduled' Young du CFRP

Tableau 17 : Module d'Young à destempératures inférieures à 300 °C

II.4. Identification des propriétés thermomécaniques des composites TRC et TRC*

II.4.1. Courbe « contrainte-déformation » en fonction de la température

Comme cela est montré dans l'étude de Contamine [45], il y a deux types majeurs de défauts pouvant influencer les caractéristiques du composite textile-mortier sollicité en traction directe quasi-statique et monotone. Il s'agit du voilement généré par un retrait différentiel du mortier et/ou le positionnement dissymétrique des renforts. Selon l'étude citée ci-dessus, les paramètres, significativement impactés par ces deux défauts, sont que la déformation, la rigidité initiale du composite textile-mortier. Aussi, la distribution des fissures sur les deux faces dites « principales » se révèlent être différentes essentiellement du fait de la dissymétrie du renfort sur l'épaisseur. Pour autant, les conséquences des défauts sur les autres aspects, notamment la courbe d'identification du comportement intrinsèque en traction, sont peu marqués et de façon très partielle (seule la première zone dite « saine » l'était).

Par conséquent, il importe de porter un soin méticuleux à la confection des éprouvettes de sorte à réduire les défauts susmentionnés tout en étant conscients qu'il conviendra d'examiner avec la prudence d'usage les résultats obtenus. Il s'agit d'une part de limiter le retrait prématuré, source principale du retrait différentiel, au moyen de l'application d'un film plastique (polyane) dès la fin de la mise en œuvre. Deuxièmement, veiller à limiter drastiquement la dissymétrie du renfort textile sur l'épaisseur du renfort en s'attachant à disposer la même quantité pondérale de mortier après chaque couche de textile. C'est dans cet esprit et en garantissant la mise en œuvre de ces préconisations que l'ensemble des corps d'épreuve textile-mortier ont été confectionnés.

II.4.1.1. Composite TRC (renfort de 5 mats)

On peut voir à la suit (*Figure 96* et la *Figure 97*) les courbes « contrainte-déformation » issues de tous les essais de traction simple sur le composite TRC effectués aux différentes températures.



Figure 96 : TRC - courbes « contrainte-déformation » du matériau composite TRC à différentes températures.



Figure 97 : TRC - Comparaison des courbes « contrainte-déformation » à différentes températures ; courbe bleue – 20° C ; courbe jaune – 100° C ; courbe rouge – 200° C ; courbe bleue foncée – 300° C

Une tendance commune peut être observée dans les cas de 20 °C à 200 °C : des courbes de deux zones caractérisant la réponse bilinéaire de ce matériau TRC et son comportement en écrouissage (''strain-hardening behaviour''), comme indiqué sur la *Figure 98* (Li [93]). Néanmoins, une troisième zone est parfois perçue sur les courbes « σ - ϵ » à 20 °C, 100 °C et 200 °C (par exemple les éprouvettes TRC-T20-4, TRC-T100-2 et 6, TRC-T200-2) bien que la distinction entre la deuxième zone et la troisième ne soit pas aisément identifiable. En revanche, les éprouvettes testées à 300 °C montrent des courbes légèrement incurvées d'une seule zone ce qui indique un comportement quasi-linéaire.

En général, dans les courbes « σ - ε » obtenues à des températures modérément élevées (20 °C ÷ 200 °C), la première zonée du comportement correspond à une évolution linéaire jusqu'à un point I (*Figure 99*). Puis elle est incurvée jusqu'à un net changement de la pente de la tangente à la courbe qui marque la fin de la première zone, appelée aussi la zone I (point II, *Figure 99*). Ce phénomène a déjà été observé dans le travail de Colombo et al [60] et de Contamine [45]. Il est, d'après Contamine [45], généralement lié aux défauts de mise en œuvre d'éprouvette et n'est pas reproductible. Le point II (*Figure 99*) peut être considéré comme le point correspondant à l'apparition de la première (macro) fissure traversante (sur l'épaisseur). La deuxième zone se caractérise par la propagation progressive des fissures (multi-fissuration) dans la matrice, ce qui est responsable d'une sensible réduction de la rigidité du composite. Dans cette zone, étroitement tributaire de l'adhérence fibres/matrice et du taux de renforcement, les courbes présentent des pentes positives. La deuxième zone se termine au point correspondant à la contrainte maximale de ce matériau (point UTS, *Figure 99*).

L'impact de la sollicitation thermique sur la performance mécanique du matériau TRC devient nettement clair pour la température cible de 300°C. En effet, les courbes à 300°C présentent un profil assorti d'une seule zone (courbe 300 °C, *Figure 96* et *Figure 97*) ou du moins l'existence de la deuxième zone n'est pas manifeste. On remarque aussi que la résistance à la première fissure est sensiblement réduite au même titre que le niveau de déformation à la rupture, bien que de manière plus marquée.

Eu égard au fait que la première zone est « tronquée » et que la deuxième est apparemment absente, il est possible de suggérer que l'explication à ce double constat puisse trouver quelques éléments de réponse dans, d'une part, la dégradation des propriétés du mortier (réduction de la résistance à la première fissure du composite essentiellement gouvernée par les propriétés du mortier) et, d'autre part, dans la détérioration des propriétés de l'interface fibre/ matrice qui constituent le levier principal dans le pilotage de la deuxième zone. Ces considérations peuvent être mobilisées, quoique avec une amplitude moins importante, pour la sollicitation thermomécanique associée à une température de 200°C.

Pour autant, ces aspects explicatifs éventuels, dont rien ne permet d'évaluer les poids respectifs, les cinétiques d'actions et encore moins les interactions potentielles, requièrent un surcroît conséquent d'approches physico-chimiques. Ces approches débordent allègrement les frontières fixées dans le cadre du présent travail dont il convient de souligner, au risque de se répéter, le caractère préliminaire et exploratoire avec pour focale exclusive principale les aspects « mécaniques ».



Figure 98 : Réprésentation schématique donnant les trois types de comportement observés en matériaux cimentaires [93]

Figure 99 : Loi de comportement en traction du composite TRC en fonction de la température avec les notations utilisées pour l'exploitation des résultats.

Aussi, la comparaison des courbes obtenues à 100 °C (*Figure 96* - b), et ce bien que le nombre d'éprouvettes testées soit limité, nous montre que les changements de la durée d'exposition à cette température (entre 30 minutes ou 2 h) et du régime d'essai mécanique (l'essai

direct à haute température ou l'essai sur éprouvette échauffée-refroidie) semblent ne pas influencer de manière significative le comportement global du matériau composite textilemortier. La conclusion suggérée, mais en aucun cas endossée faute de résultats complémentaires suffisants et concordants, par ces premiers résultats préliminaires, est que l'influence des facteurs physico-chimiques dus au refroidissement (retrait, pression interstitielle, déshydratation, changement des phases chimiques...) sur la performance mécanique du matériau TRC sont négligeables à 100°C.

II.4.1.2. Composite TRC* (renfort de 5 mats et 5 grilles)

Les courbes $\langle \sigma \cdot \varepsilon \rangle$ obtenues, montrant le comportement du matériau TRC*, sont recensées sur la *Figure 100* et la *Figure 101* alors que les courbes idéalisées sont présentées sur la *Figure 102*.

En ajoutant 5 grilles de fibre de verre AR, à 20 °C, le composite TRC* possède très logiquement, compte tenu de l'augmentation très conséquente du taux de renforcement textile, un comportement multiphasique assorti de trois zones distinguables et typiques d'un matériau composite textile/mortier tel que recensé dans la littérature. Les deux premières zones sont marquées par des points I, II et III sur la Figure 102 dont les deux points I et II sont similaires à celles du TRC (Figure 99). Le troisième point, III, marquant la fin de la zone de fissuration multiple. La dernière zone est caractérisée quasi-exclusivement par l'ouverture des fissures accompagnant ainsi l'extension du tissu lequel gouverne, dans une large mesure, le comportement du composite textile-mortier. A terme, la rupture du composite, étroitement tributaire de la longueur de scellement du renfort textile, se produit au point UTS. Les courbes obtenues pour une température de 300 °C montrent une fois encore que le changement du régime d'essai mécanique (l'essai direct à haute température ou l'essai sur éprouvette échaufféerefroidie) influence généralement de façon négligeable le comportement de ce matériau. De même que souligné précédemment, eu égard à la faiblesse de l'ancrage expérimental et au caractère circonscrit du nombre de température traitée, il convient de se montrer particulièrement vigilant quant à la validation, et à fortiori la généralisation de ce constat dont on ne soulignera pas assez le caractère préliminaire.

De manière similaire à ce qui a été constaté précédemment, une réduction marquée des propriétés est observée à partir de 300 °C tant au niveau de la résistance à la première fissure, que de la résistance ultime. D'un point de vue qualitatif, il apparait clairement que le nombre de zone est réduit, passant de 3 à 20°C à 2 pour 300°C à une seule à 400°C.

Toutefois, il subsiste quelques nuances distinctives, difficilement explicables à ce stade, entre les résultats issus du composite TRC et TRC*. Elles portent principalement sur les essais à 300°C. En effet, comme mentionné plus haut les courbes associées au TRC* présentent deux zones alors même que celles ayant trait au TRC exhibent une seule zone. Le taux de renfort plus élevé peut être une explication.



Figure 100 : TRC - courbes « contrainte-déformation » du matériau composite TRC* à différentes températures*



Figure 101 : TRC - Comparaison des courbes « contrainte-déformation » à différentes températures*



Figure 102 : Loi de comportement en traction du composite TRC en fonction de la température. Les notations utilisées pour l'exploitation des résultats.*

II.4.1.3. Méthodologie d'exploitation des résultats expérimentaux

Afin d'affiner l'analyse de l'influence de la température et du taux de renfort sur le comportement des matériaux composites TRC et TRC*, une idéalisation des courbes « contrainte-déformation » a été retenue en étant conscients des limites associées, notamment en termes d'approximation, et des avantages mobilisés, aisance relative bien que réaliste de la mise en œuvre.

En considérant de manière simplifiée que :

- Pour le TRC : à moins de 300 °C, on observe un comportement bilinéaire ainsi l'ensemble des courbes ne se composent que deux zones et un comportement linéaire très fragile de ce matériau TRC à 300 °C (courbe d'une seule zone),

- Pour le TRC* : à 20 °C, un comportement tri-linéaire du TRC donc toutes les courbes se composent trois zones distinguées ; Un comportement bilinéaire et linéaire de ce matériau correspondant à (100 °C et 300 °C) et à 400 °C,

- la contrainte maximale est la résistance de traction des matériaux composites TRC et TRC* et la déformation correspondant à la contrainte maximale est la déformation à la rupture,

Les courbes présentant la loi du comportement des matériaux sont mobilisées comme illustrées dans les *Figure 99* et *Figure 102*, dans lesquelles :

- la courbe 0-I-II-UTS (*Figure 99*) présente le comportement de TRC à des températures inférieures à 200 °C et celui de TRC* à 100 °C et 300 °C,

- la courbe 0-UTS (*Figure 99*) présente le comportement de TRC à 300 °C et celui de TRC* à 400 °C,

- la courbe 0-I-II-III-UTS (Figure 102) présente le comportement de TRC* à 20 °C.

Il est possible de s'appuyer sur les notations précisées sur les *Figure 99* et *Figure 102*, conformes à celles adoptées par Contamine [45], pour identifier les propriétés mécaniques globales des composites textile-mortier étudiés :

1. Ec1, Ec2, Ec3: modules de première, deuxième et troisième zone, respectivement,

2. I : Point où la courbe « contrainte-déformation » perd sa linéarité dans la première zone,

3. II : Début de la phase fissuration multiple (deuxième zone),

4. III : Fin de la deuxième zone,

5. UTS : Rupture du matériau composite.

Néanmoins, en analysant les courbes des Figure 97 et Figure 101, il est loisible de pointer une grande dispersion en pourcentage des déformations aux niveaux des points I, II et III. Celleci est principalement due à deux raisons : la première a trait à la faiblesse des valeurs de déformation en ces points ; la deuxième est liée aux défauts au cours de la fabrication manuelle (le voilement de l'éprouvette ; la dissymétrie de renfort...) en dépit du soin apporté à la mise en œuvre. Dès lors, l'évaluation de l'effet des facteurs (la température, le taux de renfort) va être conduite uniquement sur les paramètres affectés par une dispersion « raisonnable », soit sur les contraintes et la déformation à la rupture sur lesquelles influence des défauts est bien moins marquée (Contamine [45]). La mesure des contraintes du matériau obtenue grâce au capteur de force de la machine est indépendante de celle de la déformation du matériau obtenue grâce aux capteurs laser. Le capteur de force de la machine est régulièrement étalonné et donc présumé fiable. Dans le but d'étoffer les données de base, l'analyse d'autres paramètres sera également conduite bien qu'ils puissent varier de façon importante. Deux synthèses des valeurs moyennes des caractéristiques et leurs écarts à différentes températures sont respectivement présentées dans les Tableau 18 et Tableau 20 pour le TRC et le TRC*. En outre, puisqu'il y a des essais dans lesquels seule la contrainte ultime du matériau est exploitable, les deux Tableau 19 et Tableau 21 sont également établis pour présenter les valeurs de ce paramètre des matériaux TRC et TRC* à différentes températures. De plus, une analyse des modes de rupture et de fissuration sera également effectuée, afin d'approfondir la compréhension du comportement de ces matériaux composites à des températures élevées.

Caractéristique	20 °C	100 °C	200 °C	300 °C
E _{c1} (GPa)	$14,4 \pm 6,98$	14,80 ± 6,23	3,40 ± 1,02	$0,70\pm0,22$
E _{c2} (MPa)	132 ± 46	158 ± 87	132 ± 33	-
σ_{I} (MPa)	3,62 ± 0,62	3,13 ± 0,43	1,65 ± 0,45	-
σ _{II} (MPa)	3,76 ± 0,24	3,40 ± 0,60	1,80 ± 0,30	-
ε _{UTS} (%)	0,76 ± 0,27	0,88 ± 0,16	1,10±0,06	0,13 ± 0,06

Tableau 18 : TRC - Synthèse des résultats des essais de traction directe à des températures

contrainte ultime à 20 °C (MPa)					
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)		
TRC-T20-1	5,03		-3,97		
TRC-T20-2	5,24		0,04		
TRC-T20-3	5,19	5,24	-0,92		
TRC-T20-4	5,90		12,64		
TRC-T20-5	4,83		-7,79		

contrainte ultime à 100 °C (MPa)					
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)		
TRC-T100-1	4,92		-7,09		
TRC-T100-2	5,08		-4,07		
TRC-T100-3	6,13		15,75		
TRC-T100-4	4,95	5,30	-6,53		
TRC-T100-5	5,52		4,24		
TRC-T100-6	5,76		8,77		
TRC-T100-7	4,71		-11,06		

contraint	e ultime ä	à 200 °C	(MPa)
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)
TRC-T200-1	3,25		2,69
TRC-T200-2	3,29	2 17	3,95
TRC-T200-3	3,19	3,17	0,79
TRC-T200-4	2,93		-7,42

Tableau 19 : TRC - Synthèse de la contrainte ultime en traction directe du matériau à des températures

Caractéristique	20 °C	100 °C	300 °C	400 °C
E _{c1} (GPa)	$14,63 \pm 0,83$	$4,\!27\pm0,\!25$	$1,79 \pm 1,18$	$1,\!86\pm0,\!08$
E _{c2} (MPa)	310 ± 107	459 ± 38	132 ± 50	-
E _{c3} (MPa)	688 ± 36	-	-	-
σ _I (MPa)	3,93 ± 0,93	3,15 ± 0,15	0,9 ± 0,4	-
σ _{II} (MPa)	4,15 ± 0,25	3,75 ± 0,25	$1,04 \pm 0,24$	-
σ _{III} (MPa)	4,75 ± 0,35	-	-	-
ε _{UTS} (%)	0,63 ± 0,02	0,6 ± 0,09	0,98 ± 0,19	0,1 ± 0,02

Tableau 20 : TRC* - Synthèse des résultats des essais de traction directe à des températures

contrainte ultime à 20 °C (MPa)				
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)	
TRC*-T20-1	7,45		3,23	
TRC*-T20-2	7,09	7.01	-1,72	
TRC*-T20-3	7,06	/,21	-2,14	
TRC*-T20-4	7,26		0,63	

contrainte ultime à 300 °C (MPa)					
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)		
TRC*-T300-1	2,52		14,65		
TRC*-T300-2	1,90		-13,56		
TRC*-T300-3	2,53	2,20	15,10		
TRC*-T300-4	2,09		-4,91		
TRC*-T300-5	1,95		-11,28		

contrainte ultime à 100 °C (MPa)			contrainte ultime à 400 °C (MPa)			(IPa)		
Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)		Eprouvette	Mesure	Moyen	Ecart (%)
TRC*-T100-1	5,48		-9,71	. 1	TRC*-T400-1	1,41		-15,74
TRC*-T100-2	5,95	6,07	-1,96		TRC*-T400-2	1,78	1,67	6,37
TRC*-T100-3	6,78		11,67		TRC*-T400-3	1,83		9,36

Tableau 21 : TRC - Synthèse de la contrainte ultime en traction directe du matériau à des températures*

II.4.2. Influence du taux de renfort et des hautes températures sur des caractéristiques de la courbe « σ - ϵ » :

Comme analysé dans le paragraphe précédent (II.4.1.3), les paramètres examinés sont la résistance en traction (σ_{UTS}), la contrainte correspondant à la perte de la linéarité de la première phase (σ_{I}), la contrainte correspondant à l'apparition de la première fissure (σ_{II}) et la déformation à la rupture (ε_{UTS}). La dépendance de ces paramètres vis-à-vis de la température et du taux de renfort est représentée sur les *Figure 103* ÷ *106*.



Figure 103 : Evolution de la contrainte ultime des matériaux TRC et TRC* avec la température



Figure 104 : Evolution de la déformation ultime des matériaux TRC et TRC* avec la température



Figure 105 : Evolution de la contrainte (σ_I *) des matériaux TRC et TRC* avec la température*



Figure 106 : Evolution de la contrainte (\sigma_{II}) des matériaux TRC et TRC avec la température*

Globalement, et malgré le faible nombre de résultats, il ressort des tendances à la baisse des principaux paramètres de la loi de comportement indépendamment du taux de renfort mis en œuvre, hormis la déformation ultime qui est initialement augmentée jusqu'à 200 à 300 °C (en fonction du taux de renfort) avant de chuter brutalement avec une augmentation de 100°C.

Concernant la réduction de la contrainte ultime du matériau, on peut remarquer que celleci diminue fortement à partir de 100 °C. En outre, en se basant sur ce qui est observé dans la partie II.4.3 (mode de rupture), on trouve que la rupture des éprouvettes TRC et TRC* se traduit par celle des fibres elles-mêmes (la longueur de scellement du renfort textile est suffisante, même pour le TRC dont le renfort est des fibres courtes en forme de MAT). Ainsi, la rupture des éprouvettes est intimement liée aux propriétés du renfort textile, et plus précisément à ses propriétés de résistance. Il est possible de penser que les propriétés mécaniques des fibres décroissent sensiblement avec la température, en tout cas au-delà de 100°C. Néanmoins, il n'est pas exclu, à ce stade de nos connaissances, de suggérer la possibilité de la réduction du taux de fibres sollicitées avec l'augmentation de la température au-delà de 100°C. Cette diminution trouverait sa source dans la dégradation de l'interface (interphase) qui limiterait ainsi l'interaction textile-mortier et réduirait corollairement l'aptitude d'un certain nombre de fibres (en fonction des conditions d'imprégnation initiale) à reprendre les efforts sollicités. Dès lors, à partir d'un certain seuil d'impossibilité de reprise des efforts initiaux, la faculté de redistribution des efforts au sein du composite serait compromise et cela conduirait à une rupture « prématurée ». Ainsi, eu égard au fait que la littérature montre que la fibre de verre conserve la plupart de sa résistance à moins de 400 °C (80% à 350 °C et 50% à 450 °C, d'après Feih et al [94]), il semble que l'hypothèse de la dégradation des interfaces fibres-matrices soit plus réaliste.

Cet aspect semble d'autant plus vraisemblable qu'il serait amplifié du fait de la différence de l'expansion thermique, à l'échelle microscopique, entre le mortier et la fibre. Cela génère à l'interface (interphase) un état de contrainte, semblable à celui mis en exergue dans le cas du béton au niveau de l'interface mortier-granulat (voir bibliographie), défavorable à la mobilisation suffisante des fibres en vue d'une redistribution des efforts. En outre, cette différence de l'expansion thermique entre le mortier et la fibre conduit également à des contraintes de traction supplémentaires thermiquement produites dans les fibres. Cela a aggravé, de façon irréversible, la dégradation des propriétés mécaniques des fibres. En effet, le coefficient de dilatation thermique axiale à la température ambiante de fibre de verre est de $5.10^{-6} \, {}^{\circ}C^{-1}$ et celui du béton à grains fins est d'environ $14 \div 20.10^{-6} \, {}^{\circ}C^{-1}$ (Kruger et al [95]). En raison de la différence de coefficient de dilatation thermique, des contraintes de compression dans le mortier et de traction dans le renfort sont produites.

Enfin, dans le même registre et en accord avec la bibliographie relative au béton, il convient de souligner le retrait entravé, à l'échelle mésoscopique, que la partie relative à l'étude du caractère isolant thermique du matériau TRC qui sera ultérieurement traitée (dans la partie II.20.1), du mortier qui viendrait donner plus d'ampleur à l'état de contrainte à l'interface textilemortier au-delà de 100°C.

S'agissant de la réduction, in fine, de la déformation à rupture ou de la « fragilisation » du composite, il est possible de considérer en première approche (si l'on tient pour acquis, ce qui est tout à fait vraisemblable, que les cinétiques de déformation du mortier et du béton sont très semblables) qu'elle est gouvernée, du moins entre 200°C et 400°C, par les propriétés du verre et de l'interface (interphase) sans qu'on puisse pour autant identifier précisément les poids respectifs des deux critères faute d'une assise expérimentale plus importante couplée à des investigations physico-chimiques appropriées.

II.4.3. Mode de rupture et mode de fissuration à la rupture

II.4.3.1. Mode de rupture

Concernant le mode de rupture, toutes les éprouvettes présentent une rupture caractérisée par une macro-fissure perpendiculaire à la direction de l'effort de traction, *Figure 107* \div *110*. Entre 200 °C à 400 °C, cette fissure est systématiquement localisée dans la partie immergée dans le four, au centre de l'éprouvette. Une rupture brutale suit rapidement l'ouverture des lèvres de cette fissure. En revanche, à des températures moins élevées, soit entre 20 °C et 100 °C, cette macro-fissure transversale est positionnée :

- sur une section à l'intérieur ou à l'extérieur du four, dans le cas des éprouvettes TRC

- ou sur une section voisine d'un des talons, dans le cas des éprouvettes TRC*.

Ces constats sont tout à fait comparables à ce qu'on observe très généralement sur des composites textile-mortier, comme précisé par Contamine [45]. En fonction de l'amplitude de la surcontrainte au niveau des talons et de la dispersion de la résistance du mortier le long des fils, la rupture du composite peut apparaître au niveau de la fissure périphérique (au voisinage des talons) ou aléatoirement sur la hauteur de l'éprouvette. La concentration de contrainte en question est significativement amplifiée, dans le cas des fibres non préimprégnées par une résine, ce qui est le cas de l'ensemble des éprouvettes dans le cadre de ces travaux, et conduit in fine à un mode

de rupture de type télescopique (pull-out, arrachement des fibres) au niveau de la macrofissure (Hegger [49]).

En observant la fraction de fibres restant sur les lèvres de la macro-fissure après la rupture, voir les *Figure 107* et *Figure 109*, et en comparant la longueur et la forme de cette fraction avec celles de fibres originales (MAT et GRILLE), comme décrites dans le *Tableau 22* (pour le MAT), il est possible de constater que les ruptures obtenues au-delà de 100°C, sont associées aux ruptures des renforts textile. Cela est cohérent avec nos hypothèses liées à la dégradation relative de l'interface (interphase). En effet, cette dégradation influence la faculté de redistribution des contraintes au sein du matériau et, in fine, la sollicitation croissante des fibres. Cette dégradation, qui, au-delà d'un certain seuil, est de nature à rompre et donc à générer la rupture de l'éprouvette.



Figure 108 : TRC - Toutes éprouvettes de TRC après les essais aux différentes températures

Caractéristique	Fibres avant rupture	Fraction restant après rupture
Forme fils de plusieurs fi filaments cohérents fi		filament séparé
Longueur	~ 7,5 cm	quelques millimètres – 1 cm

Tableau 22 : Caractéristique géométrique de fibre de MAT avant et après la rupture d'éprouvette



Figure 109 : TRC* - Toutes éprouvettes de TRC* après les essais



Figure 110 : TRC* - Mode de rupture « pull-out » à 20 °C et 100 °C

II.4.3.2. Mode de fissuration à la rupture

Dans le cadre de cette thèse, l'identification des modes de fissuration sont effectués à la rupture et sur la base exclusive de constations visuelles sur les faces dites « principales » des éprouvettes. Les *Figure 111* et *Figure 112* présentent les photos illustrant les modes de fissuration observés. La *Figure 113* présente également l'espacement entre des fils dans le renfort en forme Grille utilisé dans le matériau TRC*.

L'observation des schémas de fissuration, suggère les commentaires suivants :

- La densité de fissure (essentiellement l'espacement entre les fissures, grosso modo les fissures perpendiculaires à la sollicitation de traction) a tendance, de manière nette, à se réduire (accroissement de l'espacement) à mesure que la sollicitation thermique associée est importante, indépendamment du renfort textile à proximité immédiate de la surface considérée.



Figure 111 : TRC - Schéma de fissuration à la rupture et à différentes températures



Figure 112 : TRC* - Schéma de fissuration à la rupture et à différentes températures



Figure 113 : GRILLE – Espacement entre des fils

L'architecture du schéma de fissuration a tendance être fondamentalement modifiée au-delà de 200°C en fonction du type de structure textile à proximité immédiate de la surface observée. Cette modification se traduit, dans le cas du textile MAT, par le passage graduel d'un profil dont les fissures sont sensiblement perpendiculaires à la sollicitation de traction à un profil dans lequel les fissures sont d'inclinaison « aléatoire » bien qu'associées au réseau de mailles non régulières. Dans le cas de la structure grille textile, l'évolution se fait entre un réseau de fissure sensiblement perpendiculaire à la sollicitation de traction, mais pas systématiquement couplé au positionnement des fils en sens chaîne, à une structure maillée très régulière et très proche (en termes dimensionnels et de forme) de celle du renfort de grille textile.

A lumière de ces constats, il est possible de souligner les aspects suivants :

- Les fissurations sensiblement non parallèles (voire perpendiculaires) à la sollicitation de traction, dans la mesure où ils n'ont jamais été mis en évidence dans les rares études traitant des composites textile-mortier vis-à-vis de sollicitations thermomécanique non couplées, suggèrent qu'elles sont précisément le fruit de cette interaction.
- Le « faïençage » régulier et plus ou moins « calqué » sur celui de la grille textile est de nature à mettre en évidence la conjonction de mécanismes que sont le retrait thermique entravé et la dilatation thermique différentielle.
- L'accroissement global de l'espacement de fissures perpendiculaires à la sollicitation de traction directe s'accorde pleinement avec nos hypothèses relatives à la dégradation relative de l'interface (interphase) et ses implications sur la faculté de redistribution des contraintes et à la fin la sollicitation croissante des fibres, qui, au-delà d'un certain seuil, sont de nature à rompre et donc à générer la rupture de l'éprouvette.

II.4.4. Conclusion sur la variation des propriétés mécaniques du composite cimentaire TRC en fonction de la température

Il a été établi, en accord avec les rares études portant sur la même problématique relative aux TRC, que le composite textile-mortier était très sensible à la sollicitation thermomécanique

couplée. En dépit du caractère perfectible de l'assise expérimentale, des tendances ont été dégagées avec les réserves requises. Les premiers essais permettent d'apporter de premières observations sur le comportement mécanique à hautes températures des TRC. Ce comportement est non linéaire et évolue graduellement avec l'augmentation de la température. La détérioration des matériaux composites TRC est remarquée pour les températures supérieures à 100°C. Cela est indépendant de la configuration retenue (TRC avec 5 couches de Mat AR ou TRC* avec 5 couches de Mat AR et 5 couches de grille AR). Cette détérioration se traduit d'une part par une baisse progressive du nombre de zone sur la courbe $\langle \sigma \cdot \varepsilon \rangle$ (d'une courbe tri-linéaire puis bilinéaire et enfin à celle quasi-linéaire) et d'autre part par une réduction de la résistance à la fissuration, de la résistance à la rupture et de la déformation ultime à très haute température (plus de 200 °C ou 300 °C). Ce déclin de la performance mécanique de ce matériau sous l'effet d'une hausse de la température, imputable à minima à deux causes potentiellement cumulables : la dégradation des propriétés mécaniques des composants (fibre, mortier) et celle de l'interface (interphase) fibre/ matrice. Cette dernière est probablement la raison principale conduisant à une réduction du taux de renfort mobilisé à reprendre les efforts sollicités, celle-ci est liée à des fibres sur-contraintes et « prématurément rompues ». Ces deux dégradations susmentionnées sont probablement accentuées par l'apparition des contraintes thermiques liées à la différence de l'expansion thermique, à l'échelle microscopique, entre le mortier et la fibre et liées à la contraction thermique, à l'échelle macroscopique, de la partie échauffée au milieu d'éprouvette mais entravée par deux parties plus froides à deux extrémités d'éprouvette.

L'addition des grilles de fibres continues a clairement produit un effet positif sur le comportement de ce matériau en augmentant le nombre de zone sur la courbe « σ - ϵ », sa résistance ultime quel que soit la température de sollicitation et sa déformation ultime à des très hautes températures (300 °C). Néanmoins, cette addition des grilles de fibres continues n'est pas efficace au niveau de sa résistance à la fissuration du matériau car cette résistance est principalement dépendante de la matrice du matériau.

Le mode de rupture dominant à des températures élevées est caractérisé par une macrofissure transversale, suivie d'une rupture brutale après l'ouverture des lèvres de cette fissure et après la rupture des fibres.

Il semble que l'influence du type de sollicitation thermomécanique (l'essai direct à haute température ou l'essai sur éprouvette échauffée-refroidie) sur le comportement de ce matériau soit négligeable. Autrement dit, le niveau de cette influence a été dissimulé par la dispersion des résultats de mesure. Par conséquent, des essais supplémentaires sont nécessaires pour vérifier cette amorce de constat et pour étudier plus loin l'effet d'autres facteurs, qui ne sont pas pris en compte dans ce travail, tels que la pression interstitielle, le retrait et le changement des phases chimiques du mortier...

Aussi, il a été montré que la structure du renfort avait un impact sensible sur l'architecture du schéma de fissuration sous sollicitations thermomécanique. En général, la densité de fissure

est réduite correspondant à un espacement plus important entre les fissures à mesure que la sollicitation thermique augmentait.

II.5. Identification des propriétés thermomécaniques de la résine Etancol 492

II.5.1. Durée d'exposition à une température cible

Les valeurs de contrainte en traction à la rupture de la résine Etancol 492, après l'exposition à 55 °C, pendant les différentes durées sont présentées dans le *Tableau 23*. Le choix de 55°C est fondé sur la proximité avec la température de transition vitreuse de cette résine. La température retenue est propice aux modifications des caractéristiques de la résine. La *Figure 114* montre que la durée, dans la gamme retenue (entre 0,5h et 2h), n'a pas d'influence significative sur la contrainte à la rupture de la résine. Dès lors, une durée d'exposition de 30 minutes est suffisante pour déterminer la contrainte à la rupture de la résine et sera retenue pour l'ensemble des essais effectués sur les éprouvettes Etancol 492.

Durée d'exposition (h)	Contra la ruj (M	Moyen (MPa)	
0,5	14,43	16,48	15,45
1	13,23	17,48	15,36
2	16,11	14,36	15,24



Tableau 23 : Contrainte à la rupture de la résine Etancol 492 aux différentes durées d'exposition à 55 °C

Figure 114 : Comparaison des contraintes à la rupture de la résine Etancol 492 à différentes durées d'exposition à 55 °C

II.5.2. Courbe « force-déplacement » en fonction de la température et module Young à température ambiante de la résine Etancol 492

Les enseignements tirés de la partie relative au comportement à haute température du CFRP, notamment du fait du dégagement prématuré de fumée et des implications en termes de validité des mesures afférentes, nous ont conduits, dans le cas de la résine Etancol 492, à concentrer notre attention sur l'exploitation des résultats des essais en termes de courbes « forcedéplacement de la traverse du bâti ». Il va de soi que nous sommes conscients des limites de cette approche s'il convient de valoriser prioritairement le volet quantitatif. En revanche, si, comme c'est le cas dans le cadre de ce travail, c'est le volet qualitatif qui a les faveurs de l'analyse alors cette approche est tout à fait recevable voire pertinente.

Les courbes sur la *Figure 115* montrent la tendance de l'évolution de la rigidité de la résine Etancol 492 avec la température. La tendance de changement de la rigidité de ce matériau

est en accord avec que ce qui a été décrit dans la littérature. Cette résine époxy présente un comportement quasi-linéaire et fragile à des températures inférieures à 45 °C. Lorsque la température approche sa température de transition vitreuse T_g (54 °C selon les informations données par le fabricant), la résine Etancol 492 a tendance à se plastifier, avec un écoulement et une baisse importante du module et de la résistance (à peu près de 50%). En outre, entre 85 °C et 100 °C, cet adhésif montre une réduction drastique de sa résistance et de son module. Concernant l'allongement à la rupture du matériau, il faut souligner que seul l'aspect qualitatif est pris en compte, les résultats expérimentaux montrent que cette grandeur augmente avec la température, jusqu'à 75 °C puis diminue graduellement avec la température pour des valeurs supérieures à 75°C. Par ailleurs, on remarque sur *Figure 115* que l'allongement à la rupture de ce matériau à 100 °C est supérieur (de l'ordre de 5 fois) à ceux à 20 °C et à 30 °C. Cette disparité est cohérente avec l'étude de Revathi et al [74].



Figure 115 : Tendance de comportement de la résine ETANCOL 492 en fonction de la température.

Deux courbes « contrainte-déformation » tracées sur la *Figure 116*, dans lesquelles la déformation est obtenue à l'aide de deux jauges collées sur deux surfaces opposées de chaque éprouvette, confirment une fois encore le comportement linéaire et fragile de l'adhésif Etancol 492 à température ambiante. La valeur moyenne du module Young de l'Etancol 492 à température ambiante, étant déterminée selon la norme ISO 527-1 : 2012 [96] ($\varepsilon = 0.05 \% \div 0.25$ %), est de 5000 MPa qui est légèrement plus importante par rapport à celle donnée par le fabricant.



Figure 116 : Comportement de l'Etancol 492 à température ambiante en termes de la contrainte en fonction de la déformation.

II.5.3. Influence de la température sur la résistance et la rigidité en traction de la résine Etancol 492

La variation de la contrainte ultime de l'Etancol 492 sous l'effet de la température est montrée sur la *Figure 117* et les valeurs obtenues sont rassemblées dans le *Tableau 24*. En observant la forme de la courbe moyenne de résistance sur la *Figure 117*, il est possible de considérer que ce matériau a passé une transition d'un état « vitreux » à un état «caoutchouteux » dans la gamme de 20 °C à 100 °C. Le domaine vitreux de ce matériau est caractérisé par un plateau qui correspond à une valeur de la résistance de traction d'environ 27,5MPa, de 20 °C à 30 °C. Le plateau correspondant au domaine caoutchoutique est caractérisé par une résistance inférieure à 4,1 MPa à partir de 85 °C. Une réduction considérable et quasi-linéaire de la contrainte ultime de ce matériau se situe entre deux plateaux, de 30 °C à 85 °C, ce qui représente une zone de transition de cette propriété. On peut remarquer que la résistance ultime de ce matériau à 20 °C est moins importante de 15 % par rapport à celle à 85 °C.



Figure 117 : Variation de la contrainte à la rupture de l'Etancol 492 en fonction de la température

T (°C)	Contrainte à la rupture (MPa)					Moyen	
20	30,12	30,06	25,02	25,38	27,03	27,40	27,50
30	25,84	29,23	27,57	-	-	-	27,55
35	25,17	-	-	-	-	-	25,17
45	18,85	-	-	-	-	-	18,85
55	14,43	16,48	13,23	17,48	16,11	14,36	15,35
65	10,27	-	-	-	-	-	10,27
75	7,52	-	-	-	-	-	7,52
85	4,72	4,25	3,38	-	-	-	4,12
100	3,19	2,58	2,52	-	-	-	2,76

Tableau 24 : Valeurs de la résistance en traction de l'Etancol 492 à différentes températures

II.5.4. Conclusion

Les essais réalisés ont permis d'obtenir des résultats qui peuvent être résumés comme suit :

La durée d'exposition de la résine entre 30 minutes et 2 heures n'a pas d'incidence notable sur la résistance de l'Etancol 492. Dès lors, une durée d'exposition de 30 minutes est retenue.

La résistance de cette colle décroît sensiblement entre 30 et 85°C. En revanche elle est quasiment stable avant 30°C et au-delà de 85°C.

En considérant que les courbes « charge-déplacement de la traverse » sont essentiellement pilotées par la résine sollicitée et qu'elles traduisent, dans une certaine mesure, le comportement de l'Etancol 492, on peut remarquer que :

- L'adhésif Etancol 492 montre un comportement typique du matériau époxy avec la température : linéaire et fragile aux températures inférieures à 45 °C ; plastique avec un écoulement léger avant la rupture, à 55 °C ; et quasi-linéaire, ductile aux températures élevées, c'est-à-dire à partir de 65 °C.

- La déformation à la rupture accroit avec la température, jusqu'à 75 °C, au-delà cette température elle décroît. Toutefois, la déformation associée à une température de 100 °C est très sensiblement plus importante que celle obtenue à température ambiante.

II.6. Conclusions de la partie A

Les mesures de déformation effectuées au moyen du capteur laser sont tout à fait compatibles, à température ambiante, avec les matériaux employés dans le présent travail (c'està-dire les composites CFRP et TRC), uniquement quand les éprouvettes présentant une planéité de surface « satisfaisante » (le cas de CFRP) ou quand ces mesures s'effectuent sur la surface d'une des « faces latérales » (le cas de TRC). Dès lors, les résultats obtenus par ces mesures, à température ambiante, sont reproductibles et fiables. Néanmoins, la pertinence de l'utilisation de cette technique de mesure est significativement influencée par des facteurs inattendus par exemple la circulation de la fumée générée et la discontinuité du substrat de mesure. Cette limite méthodologique a été actée sans pour autant qu'une solution judicieuse ne soit proposée.

La campagne expérimentale menée sur la caractérisation thermomécanique des matériaux (qui seront constitutifs des joint de colle étudiés dans la partie suivante) a permis de tirer les enseignements suivants :

- Le matériau CFRP possède toujours un comportement linéaire jusqu'à une contrainte de 600 MPa, dans la gamme de température inférieure à 300 °C. La variation très légère de son module en traction, dans la gamme de températures comprises entre 20 °C à 300 °C, peut être décrite par le modèle proposé par Bisby. Néanmoins, l'intégrité structurale de ce matériau est sévèrement influencée par la décomposition de la résine époxy assortie d'une libération de fumée, à partir de 300 °C rendant incertaine la mesure des déformations au moyen des capteurs laser.

- Une sollicitation thermique influence significativement et de manière baissière la performance mécanique en traction du matériau TRC, à partir d'une température de 100 °C. Une réduction graduelle de sa résistance à la fissuration, de sa résistance à la rupture et de la déformation ultime (celle-ci se produit à des très hautes températures, 200 °C voire 300 °C) s'accompagnant d'une modification tant quantitative que qualitative de la courbe « σ - ε » (d'une courbe tri-linéaire puis bilinéaire et enfin à celle quasi-linéaire). Cette réduction de la performance mécanique est probablement liée à la dégradation des propriétés mécaniques des composants (fibre, mortier) eux-mêmes et à celle de l'interface fibre/ matrice. En outre, ces deux dégradations sont également accentuées par des contraintes causées par la sollicitation thermique et étroitement inhérentes à la différence de l'expansion thermique entre le mortier et la fibre ainsi qu'à la contraction thermique, à l'échelle macroscopique, de la partie échauffée au milieu d'éprouvette mais entravée. L'addition des grilles de fibres continues a un effet positif sur le comportement global de ce matériau mais se révèle sans effet notable en termes de résistance à la fissuration. Le mode de rupture caractérisant ce matériau à haute température se traduit par une macro-fissure transversale, suivie d'une rupture brutale après l'ouverture de ses lèvres et consécutivement à la rupture des fibres.

- La structure du renfort a un impact sensible sur l'architecture du schéma de fissuration sous sollicitations thermomécanique. En général, la densité de fissure est réduite correspondant à un espacement plus important entre les fissures à mesure que la sollicitation thermique croît.

- En considérant que les courbes « charge-déplacement de la traverse » sont essentiellement pilotées par la résine sollicitée, l'adhésif Etancol 492 montre qualitativement un comportement typique du matériau époxy avec la température. Ce comportement est linéaire et fragile à des basses températures, moins de 45 °C, mais plastique avec un écoulement léger avant la rupture, à la température de transition vitreuse (55 °C) ; et quasi-linéaire, ductile sans un

écoulement à des hautes températures, à partir de 65 °C. A partir de 55 °C, la déformation à la rupture de ce matériau est beaucoup plus importante que celle à température ambiante. Enfin, la dégradation de sa résistance en traction se produit fortement dans la gamme de températures comprises entre 30 °C et 85 °C.

B. Comportement thermomécanique des joints de colle

Introduction

Cette partie a comme vocation première d'évaluer expérimentalement et à une échelle réduite le comportement du joint de colle à base de résine époxidique. En continuité avec le chapitre précédent, il s'agit logiquement de joints de colle CFRP/résine/CFRP et TRC/résine/TRC. L'aspect principal qui concentrera notre attention porte prioritairement sur l'influence de la température sur la rupture.

Dans le domaine du renforcement et/ ou de la réparation des structures par collage extérieur des composites, on considère généralement que l'efficacité du système de renforcement/ réparation « substrat/ colle/ composite » est quasiment perdue lorsque la température dans le composite ou dans l'adhésif dépasse leur température de transition vitreuse. Cela est fortement recommandé dans les guides de la conception et de la construction de ces systèmes. Néanmoins, cette recommandation se base sur un nombre encore faible d'études. Par ailleurs, l'interface entre le substrat et le composite est constitué de deux interfaces « composite-colle » et « colle-substrat ». De plus, compte tenu du positionnement de la deuxième interface qui est plus proche de la source de chaleur, nous voudrions étudier l'influence de la température sur le composite ». Enfin, compte tenu des limites expérimentales telles que la dimension du four, les instrumentations et du caractère exploratoire de cette étude, il n'y a que la rupture des joints a été considéré dans le présent travail.

II.7. Dispositif expérimental et instrumentation

L'objectif spécifique de cette étude est de déterminer expérimentalement la température à la rupture des joints, sans/avec une protection thermique, supportant différents niveaux de charge mécanique. Les modes de rupture de ces joints sont aussi expérimentalement examinés.

La machine de traction A, qui est présentée dans la partie II.2.1.1, est utilisée pour effectuer les essais présentés dans ce chapitre. Ce four est équipé de trois thermocouples de type N installés dans le four à différentes hauteurs et de trois autres thermocouples, type N, installés le long de l'éprouvette testée. De plus, des thermocouples de type K sont également utilisés pour mesurer la température à l'endroit voulu sur l'éprouvette.

II.8. Joint CFRP/résine/CFRP

II.8.1. Préparation du joint et procédure expérimentale

Un total de 9 échantillons sous la forme de joint de colle en cisaillement à recouvrement simple (ci-après dénommés « CEiS ») et 9 échantillons sous la forme du joint de cisaillement à recouvrement double (ci-après dénommé « CEiD ») est préparé, *Figure 118*. Le joint de colle est constitué de plats pultrudés en **CFRP** (identiques à ceux étudiés plus haut) et l'adhésif Etancol 492. La longueur de la zone de collage des échantillons est de 50 mm. Ce choix est conditionné

par la dimension de la fente du four où les faisceaux laser passeront pendant l'essai. En effet, la distance maximale entre les deux faisceaux laser est de 12 cm et il fallait éliminer l'effet de la courbure d'éprouvette dans les zones avoisinantes des extrémités de la zone de collage.

Avant le collage, la surface de la zone de recouvrement a été attentivement abrasée et nettoyée afin d'éliminer les particules de poussière et améliorer l'adhérence entre l'adhésif et l'adhérent. Les adhérents CFRP ont été superposés et serrés par une pince pendant au moins 3 jours pour minimiser l'influence des facteurs externes au cours du durcissement de la colle. Les talons en aluminium ont été collés aux deux extrémités de l'échantillon. Le collage des talons de ces éprouvettes est fait de manière similaire à celui des éprouvettes CFRP testées en traction (cf. partie II.2.2.1). Ces échantillons ont été ensuite stockés au laboratoire au moins 7 jours avant la mise en œuvre des essais en traction-cisaillement.



Figure 118 : Configuration du joint de cisaillement à recouvrement simple CEiS (à gauche) et du joint de cisaillement à recouvrement double CEiD (à droite)

Dans le but d'étudier l'influence de la température sur l'intégrité structurelle des joints, la procédure expérimentale est présentée sur la *Figure 119* ci-dessous. Elle se compose de deux étapes :

- Etape 1 : Augmentation de la charge mécanique jusqu'à celle désirée à l'aide de l'asservissement de la machine A par le déplacement de sa traverse dont la vitesse est de 1mm/minute. Deux niveaux de charge ciblés de 625 N et 2500 N sont choisis. Ces niveaux de charge correspondent respectivement aux contraintes de cisaillement moyennes à l'interface de 0,5 MPa et de 2 MPa. La charge mécanique cible reste ensuite constante au cours de l'essai, jusqu'à la rupture d'éprouvette.

- Etape 2 : Augmentation de la température du four avec une vitesse de montée de 30°C/minute, jusqu'à la rupture d'éprouvette.

Toutes les données, y compris les températures mesurées le long du four, celles mesurées le long de l'éprouvette, la charge mécanique et la déformation de la zone de mesure (AB, voir la *Figure 118*) sont enregistrées au moins 2 fois par seconde. Le nom et la quantité des échantillons préparés sont listés dans les *Tableau 25* et *Tableau 26*. La *Figure 120* présente la mise en œuvre d'une éprouvette avant de l'essai.



Figure 119 : Trajet de chargement thermomécanique des essais effectués sur les joints CEiS, CEiD (les températures en haut, au milieu, en bas sont les températures à différentes positions sur la hauteur du four)

Echantillon	Contrainte de cisaillement moyenne (MPa)	Température à la rupture (°C)
CEiS-T20-1		20
CEiS-T20-2		20
CEiS-T20-3		20
CEiS-2MPa-Trup-1	2	
CEiS-2MPa-Trup-2	2	
CEiS-2MPa-Trup-3	2	
CEiS-2MPa-Trup-4	2	
CEiS-0.5MPa-Trup -1	0,5	
CEiS-0.5MPa-Trup -2	0,5	
CEiS-0.5MPa-Trup -3	0,5	

Tableau 25 : Liste des échantillons à recouvrement simple (CEiS)

Echantillon	Contrainte de cisaillement moyenne (MPa)	Température à la rupture (°C)
CEiD-T20-1		20
CEiD-T20-2		20
CEiD-T20-3		20
CEiD-2MPa-Trup-1	2	
CEiD-2MPa-Trup-2	2	
CEiD-2MPa-Trup-3	2	
CEiD-0.5MPa-Trup -1	0,5	
CEiD-0.5MPa-Trup -2	0,5	
CEiD-0.5MPa-Trup -3	0,5	

Tableau 26 : Liste des échantillons à recouvrement double (CEiD)



Figure 120 : Préparation de l'échantillon avant de l'essai

II.8.2. Résultats obtenus

L'influence de la température sur l'intégrité structurale est examinée en termes de température maximale de l'environnement qui provoque la rupture d'un joint quand ce dernier est soumis à une charge mécanique constante. Les charges mécaniques externes sont converties en contrainte de cisaillement moyenne à l'interface. La température moyenne, obtenue par la mesure des trois thermocouples installés le long de l'éprouvette, est désormais notée comme T_{ex} .

Les Tableau 27 et Tableau 28 rassemblent les résultats expérimentaux pour les deux types de joint testés, « CEiS » et « CEiD » respectivement. La Figure 122 présente la relation entre le niveau de la contrainte imposée et la température à la rupture, T_{rup} . Cette température correspond à la baisse brusque et marquée de la contrainte de cisaillement moyenne, τ_{moy} (un exemple est présenté dans la Figure 121). Il est clair que la T_{rup} dépend inversement de la contrainte de cisaillement mécanique du joint, mais cette relation n'est pas linéaire. Avec le même niveau de la contrainte de cisaillement moyenne de 2 MPa à l'interface, le joint « CEiS » a perdu son intégrité à une température ($T_{rup} = 93 \div 116$ °C) tandis que celle correspondant à la rupture du joint « CEiD » est de 126 °C à 152 °C ($T_{rup} = 126 \div 152$ °C). Toutefois, dans le cas d'une contrainte de cisaillement moyenne de 0,5 MPa, il n'y a pas de distinction claire entre les températures à la rupture de deux ces joints ($T_{rup} = 266 \div 330$ °C pour le joint « CEiS » et $T_{rup} = 241 \div 292$ °C pour le joint « CEiD »). Cela est attribuable à l'effet du moment fléchissant à deux extrémités de la zone de collage. Ce moment devient important lorsque la contrainte de cisaillement appliquée aux joints augmente et il est plus important pour le joint « CEiS » que pour le joint « CEiD ». Par conséquent, le joint « CEiS » soumis à une contrainte de cisaillement moyenne de 2 MPa est rompue de facon la plus prématurée. Dans le cas où les deux joints sont appliqués la même contrainte de cisaillement de 0,5 MPa, la différence de l'effet de ce moment sur leur intégrité structurale est négligeable.

Eprouvette	Vitesse d'augmentation de la température	Contra cisaillemen (MI	Température à la rupture (°C)		
	(°C/min)	essai	moyen	essai	moyen
CEiS-T20-1		10,76	11,10	20	20
CEiS-T20-2		11,82		20	
CEiS-T20-3		10,73		20	
CEiS-2MPa-Trup-1	20	2	2	116	108
CEiS-2MPa-Trup-2	9,7	2		101	
CEiS-2MPa-Trup-3	21,3	2		121	
CEiS-2MPa-Trup-4	24	2		93	
CEiS-0.5MPa-Trup -1	24	0,5		330	
CEiS-0.5MPa-Trup -2	24,1	0,5	0,5	272	289
CEiS-0.5MPa-Trup -3	24,4	0,5		266	

Tableau 27 : Synthèse des résultats des essais sur les joints « CEiS »

Eprouvette	Vitesse d'augmentation de la température	Contra cisaillemen (MI	Température à la rupture (°C)		
	(°C/min)	essai	moyen	essai	moyen
CEiD-T20-1		8,47		20	
CEiD-T20-2		8,61	8,84	20	20
CEiD-T20-3		9,43	1	20	
CEiD-2MPa-Trup-1	22,2	2		152	
CEiD-2MPa-Trup-2	20,8	2	2	135	138
CEiD-2MPa-Trup-3	20,8	2		126	
CEiD-0.5MPa-Trup -1	24,8	0,5		271	
CEiD-0.5MPa-Trup -2	24,8	0,5	0,5	292	268
CEiD-0.5MPa-Trup -3	24,4	0,5		241	

Tableau 28 : Synthèse des résultats des essais sur les joints « CEiD »



Figure 121 : Détermination de la température à la rupture de l'éprouvette CEiS-0,5MPa-Trup-1



Figure 122 : Relation entre le niveau de la contrainte de cisaillement moyenne des joints SLJ, DLJ et leurs températures à la rupture

Des observations à l'œil nu de la zone de collage, comme présentée sur la *Figure 123* et la *Figure 124*, montrent que :

- A basse température, les deux types d'éprouvette ont présenté, à une échelle macroscopique, un même mode de rupture mixte qui combine une rupture cohésive dans l'adhésif Etancol 492 et une rupture cohésive d'une couche fine de l'adhérent CFRP. Bien entendu, une rupture adhésive, notamment à l'échelle microscopique, n'est pas exclue à l'interface CFRP-colle comme une transition de ces deux ruptures. Néanmoins, une très faible épaisseur de colle combinée à un manque de moyens appropriés ne permet pas d'observer cette éventuelle rupture adhésive.

- A température plus élevée, un seul mode de rupture est observé et il s'agit d'une rupture cohésive de la colle. De même que dans les essais au niveau du comportement en traction de matériau (cf. partie II.3), les adhérents CFRP dans ces essais sont, à l'œil nu du moins, les éléments sains. Une détérioration conséquente des propriétés mécaniques de l'adhésif est la cause principale de ce mode de rupture. Un autre point notable est que la colle Etancol 492 a été presque complètement brûlée lorsque la température extérieure T_{ex} du joint a dépassé environ 270 °C, *Figure 124*.



Figure 123 : Modes de rupture du joint « CEiS » à différentes températures



 $\tau = 8,54 \text{ MPa}, \text{ } \text{T}_{\text{rup}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C} \qquad \tau = 2 \text{ MPa}, \text{ } \text{T}_{\text{rup,moy}} = 138 \text{ }^{\circ}\text{C} \qquad \tau = 0,5 \text{ MPa}, \text{ } \text{T}_{\text{rup,moy}} = 268 \text{ }^{\circ}\text{C}$ Figure 124 : Modes de rupture du joint « CEiD » à différentes températures

En bref, l'intégrité structurale des joints testés dans ce travail dépend évidemment des propriétés mécaniques de l'adhésif. Ces dernières sont affectées par la température à laquelle l'adhésif est exposé, c'est-à-dire la température à l'interface, comme montré dans la partie II.5. La température de l'environnement correspondant au moment de la perte de l'intégrité structurale des joints dépend clairement du niveau de charge mécanique imposée et de la configuration du joint. Cette température est respectivement d'environ 108 °C et 138 °C pour les joints « CEiS » et « CEiD » étant appliquée avec une contrainte de cisaillement de 2 MPa. Celle-ci est d'environ 270 ÷ 290 °C pour les deux joints soumis à une contrainte de cisaillement de 0,5 MPa. Néanmoins, il faut noter que la valeur de cette température varie certainement avec la vitesse d'augmentation de la température de l'environnement, V_{Tex} . Enfin, le mode de rupture dominant, du moins à l'échelle macroscopique, est une rupture cohésive dans la couche d'adhésif due à la décomposition importante du matériau Etancol 492.

Ainsi, dans le domaine de l'intégrité structurale des joints « CEiS » et « CEiD » ou de façon plus générale dans le domaine de l'intégrité structurale des systèmes de renforcement par matériau CFRP, il est très important d'appréhender l'évolution de la température dans la couche de l'adhésif (nommée T_{inte} pour la suite). Toutefois, dans le cadre du présent programme expérimental, notamment en raison des contraintes de temps, des limites en termes de moyens expérimentaux, la mesure de la température T_{inte} n'a pas été possible. Par ailleurs, l'épaisseur de la plaque CFRP étant assez mince, il est possible de considérer que la température T_{inte} n'est pas significativement différente de la température extérieure du joint T_{ex} . Néanmoins, une analyse se basant sur des éléments empiriquement établis est requise. Seuls deux niveaux de charge et des vitesses V_{Tex} relativement faibles ont été appliqués. Cela ne saurait épuiser, loin s'en faut, la diversité ou le caractère réaliste du système de renfort « CFRP-colle » dans le cas d'un incendie. Afin de compléter, modestement, les connaissances sur le comportement thermomécanique des joints, une approche numérique sera envisagée dans le chapitre suivant.
II.9. Joint TRC/résine/TRC

II.9.1. Préparation du joint et procédure expérimentale

Le choix de la forme et des dimensions de l'échantillon a, comme rappelé plus haut, été contraint par les dimensions du four. Aussi, comme l'épaisseur des composites TRC ainsi que leur rigidité sont plus sensibles aux moments parasites induits par les essais sur les éprouvettes à simple recouvrement, il a été décidé de conduire les essais sur des éprouvettes à double recouvrement (dont la configuration est montrée sur la *Figure 125*). Désormais, le joint de colle en question sera dénommé « TRCiD ».

Détermination de la longueur critique (« ancrage ») de collage (L_c) : Concernant le choix de la longueur de la zone de collage, L_c , deux séries de 10 éprouvettes associées aux longueurs respectives de 15, 25, 50, 70, 100 mm (deux éprouvettes pour chaque longueur) ont été fabriquées dans le but de déterminer la longueur minimale d'« ancrage », *Figure 126*. Cette longueur devrait permettre d'exploiter pleinement les propriétés à rupture des substrats TRC (*Figure 126*). Les essais ont été réalisés à température ambiante. Le résultat a montré qu'avec une longueur L_c supérieure à 15 mm, le joint « TRCiD » rompt systématiquement au niveau de l'adhérent intérieur (*Figure 127*). Ainsi, une longueur maximale de la zone de recouvrement de 15 mm peut être recommandée. Néanmoins, pour des raisons tenant essentiellement à la commodité de mise en œuvre une valeur de 50 mm de longueur de collage (L_c) a été retenue pour le joint TRCiD.



Figure 125 : Configuration du joint « TRCiD »



Figure 126 : Série d'échantillon TRCiD permettant de déterminer la longueur de la zone de collage Lc.



Figure 127 : Variation de la contrainte de traction à la rupture du joint « TRCiD » dans l'adhérent intérieur en fonction de la Lc



TRCiD-Lc = 15 mm TRCiD-Lc > 15 mm Figure 128 : Mode de ruine des joints TRCiD

Un total de 9 corps d'épreuve *TRCiD* avec $L_c = 50$ mm a été fabriqué. Les dimensions de l'échantillon sont présentées sur la *Figure 125*. Chaque éprouvette se compose de quatre pièces et de deux zones de collage (l'une ayant la longueur de L_c et l'autre ayant une longueur sensiblement supérieure égale à longueur de $(L_c + 50)$). Avant d'assembler ces pièces au moyen de la colle Etancol 492, toutes les surfaces de collage ont été soigneusement sablées et nettoyées comme décrit précédemment. Après avoir enduit de la colle sur les surfaces de collage, les pièces ont été assemblées et temporairement fixées par des pinces au cours du durcissement de la colle. Les talons en aluminium ont été collés 3 jours plus tard. Les échantillons ont été ensuite stockés au laboratoire au moins de 7 jours avant la mise en œuvre des essais en traction-cisaillement (sur les éprouvettes à double recouvrement). Dans le but d'éviter une rupture possible à l'interface de la zone de collage la plus longue ($L_c + 50$), celle-ci a été thermiquement isolée par plusieurs couches de textile de type MAT de fibre verre, *Figure 129*.

La procédure expérimentale sur ces joints « TRCiD », *Figure 130*, est identique en tout point à celle portant sur les joints « CEiS » et « CEiD », présentée dans le paragraphe ci-dessus (cf. partie II.9). Néanmoins, dans ce cas, la sollicitation est associée à la force appliquée et non à la contrainte de cisaillement moyenne à l'interface dans la mesure où la rupture du joint

« TRCiD » à température ambiante est gouvernée par celle de l'adhérent. Trois niveaux de charge mécanique appliquée, F/F_{max} (ou σ/σ_{max} dont σ_{max} est la résistance ultime du TRC à température ambiante), sont choisis 30 %, 50 % et 75 % car susceptibles de correspondre, peu ou prou, aux taux de travail du joint de colle en conditions de service. La charge maximale supportable du joint « TRCiD » est déterminée en multipliant la section transversale moyenne de l'adhérent intérieur à la résistance ultime en traction du matériau TRC. Le *Tableau 29* ci-dessous présente le nom et la quantité ainsi que le taux de travail prévu des éprouvettes.





Figure 129 : Isolation thermiqueFigure 130 : Trajet de chargement thermomécanique desde la zone de collage Lc+50essais effectués sur des joints TRCiD

Eprouvette	F/F_{max}	Quantité
TRCiD-F30-Trup-1		
TRCiD-F30-Trup-2	30%	3
TRCiD-F30-Trup-3		
TRCiD-F50-Trup-1		
TRCiD-F50-Trup-2	50%	3
TRCiD-F50-Trup-3		
TRCiD-F75-Trup-1		
TRCiD-F75-Trup-2	75%	3
TRCiD-F75-Trup-3		

Tableau 29 : Le nom et la quantité ainsi que le taux de travail prévu des échantillons du joint « TRCiD »

II.9.2. Résultats obtenus

La température à la rupture du joint, T_{rup} , est déterminée au moment où la charge mécanique diminue soudainement comme illustré sur la *Figure 131*. Le *Tableau 30* recense tous les résultats d'essai du joint « TRCiD ». Sur la *Figure 132* il est possible d'observer une relation

inverse entre le taux de travail du matériau TRC, F/F_{max} , et la température à la rupture, T_{rup} , ainsi qu'une distribution logique des types du mode de rupture. Cela montre que la perte de l'intégrité structurelle du joint dépend non seulement de la température d'environnement mais aussi du taux de travail mécanique du TRC. Les différents modes de rupture sont présentés sur la *Figure 133*.



Figure 131 : Détermination de la température à la rupture de l'éprouvette TRCiD-F30-Trup-1 (F/Fmax = 30 %, Trup = 607 °C)

Eprouvette	Vitesse d'augmentation de la température (°C/min)	F/F _{max} (%)	Température à la rupture (°C)	Mode de rupture
TRCiD-F30-Trup-1	27	30	607	B
TRCiD-F30-Trup-2	29	30	673	A + B
TRCiD-F50-Trup-1	27	50	446	A + B
TRCiD-F50-Trup-2	27	50	507	A + B
TRCiD-F50-Trup-3	29	50	485	А
TRCiD-F75-Trup-2	26	75	473	А
TRCiD-F75-Trup-3	25	75	424	A

Tableau 30 : Synthèse des résultats d'essai sur les joints "TRCiD »

Les éprouvettes étant soumises à une charge d'environ 75 % de leur capacité portante ont été systématiquement rompues au niveau de l'adhérent intérieur (mode de ruine A, *Figure 133-*a) à des niveaux de températures les moins élevés soit 424 °C et 473 °C. Cela peut être expliqué, d'une part, par une dégradation grave de la capacité portante du matériau TRC sous l'effet d'une charge mécanique élevée couplée à des températures importantes et, d'autre part, par le fait que la colle à l'interface du joint est encore bien thermiquement protégée par l'adhérent extérieur dont

l'épaisseur est de 9 mm. Par conséquent, le joint se casse prématurément dans l'adhérent intérieur TRC.



Figure 132 : Relation entre le niveau de charge mécanique et la température à la rupture du joint



(a) Mode de ruine A : rupture cohésive dans l'adhérent TRC (TRCiD-F75-Trup-3)



(b) Mode de ruine B : rupture cohésive dans l'adhésif Etancol 492 (TRCiD-F30-Trup-1)



TRCiD-F50-Trup-1

TRCiD-F50-Trup-2

(c) Mode de ruine combinant A et B : rupture cohésive dans l'adhérent TRC et dans l'adhésif Etancol 492

Figure 133 : Différents modes de ruine du joint « TRCiD »

A l'inverse, les éprouvettes étant soumises aux faibles taux de travail mécaniques ont perdu leur intégrité structurelle à des températures plus importantes, de 450 °C à 500 °C pour un taux F/F_{max} de 50 % et de 600 °C à 670 °C pour un taux F/F_{max} de 30 %. Ce constat suggère très clairement l'influence de l'interaction thermomécanique sur le comportement du joint TRCiD. La majorité de ces éprouvettes présentent un mode de rupture mixte combinant à la fois le mode de ruine A et celui B. Compte tenu de l'instrumentation retenue, il n'est pas possible d'identifier si le processus de rupture concerne simultanément les deux composants ou alors la dégradation de l'un, compte tenu de l'énergie cinétique induite, engendre celle du deuxième. Pour autant, il n'est pas indifférent de relever le caractère « hybride » du faciès de rupture du joint TRCiD.

II.10. Conclusions de la partie B

Les résultats obtenus à partir des essais directs à haute température sur les joints « CEiS » ou « CEiD » ont montré que la température à la rupture de ces joints diminue quand le taux de travail mécanique du matériau. Aux températures plus élevées, le mode de ruine dominant pour les deux types de joint est une rupture cohésive dans l'adhésif Etancol 492.

En outre, il a été mis en évidence, sur la base d'une assiette expérimentale restreinte, le fait que l'intégrité structurelle du joint « TRCiD » dépendait à la fois des propriétés thermomécaniques de TRC et de celles de la colle Etancol 492. Deux modes rupture ont été mis en relief dans le cas des joints « TRCiD » :

- une rupture cohésive dans l'adhérent intérieur, le mode A. Il semble que ce mode est disponible dans tous les joints « TRCiD » étant soumis à des taux de travail mécanique compris entre 30 % à 75 %.

- une rupture combinant le mode A mentionné ci-dessus et un autre mode de rupture, le mode B, qui est une rupture cohésive de l'adhésif à l'interface.

C. Caractérisation de l'influence des isolants sur le comportement des joints de colle

Introduction

Les résultats expérimentaux obtenus dans la partie B mettent clairement en lumière les faibles facultés, bien que différenciées, des joints (FRP et TRC), à résister durablement à une sollicitation thermomécanique. Par conséquent, il s'avère opportun d'envisager le recours à une protection thermique.

Dans ce travail, deux isolants thermiques (protection incendie) ont été retenus :

- un produit commercial de la société PROMAT qui s'appelle PROMASPRAY®T. C'est un revêtement projeté destiné à l'isolation thermique de surfaces non exposées aux intempéries. Cet isolant est un matériau sec se composant de laine de laitier, de liants hydrauliques et semisynthétiques ainsi que de divers adjuvants. Il se présente sous forme de flocons.

- un isolant développé au sein du Laboratoire LGCIE qui sera nommé ISOLANT A. Pour des raisons de confidentialité, le détail de la formulation de cet isolant ne sera pas abordé.

Cette partie est destinée à évaluer l'efficacité de protection thermique de ces deux isolants en comparant les températures à la rupture des joints de colle sans/ avec isolant.

II.11. Préparation des éprouvettes

La fabrication des échantillons s'est concentrée sur la protection thermique des zones de recouvrement comme illustré sur la *Figure 134*. Deux types d'isolants ont été retenus : le PROMASPRAY®T (ci-après dénommé brièvement SprayT) et l'Isolant A. Deux niveaux d'épaisseur de l'isolant ont été sélectionnés en se basant sur la dimension du four. L'épaisseur des isolants utilisés pour le joint « CEiS » est de 2,5 cm et celui pour le joint « TRCiD » est de 1,5 cm. Les *Figure 134* ÷ *136* montrent la fabrication et la mise en œuvre des éprouvettes.

Un total de 09 joints « CEiS » isolés et de 06 joints « TRCiD » isolés est fabriqué comme présenté dans le *Tableau 31* et le *Tableau 32*. Parmi eux, il y a :

- 06 joints « CEiS » protégés par 2,5 cm du SprayT,

- 03 joints « CEiS » protégés par 2,5 cm de l'Isolant A,

- 03 joints « TRCiD » protégés par 1,5 cm du SprayT

- et 03 joints « TRCiD » protégés par 1,5 cm de l'Isolant A.

Dans le but d'observer l'évolution de la température à l'intérieur de l'éprouvette, le joint isolé « *CEiS-Isolant A2.5cm-0.5MPa-Trup-2* » est attaché un thermocouple sur la surface de la zone de collage et le joint isolé « *TRCiD-Isolant A1.5cm-F50-Trup-2* » est également équipé d'un thermocouple à l'interface de la zone de collage la plus longue, voir la *Figure 137*.



Figure 134 : Fabrication des échantillons thermiquement isolés (Isolant A)



Figure 135 : Protection thermique d'un joint par l'Isolant A



Figure 136 : Protection thermique d'un joint par le PROMASPRAY®T

Eprouvette	Contrainte de cisaillement moyenne à l'interface (MPa)	Quantité
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-1		
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-2	2	3
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-3		
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-1		
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-2	0,5	3
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-3		
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-1		
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-2	0,5	3
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-3		

Tableau 31 : Liste des joints « CEiS » thermiquement isolés

Eprouvette	F/Fmax (%)	Quantité
TRCiD-SprayT1.5cm-F50-Trup-1		
TRCiD-SprayT1.5cm-F50-Trup-2	50	3
TRCiD-SprayT1.5cm-F50-Trup-3		
TRCiD-IsolantA1.5cm-F50-Trup-1		
TRCiD-IsolantA1.5cm-F50-Trup-2	50	3
TRCiD-IsolantA1.5cm-F50-Trup-3		

Tableau 32 : Liste des joints « TRCiD » thermiquement isolés





Figure 137 : Utilisation des thermocouples permettant de mesurer la température à l'interface des joints thermiquement isolés avant de mouler des isolants

II.12. Procédure expérimentale

La procédure de la réalisation des essais sur les joints « CEiS » isolés et « TRCiD » isolés (*Figure 138* et *139*) est globalement identique à celle présentée dans les paragraphes précédents sur les joints non-isolés. Toutefois, quelques différences sont à souligner :

- Les joints « CEiS » isolés par l'Isolant A sont sollicités par une contrainte moyenne de cisaillement de 0,5 MPa ;

- les joints « TRCiD » isolés par le SPRAYT et l'Isolant A sont associés à une charge mécanique représentant un taux de travail du matériau TRC de 50 % ;

- La température maximale du four est limitée à 1000 °C pour des raisons de sécurité.

Toutes les données, y compris la température du four, la charge mécanique sont enregistrées au moins 2 fois par minute.



Figure 138 : Trajet de chargement thermomécanique pour les essais sur le joint « CEiS » isolé



Figure 139 : Trajet de chargement thermomécanique pour les essais sur le joint « TRCiD » isolé

II.13. Résultats obtenus

II.13.1. Protection du joint « CEiS »

La température à la rupture des joints isolés, T_{rup} , est déterminée au moment où la charge mécanique diminue soudainement et de manière marquée comme illustrée sur la *Figure 140*. Néanmoins, dans certains essais, il existe une décroissance de la vitesse d'augmentation de la température du four à des températures approximatives de celle à la rupture de l'éprouvette T_{rup} , voir la *Figure 142*. Par conséquent, il est évident que la valeur de la température à la rupture de l'éprouvette, T_{rup} , aurait été plus élevée que celle correspondant à la chute de la force appliquée. C'est la raison de l'apparition des signes «> » dans le *Tableau 33*. Au cours de l'essai sur le joint *CEiS-Isolant A2.5cm-0.5MPa-Trup-2*, une surchauffe imprévue du four s'est produite, comme montré sur la *Figure 141*. Dès lors, la valeur de la température T_{rup} de ce joint n'a pas été déterminée.

Une comparaison entre la température à la rupture des joints « CEiS » non-isolés et celle des joints « CEiS » isolés par SPRAYT et ISOLANT A est présentée sur la *Figure 143*. En se basant sur cette figure, on peut remarquer que dans le cadre d'un scénario s'apparentant (de manière tout à fait perfectible) à une montée en température d'un incendie où la température ambiante augmente avec une vitesse d'environ 26 °C à 30 °C, les points suivants peuvent être retenus :

- une couche de SPRAYT de 2,5 cm peut prolonger l'exposition correspondant à plus de 500 °C pour la température à la rupture T_{rup} d'un joint « CEiS » étant soumis à une contrainte de cisaillement moyenne de 2 MPa (la température T_{rup} a augmenté de 108 °C à 622 °C) ; et plus de 450 °C pour la température T_{rup} d'un joint « CEiS » étant soumis à une contrainte de cisaillement moyenne de 0,5 MPa (de 289 °C à 739 °C) ;

- Cependant, une couche de l'isolant A de 2,5 cm peut prolonger l'exposition correspondant à plus de 650 °C pour la température T_{rup} d'un joint « CEiS » étant soumis à une contrainte de cisaillement moyenne de 0,5 MPa (la température T_{rup} a augmenté de 289 °C à plus de 944 °C).

Bien qu'il existe une petite différence de la V_{Tex} entre deux séries d'essai, sur les joints « CEiS » non-isolés ($V_{Tex} = 20 \div 24$ °C /min) et sur les joints « CEiS » isolés ($V_{Tex} = 26 \div 30$ °C /min), les remarques mentionnées ci-dessus sont tout à fait recevables. En pratique, dans le cadre des applications visées, le système de renfort (c'est-à-dire le composite et la colle) s'expose habituellement à des hautes températures sur 3 côtés d'une section transversale. Par conséquent, leur intégrité structurelle sera probablement perdue à une température supérieure à la température T_{rup} expérimentalement déterminée de ces joints dans la présente thèse.



*Figure 140 : Détermination de la température à la rupture de l'éprouvette CEiS-SprayT2.5cm-*2MPa-Trup-1 (Trup = 595 °C)



Figure 141 : Surchauffe du four et évolution de la température à l'interface de l'éprouvette CEiS-Isolant A2.5cm-0.5MPa-Trup-2



Figure 142 : Décroissance de la vitesse d'augmentation de la température du four à des températures approximatives de celle de rupture déterminée dans des essais T_{rup}

Eprouvette	Vitesse d'augmentation	Contrainte de cisaillement	Tempér la rupti	rature à 1re (°C)
	(°C/min)	(MPa)	essai	moyen
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-1	29	2	5 9 5	
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-2	26	2	598	622
CEiS-SprayT2.5cm-2MPa-Trup-3	26	2	673	
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-1	27	0,5	751	
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-2	28	0,5	> 682	> 739
CEiS-SprayT2.5cm-0.5MPa-Trup-3	28	0,5	785	
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-1	30	0,5	> 996	
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-2	27	0,5	-	> 944
CEiS-IsolantA2.5cm-0.5MPa-Trup-3	29	0,5	> 891	

Tableau 33 : Synthèse des résultats d'essai sur les joints "CEiS » isolés



Concernant le mode de rupture, l'observation au terme des essais a montré que l'ensemble de l'adhésif et de la matrice époxy d'adhérent CFRP dans la zone exposée à haute température est totalement décomposé, *Figure 144*. Même les fibres de carbone ont tendance à présenter un état de décomposition avancé.



Figure 144 : Mode de rupture des joints "CEiS » isolés par l'isolant SPRAY T et l'isolant A

II.13.2. Protection du joint « TRCiD »

Trois échantillons ont été préparés pour chaque type d'isolant. Toutefois, 02 essais (dont 01 échantillon pour chaque type d'isolant) n'ont pu être convenablement exploités du fait de la surchauffe brutale du four, *Figure 145*. La température à la rupture des joints isolés, T_{rup} , est déterminée au moment où la charge mécanique diminue soudainement et de manière conséquente comme illustrée sur la *Figure 146*. Les résultats expérimentaux sur les joints isolés avec deux types d'isolant, SPRAYT et ISOLANT A sont rassemblés dans le *Tableau 34*.

Les résultats obtenus à partir de ces essais montrent que dans le cadre d'un scénario s'apparentant à une montée en température d'incendie où la température ambiante augmente avec une vitesse d'environ 30 °C :

- avec une épaisseur de 1,5 cm, les deux isolants étudiés sont capables d'assurer la protection du joint « TRCiD » jusqu'à une température potentiellement supérieure à 1000 °C. En d'autres termes, ces isolants peuvent prolonger la température T_{rup} du joint de plus de 500 °C, ce qui est tout à fait significatif si ces résultats sont comparés avec l'efficacité de protection thermique de ces deux isolants de 2,5 cm d'épaisseur sur les joints « CEiS ». Néanmoins, il faut noter que la contrainte de cisaillement moyenne dans l'adhésif pour ce joint « TRCiD » est beaucoup moins élevée que celle pour les joints « CEiS » (0.25 MPa pour « TRCiD », 0.5 MPa et 2 MPa pour « CEiS »).

- Toutes les éprouvettes testées présentent une rupture de l'interface de la zone de collage la plus courte, soit une longueur L_c de 50 mm, *Figure 147*.



Figure 145 : Surchauffage brutale du four au cours d'un essai



Figure 146 : Détermination de la température à la rupture et l'évolution de la température à l'interface de l'éprouvette TRCiD-Isolant A1.5cm-F50-Trup-2 (T_{rup} > 1000 \text{ }^{\circ}C)

Eprouvette	Vitesse d'augmentation de la température (°C/min)	F/Fmax (%)	Température à la rupture (°C)
TRCiD-SprayT1.5cm-F50-Trup-1	30	50	> 9 72
TRCiD-SprayT1.5cm-F50-Trup-2	28	50	> <mark>996</mark>
TRCiD-IsolantA1.5cm-F50-Trup-1	30	50	> 1000
TRCiD-IsolantA1.5cm-F50-Trup-2	29	50	> 1000

Tableau 34 : Synthèse des résultats des essais effectués sur les joints "TRCiD » isolés



Figure 147 : Mode de rupture des joints TRCiD protégés par l'isolant PROMASPRAY®T et l'isolant

Enfin, certains phénomènes physiques, au cours de l'expérience, ont été observés :

- A la fin des essais, quelques fissures apparaissent sur la surface de l'isolant A, *Figure 149* et le PROMASPRAY®T semble devenu plus poreux, *Figure 148*.

- Au cours des essais, on a également observé la sortie des fumées dans les périodes où la température du four est d'environ 180 °C à 500 °C (surtout de 350 °C ÷ 450 °C) et plus de 900 °C, comme illustré sur la *Figure 150*. La première période est probablement liée à la déshydratation et à la décomposition des matériaux du joint. Cependant, la deuxième période est peut-être associée à la combustion des fibres de verre utilisées pour l'étanchéité du four.



Figure 148 : Surface du PROMASPRAY®T après l'essai



Figure 149 : Fissuration à la surface de l'Isolant A après essai



Figure 150 : Sortie des fumées au cours d'essai

II.14. Conclusion de la partie C

En résumé, les deux isolants ont montré leur bonne capacité de protection thermique. Avec une épaisseur assez modeste, ne dépassant pas 2,5 cm, les isolants PROMASPRAY®T et l'ISOLANT A peuvent prolonger de plus de 450 °C et 650 °C la température à la rupture des joints « CEiS ». Avec une épaisseur de 1,5 cm, ces deux isolants peuvent prolonger de plus 500 °C la température à la rupture des joints « TRCiD » étant soumis à un taux de travail de 50 %. Le mode de rupture généralement observé pour ces joints isolés est la rupture interfaciale.

De manière générale, la connaissance de la température à l'interface « isolant-composite » (la valeur et la vitesse) permet de prédire, dans une certaine mesure, la température à la rupture des joints isolés. Ainsi, une analyse de transfert de la chaleur dans un corps d'isolant est clairement nécessaire pour fournir des informations utiles. Par conséquent, quelques essais thermiques sur les isolants purs du PROMASPRAY®T et de l'ISOLANT A vont être présentés dans la partie suivante.

D. Etude expérimentale du caractère isolant thermique du matériau TRC et des isolants

Introduction

Jusqu'à lors les développements relatifs au présent document portaient sur le comportement des composites et joints de colle sous sollicitations thermomécaniques qui font écho à la nature de sollicitation qu'une structure est appelée à reprendre dans le cas d'un incendie potentiel.

Toutefois, l'écran thermique des matériaux constitutifs constitue une opportunité potentiellement valorisable dans le cadre d'un incendie dans le contexte de la préservation de conditions thermiques favorables au support renforcé ou, à tout le moins, la prorogation de l'exploitation, même partielle, des matériaux du support réhabilité.

Afin d'envisager cette opportunité, il pourrait s'avérer intéressant de se pencher de manière simplifiée et fragmentaire sur l'aptitude des matériaux composite à constituer un écran thermique efficace.

Dès lors, cette partie visera à explorer cette facette via : le composite TRC dont le renfort est 5 mats et deux isolants PROMASPRAY®T et ISOLANT A.

Des essais, à l'échelle matériau, seront conduits sur des éprouvettes de forme d'un parallélépipédique.

II.15. Dispositif expérimental et instrumentation :

L'essai est conduit dans le four décrit dans la partie II.2. La température de la surface extérieure de l'éprouvette (T_{ex}) est mesurée par trois thermocouples instrumentés sur l'éprouvette, *Figure 151*. Elle est également considérée comme la température du four. La température à l'intérieur (T_{in}) est restituée par un thermocouple indépendant de type K (voir partie II.2). Toutes les données sont enregistrées à une fréquence de 2 fois/ seconde.



Figure 151 : Eprouvette avant, au cours et après l'essai.

II.16. Préparation des éprouvettes

II.16.1. Eprouvette TRC

Quatre plaques de TRC (leurs dimensions sont présentées dans le *Tableau 35*) sont coupées à partir de grandes plaques de TRC (voir les *Figure 77* et 78, partie II.2.2.3), au moyen d'une scie à lame de diamant. Les dimensions de ces plaques sont ensuite vérifiées et ajustées. Cela est effectué en abrasant les surfaces par papier abrasif ou en enduisant les surfaces du même mortier de la matrice du TRC pour garantir que toutes les plaques de même présentent les mêmes dimensions.

Plaque	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
1	280	35	10
2	280	15	10
3	270	55	10
4	270	15	10

Tableau 35 : Plaques utilisées pour la fabrication des éprouvettes

Deux types d'échantillons (type 1 et type 2) sous la forme de parallélépipèdes rectangulaires sont fabriqués en collant des plaques par l'intermédiaire du mortier utilisé pour le matériau TRC, *Figure 152*. Les dimensions des éprouvettes se présentent dans le *Tableau 37*.

Un thermocouple de type K de 6 mm de diamètre associé à une tenue en température pouvant aller jusqu'à 1200 °C, est placé à l'intérieur de l'éprouvette. Les deux extrémités d'échantillon sont scellées soit par une couche de mortier d'environ 40 mm, soit par une couche de fibre de verre de 20 mm et une couche de mortier d'environ 30 mm. Cela a pour but de limiter la conduction thermique dans le sens de la hauteur de l'éprouvette. La *Figure 151* au-dessus présente également quelques images des éprouvettes en TRC avant, au cours, et après les tests.

7 éprouvettes de 10 mm d'épaisseur (l'éprouvette de type 1) et 2 éprouvettes de 20 mm d'épaisseur (l'éprouvette de type 2) ont été testés. La dénomination et la quantité des éprouvettes sont listées dans le *Tableau 38* (partie II.19). Les corps d'épreuve en question ont été stockés au laboratoire au moins 28 jours avant la mise en œuvre des essais.

II.16.2. Eprouvette des isolants SprayT et Isolant A

Les échantillons ont également une forme parallélépipédique. La configuration et les dimensions des éprouvettes sont présentées sur la *Figure 153* et dans le *Tableau 37*. Dans les échantillons, un trou de 7 mm de diamètre a été ménage en vue de positionner a posteriori un thermocouple.

Un thermocouple de type K de 6 mm de diamètre est mis en place dans le trou, au milieu de l'éprouvette afin de mesurer la température à l'intérieur de l'éprouvette (T_{in}). L'extrémité de ce trou a été ensuite scellée par une couche de fibre de verre d'environ 40 mm ainsi que par une couche de mortier utilisé pour le matériau TRC d'environ 10 mm, *Figure 153*. Cela a pour but de limiter le transfert de chaleur dans le sens vertical. La *Figure 154* présente quelques images des éprouvettes avant et après le test.

Au total 10 éprouvettes dont la dénomination et le nombre sont listés dans le *Tableau 38* (partie II.18) et ont été stockées dans les mêmes conditions que les précédentes.



Figure 152 : Configuration d'éprouvette (dimension en mm)

Eprouvette	Hauteur, h (mm)	Largeur de la base, a (mm)	Epaisseur de la paroi, d (mm)	Quantité
TRC type 1	290	35	10	7
TRC type 2	290	55	20	2

Tableau 36 : Dimensions des éprouvettes TRC type 1 et TRC type 2



Figure 153 : Configuration et dimensions des éprouvettes (dimension en mm) h = 290 mm; a = 37, 57 et 61 mm

Eprouvette	Hauteur, h (mm)	Largeur de la base, a (mm)	Epaisseur de la paroi, d (mm)	Quantité
ст	290	37	15	2
Spray1	290	57	25	2
	290	37	15	2
Isolant A	290	57	25	2
	290	61	27	2

Tableau 37 : Dimensions des éprouvettes

II.17. Procédure expérimentale

Les éprouvettes sont chauffées avec les différentes vitesses d'augmentation de température du four (V_{Tex}) et les valeurs des températures à la surface (T_{ex}) ainsi qu' l'intérieur (T_{in}) des éprouvettes sont enregistrées 2 fois par seconde. L'essai est arrêté au moment où la température à l'intérieur de l'éprouvette, T_{in} , atteint celle à l'extérieur, T_{ex} . La température de la surface extérieure de l'éprouvette (T_{ex}) est mesurée par trois thermocouples. La température à l'intérieur (T_{in}) est contrôlée par un thermocouple indépendant de type K mentionné plus haut.



Mise en œuvre de l'essai sur l'éprouvette Isolant A



Eprouvette SprayT avant d'essai



Eprouvette SprayT après d'essai

Figure 154 : Eprouvette (Isolant A et SprayT) avant et après l'essai.

II.18. Appellation d'éprouvette

Afin de gagner en lisibilité et en clarté, nous avons choisi d'adapter une référence pour chaque éprouvette, cette référence se décompose comme suit :

[Matériau] - [Epaisseur] - [Vitesse] - [Numéro] - [Paramètre d'exploité]

Dans lequel,

[Matériau] :	Matériau utilisé, e.g. TRC, SprayT, Isolant A.
[Epaisseur] :	Epaisseur de la paroi d'éprouvette,
	e.g. $d10 = $ épaisseur de 10 mm.
[Vitesse] :	Vitesse d'augmentation de la température du four,
	e.g. V3 = vitesse de 3 °C/min.
[Numéro] :	Numéro d'éprouvette dans un même régime de chauffage,
	e.g. 1 ou $2 = la$ première ou deuxième éprouvette testée. Ce paramètre n'existe pas dans le cas où une seule éprouvette est testée.

Les résultats expérimentaux se traduiront par des courbes de températures à la surface (T_{ex}) et à l'intérieur (T_{in}) de l'éprouvette ou les courbes présentant la vitesse de ces températures, e.g. V_{Tex} et V_{Tin} . Ainsi, on ajoute un composant dans la formule de référence ci-dessus, dès lors, elle prend la forme suivante :

```
[Matériau] - [Epaisseur] - [Vitesse] - [Numéro] - [Paramètre exploité]
```

Dans laquelle,

$$\label{eq:comprise} \begin{split} & [Paramètre exploité]: y \ compris, la température à l'extérieur (T_{ex}) et à l'intérieur (T_{in}) \\ & d'une \ éprouvette \ et \ leur \ vitesse \ correspondante \ V_{Tex} \ et \ V_{Tin}. \end{split}$$

Le *Tableau 38* ci-dessous présente la liste des éprouvettes de trois matériaux : TRC, SprayT et Isolant A. Dans le but d'obtenir le plus possible les données expérimentales pour différents cas et de prédire les propriétés de transfert de chaleur des matériaux en question (cela sera réalisé dans le chapitre suivant), les différentes épaisseurs de paroi de l'éprouvette et les différentes vitesses d'augmentation de la température du four (V_{Tex}) ont été choisies dans cette campagne expérimentale.

Matériau	Nom de l'éprouvette	Quantité
	TRC-d10-V3-1/2	2
	TRC-d10-V12-1/2/3	3
TRC	TRC-d10-V27-1/2	2
	TRC-d10-V3	1
	TRC-d10-V27	1
SproyT	SprayT-d15-V30-1/2	2
Sprayr	SprayT-d25-V30-1/2	2
	Isolant A-d15-V30-1/2	2
Isolant A	Isolant A-d25-V30-1/2	2
	Isolant A-d27-V30-1/2	2

Tableau 38 : Liste des éprouvettes des trois matériaux TRC, SprayT et Isolant A

II.19. Résultats obtenus

Au même titre que pour certaines parties antérieures les « caprices » du four ont eu raison d'une partie des résultats. Seuls ceux qui n'ont pas été entachés de soucis techniques, et donc tenus pour fiables, seront présentés et examinés.

II.19.1. Caractère isolant thermique du TRC

Les résultats de mesure concernant les températures à la surface extérieure et à l'intérieur des éprouvettes TRC, T_{ex} et T_{in} respectivement, sont présentés sur les *Figure 155* (a, b) et *Figure 158*. L'évolution de la vitesse de ces températures (i.g. V_{Tex} et V_{Tin}) est également illustrée sur les *Figure 156* et *Figure 157*. Les lignes continues représentent la température T_{ex} et la variation de sa vitesse V_{Tex} en fonction du temps, cependant les lignes « discontinues » montrent l'évolution de la température T_{in} et sa vitesse V_{Tin} . La valeur de T_{ex} , qui correspond à la température mesurée à la surface de l'éprouvette, est considérée comme la valeur moyenne des valeurs mesurées par trois thermocouples.



Figure 155 : Evolutions des températures Tex et Tin pour les éprouvettes de 10 mm d'épaisseur (a)- Courbes complètes ; (b)- Agrandissement de la région près de l'origine



des éprouvettes TRC de 1 cm d'épaisseur





TRC-d10-V3-1 TRC-d10-V12-3

Figure 158 : Evolutions des températures T_{ex} et T_{in} pour les éprouvettes de 20 mm d'épaisseur

Figure 159 : Surface d'éprouvette après exposition à 100 °C et 400 °C

En examinant les figures ci-dessus, quelques enseignements préliminaires donc fragiles, requérant immanquablement un substantiel complément expérimental, peuvent être tirés:

- Généralement, la différence entre les températures à l'extérieur et à l'intérieur (T_{ex} - T_{in}) est proportionnelle à la vitesse de montée en température du four (T_{ex}) et à l'épaisseur de la paroi d'éprouvette (d), voir *Figure 155* et *Figure 158*.

- En général, la température à l'intérieur T_{in} augmente de façon quasiment linéaire jusqu'à environ 300°C, à l'exception de deux étapes qui sont le premier temps de quelques dizaines de degrés et le plateau de 100 °C. Cette température T_{in} se développe ensuite brusquement avec une vitesse plus importante que celle de la température extérieure (*Figure 156*). Cela est éventuellement imputable à la fissuration thermique du matériau TRC sous l'effet des très hautes températures, comme le montre des fissures aléatoires à droite de la *Figure 159*. Un scénario de développement des fissures peut être suggéré :

A partir d'une certaine température, un retrait est de nature à se produire dans la matrice. Cette contraction va être entravée d'une part à cause de la présence des fibres de verre, et d'autre part en raison des couches internes plus froides. En effet, dans l'étude bibliographique il a été observé un retrait de la pâte de ciment durcie à partir des températures plus de 100 °C tandis que la fibre de verre n'absorbe pas l'eau et ainsi ne se contracte pas (Goswami et al [97]-page 75). En outre, un retrait du matériau TRC utilisé dans ce travail est montré sur la *Figure 160* au-dessous. Afin d'étudier la déformation thermique du compsite TRC, nous avons efféctué un essai sur ce matériau avec les éléments suivants :

- L'éprouvete, identique à celle utilisée pour la caractérisation du comportement thermomécanique du composite TRC (voir partie A), est chauffée sans appliquer une charge mécanique ;

- Le déplacement de traverse de la machine de traction est exploité pour observer les déformations thermiques (contraction, dilatation) de l'éprouvette au cours d'une croissance graduelle de la température qu'elle est exposée.

La *Figure 160* présente le résultat de cet essai en termes de la température et du déplacement de la traverse en fonction du temps de l'essai. Nous observons sur cette figure une dilatation thermique au début du chauffage suivie par un retrait dans la gamme de la température de 200 °C à 450 °C de ce composite TRC.

Les fissures se propagent progressivement a priori de l'extérieur vers l'intérieur. La paroi de l'éprouvette est ainsi totalement fissurée après l'atteinte d'une température T_{in} de 300 °C. Cette hypothèse est en accord avec les résultats de l'essai de traction directe du matériau TRC qui présente des fissures aléatoires lorsque les corps d'épreuve sont exposés à des températures comprises entre 300 °C ou 400 °C, voir partie II.4.3. Ainsi, il est possible qu'une température d'environ 300 °C soit celle de fissuration du matériau TRC utilisé dans la présente étude.



Figure 160 : Déformation thermique du matériau TRC

(Les températures en haut, au milieu et en bas étant des températures dans le four selon sa hauteur ; écartement entre outillages présentant le déplacement de traverse de la machine)

- Enfin, un plateau à 100 °C est observé sur les courbes de T_{in} , *Figure 155*-b. Un des éléments d'explication potentiellement partiel tient à la déshydratation du matériau. Ainsi, la chaleur nécessaire à la libération de l'eau est de nature à différer la montée de T_{in} .

II.19.2. Caractère isolant thermique du PROMASPRAY®T

La *Figure 161* montre les évolutions des températures à l'extérieur, T_{ex} et à l'intérieur, T_{in} des éprouvettes du SprayT de 1,5 cm et 2,5 cm d'épaisseur. La *Figure 162* présente leur vitesse

en fonction du temps d'essai. Sur ces figures, nous pouvons observer une relation inverse entre l'épaisseur de l'isolant et la valeur de la température à l'intérieur, T_{in} , ainsi que sa vitesse dans la plupart du temps du chauffage. La vitesse d'augmentation de la T_{in} est toujours moindre que celle de la T_{ex} pendant une durée d'environ 18 minutes et 28 minutes, à partir du début du chauffage, pour l'éprouvette de 1,5 cm et 2,5 cm d'épaisseur, respectivement, voir *Figure 162*. Après ces durées, la vitesse de la T_{in} devient plus importante que celle de la T_{ex} . Cela indique que ce matériau isolant commence à être endommagé par effet thermique, comme montré sur la *Figure 163* le matériau PROMASPRAY®T devient poreux après l'exposition à des températures élevées.



Figure 161 : Evolution des températures à l'extérieur, T_{ex} et l'intérieur, T_{in} des éprouvettes du PROMASPRAY®T de 1,5 et 2,5 cm d'épaisseur



Figure 162 : Evolution des vitesses de température V_{Tex} et V_{Tin} des éprouvettes du PROMASPRAY®T de 1,5 et 2,5 cm d'épaisseur



Figure 163 : Eprouvettes « SprayT-d15-V30-1 » et « SprayT-d25-V30-1 » de PROMASPRAY®T avec 1,5 et 2,5 cm d'épaisseur après essai

En se basant sur :

- la valeur de la T_{in} et sa vitesse (*Figure 161*),

- la valeur de la température à la rupture des joints « CEiS » non-isolés obtenue par des essais dans la partie II.8.2 (*Tableau 27*).

Une prédiction préliminaire et approximative des températures à la rupture des joints « CEiS » isolés par 2,5 cm du matériau PROMASPRAY®T, selon le principe de superposition, est effectuée et présentée sur la *Figure 164*. Les valeurs prédites de cette température sont d'environ $545 \div 644$ °C et $775 \div 855$ °C respectivement pour les joints imposés d'une contrainte de cisaillement moyenne dans l'adhésif de 2 MPa et 0,5 MPa.



Figure 164 : Prédiction des températures à la rupture pour les joints « CEiS » isolés par 2,5 cm d'épaisseur de PROMASPRAY®T

Par ailleurs, les valeurs obtenues par des essais réalisés, présentés dans la partie II.13.1 (*Tableau 33*) sont données ci-dessous :

- Pour le joint étant soumis à une charge de 2 MPa : 595 °C \div 673 °
- Pour le joint étant soumis à une charge de 0,5 MPa : > 682 °C \div 785 °C

On trouve que les valeurs prédites présentées ci-dessus sont assez proches de celles obtenues par les essais expérimentaux.

II.19.3. Caractère isolant thermique de l'Isolant A

La *Figure 165* montre les évolutions des températures à l'extérieur, T_{ex} et à l'intérieur, T_{in} des éprouvettes de l'Isolant A de 1,5 cm, 2,5 cm et 2,7 cm d'épaisseur. La *Figure 166* présente leur vitesse en fonction du temps d'essai. Sur ces figures, nous pouvons remarquer que l'accroissement de l'épaisseur d'éprouvette a non seulement réduit la valeur de la température à l'intérieur, T_{in} et sa vitesse dans la première période du chauffage, mais aussi prolongé la longueur du plateau de 100 °C de cette grandeur. En effet, ce plateau se produit entre5 minutes et 22 minutes pour l'augmentation de l'épaisseur d'éprouvette de 1,5 cm à 2,7 cm. Quelques minutes après la fin de ce plateau de 100 °C (d'environ 5 ÷ 10 minutes), la température T_{in} de toutes les éprouvettes atteint environ 150 °C et sa vitesse devient ensuite beaucoup plus élevée que celle de la T_{ex} . Cela signifie que la résistance thermique de cet isolant a considérablement diminué. Après l'exposition à de très hautes températures, certaines fissures thermiques sont visibles sur la surface des éprouvettes, comme montré sur la *Figure 167*.



Figure 165 : Evolution des températures à l'extérieur, T_{ex} et l'intérieur, T_{in} des éprouvettes de l'ISOLANT A de 1,5 cm, 2,5 cm et 2,7 cm d'épaisseur



Figure 166 : Evolution des vitesses des températures V_{Tex} et V_{Tin} des éprouvettes de l'ISOLANT A de 1,5 cm, 2,5 cm et 2,7 cm d'épaisseur



Figure 167 : Fissuration à la surface de l'éprouvette « d27 » de l'ISOLANT A après essai

II.20. Conclusion sur la partie D

Le matériau TRC présente une bonne tenue à la température, jusqu'à 300 °C. Lorsque la température de la surface arrière, T_{in} , d'une plaque de ce matériau de 10 mm (20 mm) d'épaisseur atteint 300 °C, la surface avant de cette plaque peut être déjà chauffée jusqu'à une température T_{ex} de 345 °C et 594 °C (420 °C et 872 °C) correspondant aux vitesses de T_{ex} de 3 °C/min et 27 °C/min. Néanmoins, il est probable qu'à partir d'environ 300 °C une fissuration thermique conséquente de ce matériau favorise la pénétration de la chaleur. Par conséquent, la température

de la surface arrière, T_{in} , se développe brusquement. Un retrait de ce matériau est également observé dans la gamme de températures comprises entre 200 °C et 450 °C.

Les deux isolants ont montré une excellente résistance à la température : avec une épaisseur de 1,5 cm et avec une croissance de la température ambiante d'une vitesse de 30 °C/min à partir de 20 °C, le Promaspray®T peut maintenir la température à l'intérieur, T_{in} , inférieure à 100 °C pendant 12 minutes (la température de l'environnement, T_{ex} , est d'environ 380 °C). Pour l'Isolant A, cette durée est d'environ 16 minutes ($T_{ex} = 500$ °C).

Les résultats expérimentaux ont également montré qu'il y a une relation inverse entre l'épaisseur de l'isolant et la valeur de la température à l'intérieur, T_{in} (qui, dans une certaine mesure, peut être considérée comme la température à l'interface « isolant-composite »), ainsi que sa vitesse. Pour l'Isolant A, l'effet le plus clair d'augmentation de l'épaisseur de cet isolant est la prolongation du plateau de 100 °C de la température à l'intérieur T_{in} . Typiquement, quelques minutes après la fin de ce plateau, la vitesse de la température à l'intérieur, T_{in} , augmente de manière significative. Cela marque un début de l'endommagement.

E. Conclusion du chapitre

Cette partie a permis de mettre en œuvre une procédure expérimentale autorisant la caractérisation thermomécanique des composites et des joints de colle à l'échelle du matériau. La procédure s'est révélée, dans le cas de l'identification des lois de comportement, pertinente jusqu'à un niveau de température relativement élevé voisin de 300 °C. Des distinctions subtiles ont été opérées dans le but de contourner les spécificités relatives aux composites TRC notamment en termes de planéité des éprouvettes.

S'il n'a pas été possible d'apporter une réponse satisfaisante à la caractérisation des lois de comportement au-delà de 300 °C, la procédure expérimentale développée a permis d'identifier la résistances ultimes et d'apporter quelques éclairages sur les modes de rupture et poser les bases de quelques hypothèses potentiellement fécondes relativement aux origines et processus de dégradation tant au niveau du joint de colle que de ses matériaux constitutifs.

Enfin, compte tenu de la faiblesse relative du nombre d'essais, il est possible sinon de souligner les valeurs obtenues du moins de porter une attention particulière aux grandes tendances dégagées :

- Les températures élevées influencent généralement de façon négative la performance de tous les matériaux utilisés dans le cadre de travail.

- Le comportement en traction du matériau CFRP est linéaire jusqu'à une contrainte de 600 MPa, dans la gamme de température inférieure à 300 °C. Son module d'Young varie légèrement, dans la gamme de températures comprise entre 20 °C à 300 °C et celui-ci peut être modélisé par le modèle proposé par Bisby. La décomposition de la résine époxy accompagnée d'une libération de la fumée de ce matériau se produit à partir de 300 °C.

- Pour le matériau TRC, l'effet des hautes températures conduit à une réduction graduelle de sa résistance à la fissuration, de sa résistance à la rupture, à partir de 100 °C, et, à une dégradation générale de la déformation ultime (celle-ci se produit à des plus hautes températures, 200 °C voire 300 °C). Cet effet provoque également des évolutions qualitatives de la courbe « σ - ϵ » (d'une courbe tri-linéaire puis bilinéaire et enfin à celle quasi-linéaire). La température et la structure du renfort peut modifier l'architecture du schéma de fissuration des composites TRC.

- L'adhésif Etancol 492 montre qualitativement un comportement typique du matériau époxy avec la température. A partir de la valeur de sa température de transition vitreuse (environ 55 °C), la déformation à la rupture de ce matériau est beaucoup plus importante que celle à température ambiante, qui est d'environ 0,55 %. La dégradation de sa résistance en traction se produit fortement dans la gamme de température de 30 °C à 85 °C.

- La température à la rupture des joints de colle (« CEiS », « CEiD » et « TRCiD) est inversement proportionnelle au taux de travail mécanique appliquée. Elle est respectivement d'environ 108 °C et 138 °C pour les joints « CEiS » et « CEiD » étant soumis à une charge mécanique correspondant à une contrainte de cisaillement moyenne de 2 MPa. La valeur de cette température correspondant à ces joints, qui est soumis à une contrainte de cisaillement moyenne de 0,5 MPa, est respectivement d'environ 290 °C et 270 °C. Quant au joint « TRCiD », cette température est respectivement d'environ 600 ÷ 670 °C et 420 ÷ 500 °C pour celui supportant un taux de travail mécanique de 30 % et de 50 ÷ 75 % par rapport à sa capacité portante initiale, dans le cas d'une augmentation de 25 ÷ 29 °C/min de la température ambiante. Le mode de rupture dominante des joints « CEiS » et « CEiD » est une rupture cohésive dans l'adhésif Etancol 492. L'intégrité structurelle du joint « TRCiD » dépend à la fois des propriétés thermomécaniques de TRC et celles de la colle Etancol 492. Il existe deux modes de ruine dans les joints « TRCiD » s'exposant à des hautes températures. Ce sont une rupture cohésive dans l'adhérent intérieur et un mode combinant la rupture précédente avec une rupture à l'interface.

- Les deux isolants utilisés dans ce travail ainsi que le matériau composite TRC expriment de bonnes capacités de protection thermique. Avec une épaisseur de 2,5 cm, la température à la rupture du joint « CEiS » isolé par PROMASPRAY®T et l'ISOLANT A peut être prolongée de plus de 450 °C et 650 °C. Avec une épaisseur de 1,5 cm, cette température du joint « TRCiD » étant soumis à un taux de travail de 50 % et isolé par un des deux isolants peut être prolongée plus de 500 °C. La capacité d'isolant thermique du matériau TRC utilisé dans ce travail est gravement endommagée à partir d'environ 300 °C, à cause d'une possibilité de la fissuration de ce matériau sous la sollicitation thermique. Cette fissuration est probablement liée à un retrait de ce matériau TRC qui est également observé dans la gamme des températures comprises entre 200 °C et 450 °C.

CHAPITRE III : APPROCHE NUMERIQUE A L'ECHELLE MATERIAU ET A L'ECHELE STRUCTURELLE

Introduction du chapitre

Ce chapitre présente, d'une part, une approche numérique mobilisant des hypothèses très simplificatrices, à l'échelle du matériau, visant à prédire de façon préliminaire les propriétés thermiques des matériaux composite TRC et de l'isolant, et, d'autre part, une approche numérique, à l'échelle structurelle, de la réponse thermomécanique du joint « CEiS » non-thermiquement protégé. En se basant sur les résultats expérimentaux obtenus dans le Chapitre II ainsi que les informations tenues pour fiables et reproductibles recueillies dans la littérature, les analyses thermiques ou thermomécaniques, à l'aide du programme ANSYS, sont effectuées sur les éprouvettes numériquement simulées afin :

- D'évaluer de façon préliminaire et approximative l'évolution de la conductivité thermique, de la chaleur spécifique et de la densité, en fonction de la température, dans la direction perpendiculaire aux couches de renfort du matériau TRC ainsi que l'évolution de ces paramètres thermiques du matériau Isolant A ;

- D'établir et comparer la durée d'exposition à des températures cibles (la durée d'attente) des éprouvettes TRC et TRC* avec les essais en traction réalisés dans le Chapitre II ;

- D'analyser l'évolution de la température à l'interface du joint « CEiS » avec la température de l'environnement ;

- De tenter de prédire numériquement la température à la rupture du joint « CEiS » sous l'effet de la température d'environnement et de différentes charges mécaniques.

La vocation première de ce chapitre est d'explorer, aussi prudemment que possible, l'aptitude d'une approche numérico-expérimentale à déterminer approximativement des valeurs de propriétés thermiques des matériaux TRC et Isolant A et la faculté d'une approche numérique à prédire la réponse thermomécanique du joint «CEiS ». En outre, les informations utiles fournies par cette étude numérique devrait contribuer à renforcer la compréhension du comportement thermomécanique des matériaux TRC et Isolant A.

III.1. Détermination préliminaire des propriétés thermiques dans la direction perpendiculaire aux couches de renfort du composite TRC et de celles de l'Isolant A, en fonction de la température

Les propriétés thermiques, y compris la densité (ρ), la chaleur spécifique (c) et la conductivité thermique (λ) des matériaux TRC (seulement dans la direction perpendiculaire aux couches de renfort) et Isolant A qui dépendent de la température, sont simplement déterminées en se basant sur les essais effectués dans la partie D du chapitre II. Compte tenu de l'insuffisance des moyens nécessaires, les valeurs en fonction de la température de ces paramètres obtenus dans ce chapitre doivent être considérées comme des ordres de grandeur. Il n'y a qu'un seul effet de la

température sur l'évolution de ces propriétés thermiques et notamment qu'un seul mode de diffusion de la chaleur (conduction) qui est considéré dans ce travail numérique. Les effets possibles d'autres facteurs (la teneur en eau, la pression, la direction, la porosité...) ainsi que la convection et le rayonnement infrarouge ne sont pas pris en compte.

III.1.1. Transmission de la chaleur par conduction

La conduction thermique est un transfert thermique spontané d'une région de température élevée vers une région de température plus basse, et est décrite par la loi Fourier en 1822 : la densité de flux de chaleur est proportionnelle au gradient de température.

$$\vec{\varphi} = -\lambda. \, \overline{gradT} \tag{6}$$

 ϕ (W/m²) : la densité de flux de chaleur

λ (W/m.K): la conductivité thermique du matériau. Elle est toujours positive et varie avec l'état physique du matériau (solide ou liquide), sa composition, la direction, la température, l'humidité, ...Quelques valeurs concernant cette grandeur sont fournies dans le *Tableau 39*.

Substances	λ en W/ m°C
- Gaz à la pression atmosphérique	0,006 - 0,15
 Matériaux solides isolants (Laine de verre, polystyrène, liège, amiante) 	0,025 - 0,18
- Liquides non métalliques	0,075 -0,60
- Matériaux non métalliques (brique, pierre à bâtir, béton, bois)	0,10 - 2,2
- Métaux liquides	7,5 - 67
- Alliages métalliques	12 - 100
- Métaux purs	45 - 365

Tableau 39 : Conductivité thermiques des matériaux [98]

L'établissement de l'équation générale de la conduction thermique dans un corps se base sur la loi de conservation de l'énergie. La quantité de chaleur Q créée dans un volume V d'un corps dans une unité de temps est utilisée d'une part pour augmenter son énergie interne et d'autre part pour transférer vers l'environnement extérieur par conduction de chaleur. Un bilan d'énergie et l'expression de la loi de Fourier conduit à l'équation générale de conduction de la chaleur dans un corps :

$$\lambda \cdot \nabla^2 T + \overrightarrow{grad\lambda} \cdot \overrightarrow{gradT} + P = \rho \cdot c_v \frac{\partial T}{\partial t}$$
(7)

Où:

 $P(W/m^3)$: l'énergie produite au sein même du matériau.

- ρ (kg/m³) : la masse volumique du matériau.
- c_v (J/kg.K) : la capacité thermique massique (chaleur spécifique) du matériau. ρ et c_v varient également avec la température.

 $\nabla^2 T$ désigne le Laplacien de la température,

$$\nabla^2 T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \qquad \text{en coordonnées cartésiennes (8)}$$

Dans le cas où il n'y a pas de dégagement de chaleur interne, l'équation (7) devient :

$$\lambda \cdot \nabla^2 T + \overrightarrow{grad\lambda} \cdot \overrightarrow{gradT} = \rho \cdot c_v \frac{\partial T}{\partial t}$$
(9)

Les conditions aux limites spatio-temporelles pour la résolution de l'équation de la chaleur se composent de la condition initiale (la réparation de température à l'instant t = 0, $T_o = f(x,y,z,0)$) et des conditions aux limites qui sont généralement [98]:

- la température imposée sur la surface S (problème de Dirichlet) :

$$T_S = f(M_s, t) \tag{10}$$

- la densité de flux imposée en surface (problème de Neumann) :

$$\varphi = -\lambda \left(\frac{dT}{dn}\right)_s = f(M_s, t) \tag{11}$$

- le transfert linéaire à la surface (problème mixte ou Fourier), par exemple dans le cas d'échange de chaleur par convection :

$$\varphi_c = h_c (T_s - T_g) \tag{12}$$

- le solide étudié est en contact avec un autre solide à l'interface S :

+ contact parfait :

$$\lambda_1 (\frac{\partial T_1}{\partial n})_S = \lambda_2 (\frac{\partial T_2}{\partial n})_S$$

$$T_1 = T_2$$
(13)

+ discontinuité de la température au contact :

$$T_1(S) - T_2(S) = R.\varphi$$
 (14)

R présente la résistance thermique de contact.

Si la température n'est pas fonction du temps, la transmission de la chaleur se fait en régime permanent. Au contraire, une transmission de la chaleur en régime variable, où la température dans le corps est une fonction à la fois du temps et de la coordonnée, sera l'objectif à étudier. En outre, si les propriétés thermo-physiques du matériau (λ , ρ , c) et les conditions aux limites ainsi que source d'énergie interne sont des fonctions de la température, le transfert de chaleur devient non-linéaire. En pratique, cela est le cas pour la plupart des transferts thermiques réels.

La résolution d'une combinaison d'équations différentielles présentées ci-dessus (l'équation générale et des conditions aux limites) a principalement pour but de trouver la distribution de la température dans un corps. En général, une solution analytique peut être seulement obtenue pour les problèmes linéaires, unidirectionnels, par exemple le transfert de chaleur dans une direction d'une plaque. La complexité du problème thermique augmente considérablement avec les transferts thermiques multidimensionnels, non-linéaires et dans les corps de la géométrie complexe. Il y a donc beaucoup de problèmes de transfert thermique qui ne peuvent être résolus via une solution analytique ou qui demandent une très grande quantité de calculs ou qui donnent finalement des solutions trop complexes et encombrantes. Dans ces cas, les méthodes approximatives démontrent de nombreux avantages et sont généralement préférées. Ces méthodes sont basées sur la transformation des équations différentielles dans les équations de différence et la solution est obtenue en utilisant des méthodes numériques.

De plus, l'équation de conduction de la chaleur contient des paramètres thermiques du matériau, à savoir la densité (ρ), la chaleur spécifique (c) et la conductivité thermique (λ) qui devraient être déterminés (notons que la valeur de ces paramètres dépend de plusieurs facteurs notamment de la température) avant la résolution de la combinaison des équations de conduction de la chaleur pour trouver la distribution de la température dans un corps.
III.1.2. Méthode de la détermination préliminaire des propriétés thermiques

Avant de saisir le processus d'analyse numérique, les lecteurs sont invités à revoir les *Figure 152* et *Figure 153* qui rappellent la configuration et les dimensions des éprouvettes TRC et Isolant A ainsi que les positions de la mesure de température sur ces éprouvettes.

En général, les méthodes expérimentales ou les méthodes numérico-expérimentales (méthode inverse) sont peut-être utilisées pour déterminer les trois propriétés thermiques d'un matériau étudié. La détermination de ces paramètres est largement présentée dans la littérature, par exemple : les méthodes expérimentales de la détermination de la conductivité thermique (plaque chaude gardée, fil chaud, méthodes «Flash »...), la détermination de la capacité thermique du calorimètre ou bien les méthodes inverses effectuées dans les travaux de Telejko et al [99], Zueco et al [100]...

Dans le cas de la présente thèse, les deux méthodes mentionnées ci-dessus sont toutes difficiles à appliquer. La première requiert des appareils d'expérience appropriés et une grande quantité des mesures. La deuxième nécessite une connaissance approfondie au niveau des algorithmes, de la programmation et une durée importante de réalisation des essais et des analyses thermiques, en particulier dans le cas d'un transfert de chaleur 3D.

Une méthode beaucoup plus simple est utilisée dans ce travail. Les paramètres thermiques des matériaux (TRC et Isolant A) seront progressivement ajustés pour que les profils numériquement figurés des températures à l'extérieur et à l'intérieur de l'éprouvette modélisée soient les plus proches possibles de ceux qui sont mesurés par l'expérience sur les éprouvettes testées dans la partie D du chapitre II. Dans cette méthode, la valeur d'un paramètre varie tandis que les autres restent constants. Ce processus « essai-ajustement » sera répété jusqu'à ce que l'écart entre les résultats expérimentaux et ceux numériques soit le plus faible possible.

Par souci de simplification, bien que conscients du caractère complexe du transfert de chaleur (conduction, convection, radiation), les hypothèses suivantes ont été adoptées :

- le transfert de chaleur de la surface extérieure vers l'intérieur de l'éprouvette sous la forme d'un parallélépipède rectangulaire comme celui utilisé dans la campagne expérimentale (la partie D du chapitre II) est gouverné uniquement par la conduction.

- la conduction thermique est principalement dans les sens transversaux de l'éprouvette. La conduction le long de la hauteur de l'éprouvette est supposée négligeable et donc ignorée.

- la température de la surface extérieure de l'éprouvette, T_{ex} , est identique à celle du four; la température de la surface intérieure de l'éprouvette, T_{in} , est identique à celle de l'air à l'intérieur de l'éprouvette, voir la *Figure 169* en dessous.

Ainsi, un modèle géométrique 2D est utilisé afin de réduire la quantité et le temps de calcul. La configuration et les dimensions de l'éprouvette modélisée sont tout à fait semblables à

celles de la section transversale des éprouvettes se présentant sur la *Figure 152* et dans le *Tableau 37* pour le matériau TRC, sur la *Figure 153* et dans le *Tableau 37* pour l'Isolant A.

III.1.3. Procédure numérique

III.1.3.1. Matériau TRC

La procédure de mise en œuvre du problème inverse (la détermination des propriétés thermiques à partir des profils de température expérimentalement obtenus) commence en cherchant des paramètres thermiques à température ambiante des matériaux les plus similaires possibles au TRC et à l'isolant A :

- Les valeurs de la conductivité thermique et de la capacité thermique massique du matériau TRC, à la température ambiante, sont inspirées à partir du travail d'Ukrainczyk et al [101], elles sont respectivement approximativement de 1 W/m.K et 1,5 J/g.K.

- La valeur de la densité de 1,83 g/cm³ de ce matériau à la température ambiante a été déterminée à partir des mesures de masses de ses composants (durant le coulage des TRC).

- Les tendances d'évolution de ces paramètres en fonction de la température sont initialement basées sur celles du béton ce qui sont présentées dans l'EN 1992-1-2 : 2004 [12] et dans la partie I.2.1 du chapitre I de cette thèse. La *Figure 168* montre une fois encore la variation de la conductivité thermique et de la capacité thermique massique du béton avec la température.

Dans la campagne expérimentale présentée dans la partie D du chapitre II, 9 éprouvettes sont testées et nous avons obtenu les courbes des températures T_{ex} et T_{in} comme présentées sur les *Figure 155* et *157*. Dans cette étude numérique, les deux éprouvettes TRC-d10-V27-1 et TRC-d10-V27-2 sont les corps d'épreuve de référence pour déterminer les valeurs des paramètres thermiques du matériau TRC alors que les autres sont utilisées pour vérifier ces valeurs.



Chaleur spécifique du béton en fonction de la température

Variation des limites de conductivité thermique pour les bétons normaux

Figure 168 : Propriétés thermiques du béton en fonction de la température, EN 1992-1-2:2004 [12]

La *Figure 169* ci-dessous présente la section transversale des éprouvettes modélisées de 10 mm et 20 mm d'épaisseur. Les paramètres sont déterminés en décalant progressivement chacun d'entre eux tout en conservant les autres constants afin que les profils des températures T_{ex} et T_{in} expérimentalement et numériquement mesurés soient, à défaut de coïncider, les plus proches possibles. La vérification de l'évolution de ces paramètres avec la température est effectuée au moyen des résultats expérimentaux obtenus sur d'autres éprouvettes.

Le programme d'éléments finis ANSYS est utilisé dans cette étude pour la modélisation numérique. La section transversale de l'éprouvette est discrétisée en éléments solides thermiques 2-D à huit nœuds, Plane77. Cet élément est applicable à une analyse thermique 2-D, à l'état stable ou transitoire. Les dimensions des éléments sont réguliers (1 x 1 mm) et (2 x 2 mm), pour les éprouvettes de 10 mm et 20 mm d'épaisseur de paroi, respectivement. Ces dimensions des éléments finis sont choisies consécutivement par une étude de convergence. Dans cette étude, avec une même température extérieure T_{ex} , la variation de la finesse du maillage donne une variation très faible de la température intérieure T_{in} (convergence de la température intérieure Tin) (cf. *Figure 169*).



Figure 169 : Section transversale des éprouvettes TRC dans la modélisation numérique (toutes les dimensions se sont exprimées en mm)

III.1.3.2. Isolant A

La même procédure numérique mentionnée ci-dessus pour le matériau TRC est appliquée au cas de l'Isolant A, y compris en termes du logiciel utilisé, le modèle 2D, le type d'élément fini et ses dimensions. La valeur initiale de la conductivité thermique (0,05 W/m.K) et la capacité thermique massique (0,71 J/g.°C) de ce matériau, à la température ambiante, est suggérée par le matériau Silicate de Calcium présenté dans le site http://www.engineeringtoolbox.com/. L'évolution de la densité de l'Isolant A avec la température est supposée linéaire et se base sur deux valeurs de la masse moyenne des éprouvettes mesurée avant et après les essais dans la partie D du chapitre II. Dans la campagne expérimentale présentée dans la partie D du chapitre II, 4 éprouvettes en Isolant A sont testées et nous avons obtenu les courbes des températures T_{ex} et T_{in} comme présentées sur la *Figure 165*. Dans cette étude numérique, les deux éprouvettes IsolantA-d15-V30-1 et IsolantA-d15-V30-2 sont les corps d'épreuve de référence pour déterminer les valeurs des paramètres thermiques du matériau Isolant A alors que les autres sont utilisées pour vérifier ces valeurs.

La *Figure 170* ci-dessous présente les sections transversales des éprouvettes de 15, 25 et 27 mm d'épaisseur de paroi dans le programme de la modélisation numérique. Les dimensions des éléments finis Plane77 sont réguliers (1 x 1 mm).



Figure 170 : Section transversale des éprouvettes Isolant A dans la modélisation numérique (toutes les dimensions se sont exprimées en mm)

III.1.4. Résultats de la modélisation numérique

III.1.4.1. Matériau composite TRC

a/ Détermination préliminaire des valeurs des propriétés thermiques

Le *Tableau 40* présente les valeurs numériquement et préliminairement prédites des paramètres thermiques à différentes tempéraures du matériau TRC dont le renfort est de 5 couches de Mat 2D. Notons que, ces sont des paramètres dans la direction perpendiculaire au renfort du matériau (le sens de l'épaisseur) et chaque paramètre est déterminé de façon indépendante aux autres. Ces paramètres sont prédicts en utilisant les essais effectués sur les éprouvettes de référence TRC-d10-V27-1 et TRC-d10-V27-2. L'évolution de la conductivité thermique, de la capacité thermique massique et de la densité avec la température est également montrée sur la *Figure 171*.

Les résultats concernant la vérification des valeurs des paramètres thermiques prédictes et présentées dans le *Tableau 40*, au moyen des courbes de la température à l'extérieur (T_{ex}) et à l'intérieur (T_{in}) obtenues à partir des essais sur les autres éprouvettes, sont présentés sur les *Figure 172*, *173* et *174*. Il est clair que les valeurs préliminairement prédites de ces paramètres

sont « acceptables ». Les courbes expérimentales et numériques sont « proches » l'une de l'autre. La différence maximale entre la température T_{in} numériquement déterminée et celle expérimentale des éprouvettes de 10 mm d'épaisseur est d'environ 20 °C. De plus, on observe aussi une bonne capacité à résister à la température de ce matériau en comparant les valeurs de la température T_{ex} et T_{in} . Lorsque la température à l'intérieur (T_{in}) atteint 300 °C, la température extérieure (T_{ex}) est d'environ 350 °C et 600 °C correspondant aux vitesses d'augmentation continue de la température du four de 3 °C/min et 27 °C/min, respectivement. Au-delà le moment où la température de la section entière dépasse 300 °C, les valeurs déjà déterminées de ces paramètres thermiques deviennent un peu moins précis. C'est probablement à cause d'une fissuration aléatoire de ce matériau TRC accélérant l'hétérogénéité du matériau et entraînant les autres modes de transfert de chaleur ce que la présente simulation ne prend pas en compte.

Température		Cond	uctivité them	nique]	Température (°C)	Chaleur spécifique $(J/g_{\infty}^{\circ}C)$
(°C)		(W/m _☉ °C)			20	1,7	
20		0,5			100	1,2	
1	100	0,1				105	14,6
	Tempér		Densité			120	3
	(°C		(g/cm ³)			130	0,8
2		0	1,83			160	3
11		5	1,83			300	4
20		0	1,79			400	1,7
	400		1,74			500	0,9
	110		1,62			700	0,6
						1100	0,6

Tableau 40 : Valeurs numériquement et préliminairement prédites des propriétés thermiques dans le sens d'épaisseur correspondant à différentes températures du matériau TRC

La différence entre les résultats expérimentaux et numériques trouve peut-être ses origines, d'une part, dans les simplifications du modèle numérique (les valeurs des paramètres thermiques, le mode de transfert de chaleur, le modèle 2D) et, d'autre part, dans les conditions expérimentales qui sont différentes par rapport aux conditions aux limites dans la modélisation numérique (une isolation thermique imparfaite au niveau des extrémités et des jonctions des éprouvettes, l'épaisseur non-irrégulière des parois des éprouvettes, l'effet d'autres facteurs nonpris en compte dans le modèle numérique, l'hétérogénéité du matériau notamment après son endommagement thermique, l'apparition des fissures aléatoires). Bien entendu, il faut prendre en compte d'une encore faible quantité d'essai dans ce travail... Néanmoins, en comparant avec les résultats expérimentaux, les valeurs numériquement et préliminairement déterminées de ces paramètres sont tout à fait acceptables, dans la gamme de température inférieures à 900 °C, pour les modélisations sur les éléments du matériau TRC, notamment les éléments de 10 mm d'épaisseur.



Figure 172 : Eprouvettes TRC de 10 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres thermiques dans le sens d'épaisseur



Figure 173 : Eprouvettes TRC de 10 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres thermiques dans le sens d'épaisseur - agrandissement de l'origine



Figure 174 : Eprouvettes de 20 mm d'épaisseur - vérification les valeurs des paramètres thermiques dans le sens d'épaisseur

b/ Vérification de la durée d'exposition à une température cible des éprouvettes TRC et TRC* dans le cadre des essais de traction

Dans la partie II.4 du chapitre II, après des essais de traction directe à 100 °C, il a été établi qu'une durée d'attente de 30 minutes est suffisante pour que la température dans l'échantillon TRC d'environ 9 mm d'épaisseur soit homogène. En outre, il a été également choisi une durée d'attente de 1h pour les essais sur deux types d'éprouvette TRC et TRC*. Pour vérifier ce choix, une modélisation numérique est effectuée sur une éprouvette de section transversale de 50 x 15 mm², dans un modèle 2D (voir la *Figure 175*) et en utilisant des paramètres thermiques numériquement prédits dans la section précédente de ce matériau. Cette section est plus grande que celle des éprouvettes du matériau TRC (46 x 9 mm² au moyen) et du matériau TRC* (48 x 14 mm² au moyen) qu'on a testées. Cette section est immergée dans un environnement thermique où la température augmente linéairement à partir de la température ambiante (20 °C) et puis reste constante après l'atteinte d'une température cible, *Figure 176*.

- Deux vitesses de chauffage dans la première phase sont retenues : V = 3 et 30 °C/min, *Figure 176*. Il faut noter que dans les essais de traction directe déjà effectués dans la partie II.4 du chapitre II, la vitesse d'augmentation de la température du four est toujours au milieu de cet intervalle de vitesse.

- Les températures cibles, qui restent constantes dans la deuxième phase, en accord avec celles retenues expérimentalement, sont 100 °C, 200 °C, 300 °C, 400 °C, *Figure 176*.



Figure 175 : Section de l'éprouvette pour le modèle de la modélisation numérique



Figure 176 : Vérification de la durée d'exposition nécessaire à des températures cibles des éprouvettes TRC et TRC*

La Figure 176 présente les évolutions des températures à la surface (T_{ex}) et au centre (T_{in}) de l'éprouvette. Il est clair que :

- la durée nécessaire pour une homogénéité thermique est proportionnelle à la valeur de la température cible et à la vitesse d'augmentation de la température d'environnement.

- la différence entre T_{ex} et T_{in} est maximale dans le cas de la température cible de 300 °C. Cela vient du fait que le matériau TRC n'est pas encore totalement fissuré à cette température.

- une durée d'attente de 30 minutes est suffisante afin d'homogénéiser la température dans les éprouvettes TRC, qui ont une section transversale moyenne de 46 x 9 mm². En effet, pour l'éprouvette de 50 x 15 mm² dans cette analyse numérique, 30 minutes après l'atteinte de température à la surface T_{ex} à 300 °C avec sa vitesse de 30 °C/min, la température au centre T_{in} est de 299,8 °C. En outre, une durée d'attente de 1h est tout à fait suffisante afin d'homogénéiser la température dans les éprouvettes TRC*, qui ont une section transversale moyenne de 48 x 14 mm².

L'ensemble de ces éléments permet d'affirmer que : la durée d'attente choisie de 1h dans les essais en traction sur les éprouvettes TRC et TRC* satisfait à l'exigence d'une uniformité thermique sur la totalité de la section transversale.

III.1.4.2. Isolant A

En se basant sur les résultats obtenus à partir d'essais effectués sur les éprouvettes IsolantA-d15-V30-1 et IsolantA-d15-V30-2, les valeurs des paramètres thermiques à différentes températures de l'Isolant A sont numériquement prédites et présentées dans le *Tableau 41* cidessous et leurs évolutions avec la température sont également figurées sur la *Figure 177*. La vérification de ces valeurs prédictes est réalisée à l'aide d'autres essais.

Température (°C)	Conductivité (W/m _∞ °C)		
15	0,05		
100	0,05		
200	0,03		
500	0,03		
1100	0,05		

Température	Densité	
(°C)	(g/cm ³)	
15	0,52	
1100	0,35	

Température	Chaleur spécifique
(°C)	(J/g.₀C)
15	0,8
100	0,2
105	7
130	1
150	2,7
200	1
300	0,5
400	0,5
500	0,4
600	0,3
1100	0,9

Tableau 41 : Valeurs préliminairement prédites des propriétés thermiques correspondant àdifférentes températures de l'Isolant A

En comparant avec les résultats expérimentaux concernant les évolutions des températures à l'extérieur, T_{ex} et à l'intérieur, T_{in} , on trouve que les courbes numériques sont

assez « proches » de celles expérimentales aux températures inférieures à 800°C, surtout au niveau du plateau de 100 °C, *Figure 178*. En effet, l'analyse numérique prédit que le plateau de 100 °C de la température intérieure T_{in} finit après l'exposition d'une augmentation de la température ambiante d'une vitesse de 30 °C/min pendant environ 19, 35 et 39 minutes pour les éprouvettes de 15, 25 et 27 mm d'épaisseur de la paroi. Ces durées expérimentalement obtenues sont respectivement d'environ (15 ÷ 19), 32 et 38 minutes, *Figure 179*. En outre, il faut noter que, après ce plateau, l'Isolant A est thermiquement endommagé, cela conduit à une augmentation très brutale de la température intérieure T_{in} . C'est-à-dire, l'efficacité de protection thermique de l'Isolant A (pour le matériau à l'intérieur) ne sera pas maintenue longtemps après la fin de ce plateau. Ainsi, la prédiction des valeurs des paramètres thermiques est acceptable, au moins au niveau de la fin du plateau de 100 °C de la température intérieure T_{in} .



Enfin, la prévision numérique de l'évolution de la température à l'intérieur, T_{in} , en fonction de l'épaisseur des éprouvettes Isolant A dans le cadre d'un scénario d'incendie standard ISO 834, est effectuée comme montré sur la *Figure 180*. Le résultat montre que : plus l'épaisseur de l'Isolant A est importante, plus la durée des températures inférieures à 100 °C, à l'intérieur d'éprouvette, est longue et plus la vitesse d'augmentation de la température intérieure Tin est faible. Avec une épaisseur de 7 cm de l'Isolant A, la température T_{in} peut être inférieure à 100 °C pendant plus de 160 minutes.



Figure 178 : Comparaison des courbes numériques et expérimentales



Figure 179 : Comparaison des courbes numériques et expérimentales – Agrandissement de la région près de l'origine

III.1.5. Conclusion

Les valeurs des paramètres thermiques des matériaux TRC et Isolant A, qui ont été numériquement et préliminairement déterminées dans ce travail, sont vérifiées par des essais effectués dans la partie D du chapitre II. Les résultats de cette vérification montrent la prédiction numérique des réponses thermiques [nottamment, la relation entre la témpérature extérieure et la température intérieure de l'isolant (ou la proctection incendie)] de ces matériaux est assez proche

des résultats expérimentaux. Cela confirme que les paramètres thermiques des matériaux TRC et Isolant A, numériquement et préliminairement déterminées dans ce travail, permettent de prédire de manière approximative, par un calcul numérique, la réponse thermique de ces matériaux. Nous avons utilisé les valeurs des paramètres thermiques des matériaux TRC et Isolant A pour les analyses de transfert de chaleur pour les autres configurations de l'essai numérique sur ces matériaux (variation de la vitesse d'augmentation de la température expérieure de l'éprouvette, variation de l'épaisseur de l'éprouvette). Ce développement nous a permis d'étudier, de manière numérique, l'influence de la vitesse d'augmentation de la température expérieure de l'éprouvette et l'influence de l'épaisseur de l'isolant thermique (ou la protection incendie) sur la réponse thermique des matériaux composites (notamment, la relation entre la température extérieure et la température intérieure d'un isolant). Il serait intéressant d'effectuer d'autres essais expérimentaux pour obtenir des valeurs des paramètres thermiques des matériaux (TRC et isolant A). Une confrontation possible entre les paramètres thermiques de ces matériaux, obtenus par le calcul numérique dans ce travail, avec ceux obtenus par l'expérimentation permettra de mieux évaluer la pertinence de l'approche numérique développée dans ce travail.

Les résultats numériques obtenus ont également montré qu'il y avait une relation inverse entre l'épaisseur des matériaux (TRC et l'isolant A) et la valeur de la température à l'intérieur, T_{in} ainsi que sa vitesse dans la plupart du temps de chauffage (avant l'endommagement thermique des matériaux).

L'effet le plus clair de l'augmentation de l'épaisseur de l'isolant A est la prolongation du plateau de 100 °C de la température à l'intérieur T_{in} . Typiquement, quelques minutes après la fin de ce plateau, la vitesse d'élévation de la température à l'intérieur, T_{in} , augmente de manière significative. Cela marque un début d'endommagement de cet isolant.



Figure 180 : Prédiction de la température T_{in} en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette Isolant A dans une scène d'incendie standard ISO834

III.2. Approche numérique pour le joint « CEiS »

Cette section sert principalement à :

- déterminer numériquement la valeur de la température à la rupture, T_{rup} , des joints « CEiS », qui sont testés dans le programme expérimental dans la partie II.9 du chapitre II, en supposant des propriétés thermomécaniques inconnues des composants de ce joint. Par conséquent, on peut évaluer la possibilité d'utilisation de ces paramètres supposés dans les modélisations numériques.

- évaluer l'évolution de la température à l'interface des joints au cours d'un chauffage.

- déterminer numériquement la valeur de T_{rup} des joints dans les cas où : la contrainte de cisaillement moyenne à l'interface est de 1 MPa ; la température de l'environnement, T_{ex} , évolue selon la courbe ISO 834.

Cette analyse numérique va être effectuée au moyen du logiciel ANSYS.

III.2.1. Configuration de l'éprouvette utilisée dans la modélisation numérique

La configuration de l'éprouvette et le schéma de l'analyse thermomécanique ainsi que celui de transfert de chaleur dans la modélisation numérique (voir la *Figure 183* \div *183*) se basent entièrement sur ceux qui sont réellement utilisés dans le programme expérimental (partie B, chapitre II). Le long de la longueur de l'échantillon, il existe trois modes de transfert de chaleur inclus dans le modèle numérique :

- une conduction pour la partie à l'intérieur du four. Dans ce mode, la température de l'environnement est considérée comme étant identique à celle à la surface d'éprouvette, T_{ex} .

- une convection pour les deux parties à l'extérieur du four. C'est un échange de chaleur entre les surfaces d'éprouvettes et un fluide mobile à son contact (l'air).

- une isolation thermique dans les zones de la paroi du four.



Figure 181 : Configuration et dimensions de l'échantillon



Figure 182 : Schéma d'analyse thermomécanique



(c) – Segments du transfert de chaleur

Figure 183 : Schéma de transfert de chaleur utilisé dans la modélisation numérique

III.2.2. Propriétés thermomécaniques des composants

Dans la mesure où les résultats expérimentaux issus du chapitre II ne fournissent pas l'ensemble des éléments requis relativement aux propriétés thermomécaniques des matériaux constitutifs du joint « CEiS », il sera fait recours à la littérature pour nourrir la modélisation sur la base de matériaux les plus comparables ou approchants en termes de comportement themomécanique, les propriétés inconnues seront appliquées à partir des matériaux les plus proches possibles, qui peuvent être trouvés dans la littérature.

III.2.2.1. Propriétés thermomécaniques de l'adhérent CFRP

L'évolution de toutes les propriétés thermiques du matériau CFRP avec la température, y compris la conductivité, la chaleur spécifique et la densité est mobilisée via les relations semiempiriques suggérées par Bisby. Ces dernières peuvent être trouvées dans le travail d'Ahmed et al [40] et elles sont également présentées en l'Annexe I.

Les propriétés mécaniques : les résultats expérimentaux provenant de la partie II.8 (chapitre II) montrent que la rupture des joints « CEiS » lorsqu' une contrainte de cisaillement moyenne de 0,5 MPa ou 2 MPa est appliquée de manière couplée à une exposition à haute température est totalement contrôlée par le comportement de la colle. Les adhérents CFRP dans ces essais présentent, à l'œil nu du moins, l'apparence d'éléments sains. Par conséquent, dans le modèle numérique, l'adhérent CFRP est considéré comme un matériau homogène, isotrope, élastique-linéaire. Ses propriétés mécaniques sont identiques dans tous les sens.

- Les valeurs du module Young aux températures de 20, 100 200 et 300 °C sont tirés des résultats expérimentaux, *Tableau 17*- partie II.3. La variation de cette grandeur entre les différentes températures susmentionnées est considérée comme linéaire.

- le coefficient de Poisson est supposé égal à 0,3.

- le coefficient de dilatation thermique est égal à 0,3E-6 /°C, comme présenté dans le travail de Klamer et al [83].

- le coefficient de convection entre les parties d'éprouvette étant à l'extérieur du four avec l'environnement est supposée égal à 0,127 W/m².°C et la température de l'environnement dans le laboratoire est supposée constante à 20 °C, voir Annexe III.

III.2.2.2. Propriétés thermomécaniques de l'adhésif époxy Etancol 492

La supposition de la variation des propriétés thermiques de l'Etancol 492 avec la température se base sur les informations trouvées dans la littérature relative au matériau époxy, comme montré dans l'Annexe III.

- la variation de la densité est supposée :

$T = 20 \ ^{\circ}C$:	$\rho = (100 \%) \text{ x } \rho(20^{\circ}\text{C}) = 1,52 \text{ g/cm}^{3}$
$T = 300 \ ^{\circ}C$:	$\rho = (95 \%) \times \rho(20^{\circ}C) = 1,44 \text{ g/cm}^3$
$T = 400 \ ^{\circ}C$:	$\rho = (30 \%) \times \rho(20^{\circ}C) = 0,46 \text{ g/cm}^3$
$T = 700 \ ^{\circ}C$:	$\rho = (10 \%) \text{ x } \rho(20^{\circ}\text{C}) = 0,15 \text{ g/cm}^{3}$

- la conductivité est supposée égale à 0,2 W/m.°C dans la gamme T = 20 °C ÷ 400°C.

- la variation de la chaleur spécifique est supposée :

$T = 20 \ ^{\circ}C \div 40^{\circ}C :$	c = 1,1 - 1,15 kJ/kg.K
$T = 40 - 80^{\circ}C$ (au tour de T_g) :	c = 1,15 - 2 kJ/kg.K
$T = 80 - 400^{\circ}C$:	c = 2 - 2,1 kJ/kg.K

Quant aux propriétés mécaniques, dans le modèle numérique, l'adhésif Etancol 492 est considéré comme un matériau homogène, isotrope, élasto-plastique. Un comportement élasto-plastique est supposé pour simplifier la détermination de l'état de rupture. C'est une élimination des concentrations de contrainte excessives aux extrémités de la zone de collage dans le modèle numérique. Ces concentrations rendent difficiles de la convergence du problème numérique. En fait, deux comportements de l'adhésif sont retenus dans le modèle numérique, comme illustré dans la *Figure 184* : l'un élasto-plastique parfait où le deuxième module E2 est égal à zéro et il n'y a pas de déformation ultime ; l'autre élasto-plastique avec écrouissage dans lequel la valeur du module E2 est très légèrement supérieure à zéro.

Les valeurs du module E1 à des températures inférieures à 100 °C sont celles du module « converti », *Tableau 42*. Les valeurs des modules convertis à différentes températures sont calculées en remplaçant de manière approchante les courbes « force-déplacement » expérimentalement obtenues à partir des essais de traction sur les éprouvettes Etancol 492 par des courbes linéaires sous la forme « tiret » (voir la *Figure 185*) et en se basant sur la valeur du module d'Young de ce matériau à température ambiante, ce qui est mesuré par des jauges. Cependant, la valeur du module d'Young à 300 °C est supposée égale à 1 MPa, cette valeur est beaucoup plus faible que celle à 100 °C. Cela est acceptable puisque l'adhésif époxy commence généralement à se décomposer à environ 300 °C (une température de décomposition initiale d'une résine époxy de 291 °C est marquée dans le travail de Rubab et al [75]). Les autres valeurs de ce module à des températures entre 100 °C et 300 °C seront automatiquement et linéairement interpolées par le logiciel ANSYS. La *Figure 186* présente l'évolution du module d'Young converti de l'Etancol 492 avec la température.



Figure 184 : Comportements en traction de l'adhésif supposés dans le modèle numérique

La valeur du module E2 : soit toujours égale à zéro pour un comportement élasto-plastique parfait de l'adhésif; soit égale à une très faible valeur (1 MPa à 85 °C et 100 °C ou 0,05 MPa à 300 °C) pour un comportement élasto-plastique avec écrouissage de l'adhésif.

Pour les niveaux de la température inférieurs à 100 °C, les valeurs de la contrainte limite élastique sont celles obtenues à partir de l'expérience, *Tableau 24* - partie II.5 - chapitre II. Par contre, à 300 °C, cette contrainte est supposée égale à 0,01 MPa.

Le coefficient de Poisson est supposé égal à 0,33 à 20 °C et 0,5 à 300°C. Il varie linéairement dans cette gamme de température.

Nous avons retenu pour le coefficient de dilatation thermique la valeur de 90E-6 /°C, proposée par Klamer et al [83].



Figure 185 : Courbes de la détermination du module élastique de l'ETANCOL 492 à différentes températures

T (°C)	Rigidité mesurée par déplacement (N/mm)	Module Young converti, E (MPa)
20 ÷ 30	967,76	5000
35	694,60	3589
45	402,00	2077
55	177,27	916
65	37,30	193
75	20,40	105
85 ÷ 100	16,78	87

Tableau 42 : Conversion du module Young à partir des courbes "force-déplacement"



Figure 186: Evolution du module Young converti en fonction de la température

III.2.3. Modèles d'analyse

III.2.3.1. Analyse thermique

L'analyse thermique effectuée sur un modèle 3D (*Figure 187*) a pour but d'examiner la distribution de la température dans le corps de l'éprouvette « CEiS » notamment celle à l'interface du joint, T_{inte} , sous l'effet de la température de l'environnement qui est considérée identique à celle à la surface du joint, T_{ex} (voir la *Figure 183*, section III.2.1). Dans ce modèle, deux maillages et deux vitesses d'élévation de la température de l'environnement, V_{Tex} , sont utilisés dans le but d'étudier l'influence de ces paramètres sur la température T_{inte} . Le premier maillage discrétise l'éprouvette en 40.950 éléments d'une dimension maximale de 1 mm. Le deuxième est deux fois plus fin que le premier, avec un total de 315.00 éléments. Les vitesses d'analyse thermique de 3D et 2D sur la température T_{inte} est également réalisée dans le but d'étude d'utilisation un modèle 2D pour l'analyse thermomécanique dans l'étape d'analyse thermomécanique suivante.

Un élément fini solide à huit nœuds, Solid70 et un élément fini plan à huit nœuds, Plane77 ont été respectivement utilisés dans le modèle 3D et le modèle 2D.



Figure 187 : Maillages utilisés dans le modèle 3D

III.2.3.2. Analyse thermomécanique

Pour déterminer la température à la rupture du joint, T_{rup} , une analyse thermomécanique est effectuée sur un modèle 2D. Cette analyse se compose de deux étapes : une analyse thermique suivie par une analyse mécanique.

- La première étape se fait de la même façon à ce qui a été réalisé dans la section III.2.3.1 précédente mais avec trois vitesses de chauffage différentes :

 $V_{Tex} = 20 \text{ °C}, 30 \text{ °C/min}$ et V_{Tex} correspondant à celle appliquée par la courbe ISO 834.

- Dans la deuxième étape, trois niveaux de charge mécanique sont appliqués à l'appui libre (voir la *Figure 182*, section III.2.1), ceux qui correspondent à trois niveaux de contrainte de cisaillement moyenne à l'interface :

 $\tau_{moy} = 0.5$ MPa, 1 MPa et 2 MPa.

Un élément fini plan à huit nœuds, Plane183 a été utilisé dans l'analyse mécanique.

III.2.4. Résultats

III.2.4.1. Analyse thermique du joint « CEiS »

L'analyse thermique nous montre que la différence entre la température à la surface, T_{ex} , et celle à l'interface et au milieu de la zone de collage, T_{inte} , dépend de la vitesse d'augmentation de la température d'environnement, V_{Tex} , *Figure 188*. Plus la vitesse d'augmentation de la température V_{Tex} est importante, plus la différence entre deux températures, $\Delta T = T_{ex} - T_{inte}$, est grande. Néanmoins, cette différence n'est pas vraiment importante. Elle est moins de 1,5 °C dans les cas où la vitesse V_{Tex} est moins de 20 °C/min et où la température T_{ex} est encore moins de 290 °C. Même avec une vitesse V_{Tex} de 350 °C/min, celle-ci est à peu près la vitesse d'augmentation de température dans la première minute selon la courbe ISO 834, cette différence est seulement de 10 °C et de 19 °C lorsque la température T_{ex} atteint respectivement 110 °C et 290 °C, *Figure 189*.



Figure 188 : Comparaison de deux maillages



Figure 189 : Différence $\Delta T = T_{ex} - T_{inte}$ en fonction de la V_{Tex} dans les cas où $T_{ex} = 110 \text{ °C}$ et 290 °C

De plus, la différence d'évolution de la température à l'interface, T_{inte} , entre deux maillages utilisés est très faible. Celle-ci indique que l'utilisation du premier maillage est satisfaisante pour l'analyse thermique portant sur le joint « CEiS ».

La *Figure 190* montre également qu'il n'y a pas de différence significative des températures à l'interface, T_{inte} , dans les modèles 2D et 3D, pour une faible vitesse ($V_{Tex} = 20$ °C/min) ou une grande vitesse (l'évolution de la température V_{Tex} présentée par la courbe ISO 834). En outre, dans le cas où la température T_{ex} évolue selon la courbe ISO 834, la différence entre des températures T_{ex} et T_{inte} du joint « CEiS » est aussi faible, moins de 23 °C lorsque la température T_{ex} est inférieure à 300 °C. De plus, si l'on considère que l'adhésif Etancol 492 se décompose complètement à environ 300 °C, il est évident que l'intégrité structurelle des joints « CEiS » ou « CEiD » existera seulement dans une durée maximale de 45 secondes après avoir exposé à la température présentée par la courbe ISO 834.



Figure 190 : Comparaison de deux modèles 2D et 3D

En bref, dans tous les cas examinés ici, la différence entre la température à la surface, T_{ex} , et celle à l'interface T_{inte} n'est pas significative. Cela signifie qu'au moment de la perte de l'intégrité structurelle des joints « CEiS » testés dans le programme expérimental (Chapitre II), la température T_{inte} à l'interface de ces joints est d'environ 108 °C et 289 °C pour les joints soumis à des charges mécaniques de 2 MPa et 0,5 MPa, respectivement. Bien entendu, cette remarque est vraie que si les valeurs des paramètres thermiques supposés pour les composants CFRP et Etancol 492 sont vérifiées. De plus, pour une analyse de la distribution de la température dans le joint « CEiS » comme dans le cas de ce travail, l'utilisation d'un modèle numérique de 2D est tout à fait acceptable.

III.2.4.2. Analyse thermomécanique du joint « CEiS »

L'analyse thermomécanique se concentre sur la détermination de la température à la rupture du joint « CEiS » (T_{rup}) en se basant sur le déplacement d'appui libre, voir la *Figure 182*. Une augmentation brusque de ce déplacement au cours du chauffage nous permet de détecter la température provoquant la perte de l'intégrité structurelle du joint, T_{rup} . Cela ressemble à ce qui se passe lorsque nous observons l'évolution de la température du four et celle du déplacement de traverse de la machine de traction dans un essai réel, *Figure 191*.



Figure 191 : Evolution du déplacement de traverse de la machine au cours de l'essai sur l'éprouvette CEiS-2MPa-Trup-1 ($T_{rup} = 116 \text{ °C}$ - Tableau 27)

Les résultats de l'analyse numérique montrent que :

- une augmentation, même très légère, de la pente E2 peut résoudre le problème de convergence de la solution numérique lorsque la contrainte dans l'adhésif dépasse sa limite élastique. Dans la *Figure 192*, avec une valeur de module E2 juste supérieure à zéro, la solution numérique converge toujours aux niveaux de charge thermique élevés. Cela nous permet de mieux observer le développement rapide du déplacement d'appui lorsque la température de l'environnement, T_{ex} , atteint celle à la rupture, T_{rup} .

- Il y a une similitude de forme entre la courbe « température du four – déplacement de traverse » (*Figure 191*) et celles « température T_{ex} – déplacement d'appui Δ » dans l'analyse numérique (*Figure 192* et *Figure 193*).



Figure 192 : Influence du paramètre E2 sur la convergence de la solution numérique

- Bien qu'un comportement élasto-plastique parfait ait été utilisé pour l'adhésif, la valeur de T_{rup} numériquement déterminée est encore inférieure à celle obtenue par l'expérience. Cette contradiction peut provenir, d'une part, des valeurs supposées des propriétés thermiques du matériau CFRP qui auraient dû montrer une meilleure caractéristique d'isolation thermique de ce matériau. D'autre part, l'existence des filets formés de l'excès de la colle, au niveau des extrémités de la zone de collage, *Figure 195*, est également une raison de l'augmentation de la T_{rup} dans le programme expérimental. Cela est similaire au phénomène d'augmentation considérable de la résistance mécanique du joint « CEiS » (d'environ 20 %) testé à température ambiante lors de la présence des filets, comme montré dans le travail de Kim et al [102]. En outre, il est probable que le comportement élasto-plastique parfait de l'adhésif n'augmente que légèrement la résistance à la température du joint parce que la résistance mécanique de l'adhésif est très faible autour de la température T_{rup} .



Figure 193 : Relation numérique « température T_{ex} - déplacement d'appui Δ » pour les joints soumis une contrainte de cisaillement (a) de 0,5 MPa et (b) de 2 MPa et exposés à différentes vitesses de chauffage V_{Tex}





Figure 195 : Existence des filets dans les éprouvettes testées

Figure 194 : Comparaison des températures à la rupture expérimentale et numérique

Les résultats numériques montrés au-dessus nous permettent de croire, au niveau de la température à la rupture du joint « CEiS », que les propriétés thermomécaniques supposées des composants du joint sont relativement appropriées. Par conséquent, une prédiction numérique s'effectue dans l'étape suivante pour déterminer : la température à la rupture du joint soumis à une contrainte de cisaillement mécanique de 1 MPa ; celle des joints soumis à une charge mécanique de 0,5, 1 et 2 MPa et exposés à des températures présentées par la courbe ISO 834 ; celle du joint qui a les différentes longueurs de la zone de collage, L_c (voir la *Figure 181* et *182*) et soumis à une charge mécanique de 1 MPa.

La *Figure 196* présente la relation numérique obtenue par la modélisation entre la contrainte de cisaillement moyenne à l'interface et la température à la rupture du joint, τ_{moy} – T_{rup} . Cette relation est évidemment inversement proportionnelle. En outre, le résultat de la modélisation numérique indique que :

- L'intégrité structurelle du joint « CEiS » soumis à une contrainte de cisaillement de 1 MPa est perdue à environ 183 °C lorsque la vitesse V_{Tex} est de 20 °C/min à 30 °C/min ;

- Dans un incendie présenté par la courbe ISO 834, l'intégrité structurelle du joint « CEiS » soumis à une contrainte de cisaillement de 0,5 MPa, 1 MPa et 2 MPa sera respectivement perdue à 255 °C, 200 °C et 115 °C (la température à l'interface et au milieu de la zone de collage T_{inte} correspondant est de 243 °C, 183 °C et 93 °C). C'est-à-dire, cette perte se passera sur une durée d'exposition inférieure à 30 secondes.

La température T_{rup} du joint « CEiS » de différentes longueurs de la zone de collage ($L_c = 50 \text{ mm}$, 100 mm et 200 mm) a été également déterminée par modélisation numérique. Les courbes « température – déplacement d'appui » de la *Figure 197* nous montrent que la longueur de la zone de collage, L_c , n'a pas d'influence notable sur la température T_{rup} . Cela est en accord

avec l'observation de Gamage et al [88] sur la contribution de la longueur d'ancrage de CFRP à la résistance mécanique des joints « CFRP-béton » à des températures élevées (voir II.7 de la partie bibliographique).



Figure 196 : Relations « $\tau_{moy} - T_{rup}$ »

Figure 197 : Influence de la longueur L_c

III.2.5. Conclusion

Une analyse thermique, qui est basée sur des propositions appropriées des propriétés thermiques des matériaux du joint « CEiS », indique que la différence entre la température à la surface du joint, T_{ex} , et celle à l'interface du joint, T_{inte} , dépend de la vitesse de chauffage. Néanmoins, pour des vitesses comprises entre 10 °C/min et celle présentée par la courbe ISO 834 et lorsque la température d'environnement est encore inférieure à 300 °C, la différence entre deux températures n'est pas vraiment importante, moins de 23 °C. Dans les conditions d'incendie présenté par la courbe ISO 834, la température à l'interface du joint « CEiS » atteint rapidement 300 °C, juste après 45 secondes. A cette température, l'adhésif est probablement totalement décomposé, comme montré dans l'expérience. De plus, un modèle 2D est tout à fait acceptable pour une analyse de transfert de chaleur dans ce joint.

L'analyse thermomécanique du joint « CEiS » montre que :

- les hypothèses sur les paramètres thermomécaniques et les comportements des matériaux utilisés pour le joint « CEiS » sont acceptables. Elles conduisent à un reflet approximativement approprié de la réponse mécanique du joint « CEiS » en termes de courbe « température – déplacement d'appui » et en termes de température à la rupture de ce joint. La différence entre la température à la rupture obtenue par l'expérience et celle obtenue par l'analyse numérique est de moins de 16 %.

- Le modèle numérique proposé, qui maintient les hypothèses mentionnées ci-dessus, prédit également que : Dans les conditions d'incendie présenté par la courbe ISO 834, le joint « CEiS » étant soumis à des contraintes de cisaillement moyenne à l'interface de 0,5 MPa, 1 MPa et 2 MPa perd son intégrité structurale à 255 °C, 200 °C et 115 °C, respectivement. De plus, la longueur de la zone de collage, L_c, n'a pas d'influence considérable sur l'intégrité structurale de ce joint. Bien sûr, les propriétés thermomécaniques des matériaux composants déjà supposées dans ce modèle doivent être expérimentalement vérifiées par des essais supplémentaires. En outre, il est également nécessaire d'étudier numériquement plus loin sur les effets de différents paramètres sur le résultat numérique, par exemple : le maillage ; le comportement de matériau CFRP (isotrope ou isotrope transversal) ; le comportement de l'adhésif Etancol 492 (élasto-plastique linéaire ou élastique linéaire) ; la présence des filets et leur dimension...

III.3. Conclusion du chapitre

Une approche numérico-expérimentale, à l'échelle matériau, de façon simple, a été utilisée pour prédire préliminairement et approximativement les propriétés thermiques du matériau TRC (dans la direction perpendiculaire aux couches de renfort) et de l'Isolant A. Le principe de base de cette approche est l'utilisation des évolutions des températures expérimentales mesurées à deux points seulement, à l'extérieur et à l'intérieur d'une éprouvette en forme d'un parallélépipède rectangulaire. Les propriétés thermiques de ces matériaux sont déterminées après un processus inverse. A partir des essais expérimentaux et de la modélisation, les valeurs acceptables d'une combinaison des évolutions de la densité, de la conductivité et de la chaleur spécifique en fonction de la température des matériaux TRC et Isolant A, dans la gamme de température entre 20 °C et 800 °C sont déterminés. Par conséquent, ces valeurs préliminaires peuvent être utilisées, d'une part, pour servir plus tard comme données de base pour une détermination plus précise de ces paramètres, et, d'autre part, pour prédire la réponse thermomécanique de ces matériaux ou des structures dans différentes conditions environnementales. Bien entendu, il existe toujours des écarts entre les profils des températures mesurées expérimentalement et numériquement. Ceux-ci sont attribués à plusieurs facteurs provenant des simplifications du modèle numérique, de la nature des hétérogénéités du matériau et des effets possibles des facteurs environnementaux et des conditions expérimentales au cours des essais. Néanmoins, ces valeurs numériques obtenues dans cette étude nécessitent évidemment des essais supplémentaires pour valider la démarche.

Avec les caractéristiques thermomécaniques obtenues à partir de l'approche numéricoexpérimentale ci-dessus, une analyse numérique des effets thermiques a confirmé la pertinence du choix de la durée d'attente de 1h dans les essais en traction direct sur les éprouvettes TRC et TRC* dans cette thèse. Cette durée permet d'obtenir une homogénéité de la température dans les échantillons testés. De plus, cette analyse a également prédit l'efficacité de la protection thermique de l'isolant A en fonction de son épaisseur dans le cas d'incendie standard. Une couche de 7 cm de l'Isolant A peut maintenir la température inférieure à 100 °C pendant plus de 160 minutes.

Enfin, une approche numérique, à l'échelle structurelle, concernant la prédiction de la température à la rupture du joint « CEiS » non-thermiquement protégé, a également été effectuée en se basant sur les résultats expérimentaux obtenus à partir des essais de traction dans cette thèse ainsi que les informations fiables présentées dans la littérature. Ces prédictions numériques sont

vérifiées par les résultats expérimentaux sur ce joint « CEiS ». L'analyse numérique par éléments finis a également envisagée les valeurs de la température à la rupture de ce joint « CEiS » étant soumis de différentes sollicitations mécaniques dans le cas d'incendie standard ISO 834. En outre, cette analyse a montré que l'influence de la longueur de la zone de collage du joint est négligeable aux températures élevées.

CHAPITRE IV : SYNTHESE – CONCLUSIONS

IV.1. Synthèse et conclusions générales

Cette thèse a visé à étudier le comportement thermomécanique à haute température des matériaux composites qui sont susceptibles à être utilisés pour le renforcement ou la réparation des structures. Le matériau CFRP est couramment utilisé pour le renforcement des structures. Cependant, ce matériau présente certains inconvénients en cas d'incendie (notamment sa combustibilité, émission des fumées toxiques). La littérature montre que le composite textile/mortier (TRC) est susceptible à être utilisé pour le renforcement ou la réparation des structures à la température ambiante. Les matériaux TRC et TRC*, étudiés dans cette thèse, sont fabriqués avec une matrice qui contient des composants qui sont assez amicaux avec l'environnement, faciles à mettre en œuvre. Nous souhaitions initialement étudier le comportement thermomécanique des composites TRC et TRC* à haute température afin de les utiliser dans la réparation ou le renforcement des structures en cas d'incendie. Les études effectuées dans cette thèse montrent que les matériaux TRC et TRC* ont un bon comportement thermique et ne présentent pas de fumées toxiques lorsqu'ils sont exposés à haute température (comme le cas du matériau CFRP). Les matériaux TRC et TRC* présentent une résistance mécanique ultime assez modérée (de 5 MPa à 7 MPa). Cependant, ce travail est la première étude dans notre laboratoire portant sur le comportement themo-mécanique de ce type de matériau. Cette étude ouvre les perspectives pour les études postérieures afin d'améliorer les propriétés thermiques et mécaniques de ce matériau.

Ce travail se concentre surtout sur le comportement en traction des matériaux composites CFRP, TRC et d'un adhésif époxy. Dans cet objectif, une étude bibliographique est effectuée afin d'obtenir les points forts et les limites dans les campagnes expérimentales d'études antérieurement effectuées. En outre, une nouvelle procédure expérimentale concernant la mesure de la déformation par le capteur laser est développée et validée. Ce travail a trait également, à travers d'une étude numérico-expérimentale, un aspect de la réponse mécanique des joints de colle sous les sollicitations thermomécaniques, c'est la température à la rupture. L'efficacité de la protection thermique de deux isolants (PROMASPRAY®T et Isolant A) se fait également un des objectifs de ce travail. Enfin, une approche numérique est utilisée à déterminer de façon préliminaire et approximative, à l'échelle matériau, les propriétés thermiques des matériaux TRC et Isolant A. Les principaux résultats obtenus sont synthétisés comme suit :

- La revue bibliographique a mis en évidence l'intérêt de la communauté scientifique pour la performance mécanique des composites polymères (FRP) et des composites textile-mortier (TRC) et les adhésifs structuraux lorsqu'ils sont exposés à des températures élevées qui sont toujours la caractéristique inhérente la plus importante en cas d'un incendie. - La mesure de déformation réalisée au moyen du capteur laser est tout à fait possible avec les matériaux employés dans le présent travail. Néanmoins, il est nécessaire d'assurer des conditions expérimentales auxiliaires notamment une solution efficace pour l'évasion de la fumée dans les essais à haute température, plus de 300 °C sur le matériau CFRP.

- Les températures élevées influencent généralement de façon négative la performance mécanique en traction et celle thermique de tous les matériaux utilisés dans ce travail. Le matériau TRC est fissuré sous l'effet de la sollicitation thermique à partir d'environ 300 °C, la matrice du composite CFRP ainsi que la colle époxidique Etancol 492 se décomposent gravement à des températures plus de 300 °C.

- La température à la rupture des joints de colle (« CEiS », « CEiD » et « TRCiD) est inversement proportionnelle au taux de travail mécanique appliqué.

- L'intégrité structurelle des joints « CEiS » et « CEiD » est principalement contrôlée par la performance mécanique de l'adhésif. Cependant, celle-ci du joint « TRCiD » dépend à la fois des propriétés thermomécaniques de TRC et de la colle Etancol 492. En général, le mode de rupture de ces joints, à des températures élevées et dans le cas d'une faible sollicitation mécanique, est une rupture à l'interface à cause de la dégradation de la performance mécanique de l'adhésif. Par conséquent, l'utilisation des isolants thermiques est nécessaire.

- Les deux isolants utilisés dans ce travail et le matériau TRC montrent de bonnes capacités de protection thermique en diminuant la valeur et la vitesse d'élévation de la température à l'intérieur.

- De même nature qu'un matériau cimentaire, le TRC montre un retrait dans la gamme de température entre 200 °C et 450 °C.

- Une approche numérico-expérimentale, à l'échelle matériau, de façon simple, a été utilisée pour prédire préliminairement et approximativement les propriétés thermiques du matériau TRC (dans la direction perpendiculaire aux couches des textiles de renfort) et de l'Isolant A. Une combinaison des évolutions des propriétés thermiques de ces matériaux avec la température étant numériquement déterminées est acceptable.

- L'approche numérique prédit également que l'intégrité structurelle d'un joint « CEiS » perd rapidement, dans un incendie standard présenté par la courbe ISO 834 (en outre, l'influence de la longueur de la zone de collage du joint est négligeable dans un environnement des hautes températures) et qu'une couche de 7 cm de l'Isolant A, maintenir la température intérieure inférieure à 100 °C pendant plus de 160 minutes.

V.2. Perspectives

Afin d'enrichir les données expérimentales de ce travail, il serait souhaitable de réaliser d'autres essais supplémentaires pour : étoffer les données de base, vérifier les résultats expérimentaux obtenus ainsi que limiter l'influence de la dispersion de ces résultats ; vérifier l'influence du type de sollicitation thermomécanique (l'essai direct à haute température ou l'essai sur éprouvette échauffée-refroidie) et d'autres facteurs sur le comportement des matériaux ; déterminer la température à la rupture des joints de colle sous l'effet de différentes sollicitations thermomécaniques...

Une des difficultés importantes dans la réalisation des essais à haute température sur le matériau CFRP est la présence de la fumée. Dès lors, nous pensons qu'il est nécessaire d'avoir une solution pour limiter les effets de ce facteur sur la précision de la mesure de déformation par des capteurs laser sur le matériau CFRP.

Il serait intéressant d'étudier l'amélioration de la performance mécanique, notamment la résistance du matériau TRC. Cette amélioration peut se faire par l'augmentation du taux de renfort des fibres, l'amélioration de l'adhérence fibres/matrice, l'amélioration de la résistance de la matrice, l'amélioration de la technique de fabrication du composite TRC....

Il serait également intéressant de déterminer expérimentalement l'évolution de propriétés thermiques en fonction de la température du matériau TRC et des isolants thermiques utilisés dans cette thèse. Cela permet de confronter les valeurs numériquement obtenues dans ce travail et bien évaluer de façon plus appropriée la capacité d'isolant thermique de ces matériaux. L'influence d'autres facteurs sur le comportement du matériau TRC tels que le retrait, la pression interstitielle, le changement des phases chimiques du mortier doivent également être étudiés plus en détail.

L'étude sur l'intégrité structurelle des joints de colle est évidemment juste une approche de celle des systèmes de renforcement et/ou de réparation des structures par des matériaux composites CFRP, TRC. Puisqu'il existe différents facteurs d'impact qui devraient être pris en compte comme : la différence des propriétés thermomécaniques entre le béton et le composite ; la différence de la liaison entre « béton-adhésif » et « composite-adhésif » ; la présence de différents états de contrainte-déformation dans le substrat du béton ; la présence des fissures...Ainsi, une étude expérimentale ou numérique sur l'ensemble des systèmes de renforcement/réparation devraient être faites.

ANNEXE

I. Propriétés thermomécaniques du matériau CFRP

Selon le travail d'Ahmed et Kodur [40]

* Conductivité thermique, λ :

Temperature range (T_w) is °C	Thermal conductivity (<i>k_{w,T}</i>) in W/m°C
$0 \leqslant T_w \leqslant 500$	$k_{w,T} = 1.4 + \frac{-1.1}{500} \cdot T_w$
$500 \leqslant T_w \leqslant 650$	$k_{w,T} = 1.4 + \frac{-0.1}{150} \cdot (T_w - 500)$
$T_w \geqslant 650$	$k_{w,T} = 0.2$

T (°C)	20	100	200	300	400	500
$\lambda (W/m_{con}^{\circ}C)$	1,356	1,18	0,96	0,74	0,52	0,3



* Chaleur spécifique, cp

Temperature range (T_w) is °C	Specific heat $(C_{w,T})$ is kJ/kg °C
$0 \leq T_w \leq 325$	$C_{w,T} = 1.25 + \frac{0.95}{325} \cdot (T_w)$
$325 \leq T_w \leq 343$	$C_{w,T} = 2.2 + \frac{2.8}{18} \cdot (T_w - 325)$
$343 \leq T_w \leq 510$	$C_{w,T} = 5.0 + \frac{-0.15}{167} \cdot (T_w - 343)$
$510 \leq T_w \leq 538$	$C_{w,T} = 4.85 + \frac{-3.59}{28} \cdot (T_w - 510)$
$538 \leq T_w \leq 3316$	$C_{w,T} = 1.265 + \frac{1.385}{2778} \cdot (T_w - 538)$
$T_w \ge 3316$	$C_{w,T} = 0$

T (°C)	20	325	343	510
c _p (kJ/kg _☉ °C)	1,308	2,2	5	4,85



* Masse volumique, p

Temperature range (T_w) is °C	Density ($\rho_{w,T}$)is g/cm ³
$0 \leq T_w \leq 510$	$\rho_{w,T} = 1.6$
$510 \leq T_w \leq 538$	$\rho_{w,T} = 1.6 + \frac{-0.35}{28} \cdot (T_w - 510)$
$538 \leq T_w \leq 1200$	$\rho_{w,T}$ = 1.25

T (°C)	20	100	200	500
ρ (g/cm ³)	1,6	1,6	1,6	1,6



II. Thermocouple type K et N

II.1. Thermocouple type K



207

II.2. Thermocouple type N Seite/Page 1 von/of 1 Hochtemperatur-Vakuum-Prüfsysteme 21.04.2015 and a Fritz Zeichnungs-Nr. In accordance with DIN EN 10 204 we confirm that the theromocuples specified above were produced in accordance with DIN IEC 584 and DIN 43 710 and that the application corresponds to the order data. This certificate was generated automatically and it is in accordance with DIN EN 10 204 valid also without signature. m DE Gemäß DIN EN 10 204 bestätigen wir, dass die oben aufgeführten Thermoelemente geferligt sind gemäß DIN IEC 564 und DIN 43 710 und dass die Ausführung jeweils den Bestellangaben entspricht. Diese Bescheinigung wurde maschinell erstellt und ist gemäß DIN EN 10 204 auch ohne Unterschrift gültig. 80036, Probe Drawing-no. r Bearbeiter: Person of contact: Datum: Land: Date: Country: 4 Serien-Nrn. 1256.1-049 Serial-nos. Im Haselbusch 16 . D-78224 Singen . Telefon +49 7731 8350 60 . Telefax +49 7731 8350 89 Mantel Inconel Sheat Datum Date 21.04.2015 2,0 Ø [mm] 190 ____ MAYTEC Mess- und Regeltechnik GmbH 0,4 Item Toleranz 2 Tolerance 2 [7 %] 0 Pos. Bereich 2 375...1000 Limit 2 LO°] Certificate of compliance with the order in accordance with DIN EN 10204-2.1 No. 2190 Nr. Toleranz 1 Tolerance 1 1,5 H H Lieferschein: Delivery-note: Werksbescheinigung nach DIN EN 10 204-2.1 -40...375 Bereich 1 TC-WB_0000_2190_01 Zwick GmbH & Co. KG Limit 1 [°C] 00054848-1/uzl-ch T min T max 1300 10. 0000 -270 Thermo-Paar Thermocouple Bescheingung-Nr.: Werks-Auftrag-Nr.: Kunden-Bestell-Nr.: Kunde: Customer: Customer's p.o. no.: NiCrSI-NiSI Certificate-no.. Factory-order-no.: File: TC-WB_0000_2190_01.xls N Typ Type Pos. tem

208

III. Choix des valeurs des propriétés thermomécaniques du matériau époxy pour la modélisation numérique.

III.1. Masse volumique ρ

Dans la littérature, il y a eu de nombreuses études menées sur la variation de la masse volumique de la résine époxy avec la température. Cette variation peut être trouvée, par exemple, dans les travaux de Rubab et al [75] et de Souza et al [72]. Sur la *Figure 198*, on peut observer l'évolution du pourcentage de la masse résiduelle d'une résine époxy typique, c'est l'«ARC 858». La perte de masse de la résine est attribuée à sa décomposition sous l'effet de haute température. La *Figure 199* montre également les résultats de l'analyse thermo-gravimétrique (TGA) sur les composites à base de résine époxy, y compris une résine époxy net (Neat polymer). La température correspondant à des pertes de poids de 10 % et 50 % ainsi que celle correspondant à l'initiation de la décomposition thermique des composites sont présentées dans le *Tableau 43*. En outre, des résultats similaires ont également menés dans «*Epoxy Adhesive Application Guide »* sur le site *www.EPOTEK.com*.



adhesives [72]



Figure 199 : Typical TG scans of neat epoxy polymer and epoxy-titania composites with different concentrations of submicron titania particles [75]

Sample	T _g (*C)	IDT (*C)	T _{d10} (*C)	T _{d50} (*C)	T _{max} (*C)	E _a (kJ·mol ⁻¹)
Neat polymer	45	291	326	376	362, 566	108
ET-2.5 composite	48	299	351	385	372, 577	135
ET-5 composite	46	307	359	391	379, 585	147
ET-7.5 composite	44	313	365	395	383, 591	155
ET-10 composite	41	315	361	393	388, 599	159

Tableau 43 : Propriétés thermiques d'un époxy pur (''neat epoxy polymer'') et d'autres composites à base d' époxy ajouté de différentes concentrations de particules de titane submicronique, Rubab et al [75]

Légende :

 T_g : température de transition vitreuse ; IDT : température de décomposition initiale ; T_{d10} et T_{d50} correspondant respectivement à 10 % et 50 % de perte de poids ; La température à laquelle le taux de perte de poids est maximal, dénommé T_{max} .

En basant sur les résultats de mesure abordés ci-dessus, nous supposons la variation de la masse volumique de l'Etancol 492 avec la température comme suit :



III.2. Conductivité thermique λ :

D'après Tant et al [80], en général, la conductivité thermique des polymères amorphes est dans la plage de 0,1 à 0,2 de W/m.°C. Pour la résine époxy, cette gamme est également présentée dans de nombreuses études, par exemple :

- dans le travail de Tsekmes et al [77], on trouve que : $\lambda = 0,17 \div 0,21$ W/m.K, *Tableau 44*.

Polymer	Thermal Conductivity (W/mK)
Low density polyethylene	0.28-0.32
High density polyethylene	0.38-0.58
Epoxy resin	0.17-0.21
Polypropylene	0.18-0.24
Phenol resin	0.24-0.29

Tableau 44 : Conductivité thermique des polymères [77]

- dans le travail de Hussan [78] : $\lambda = 0.23 \div 0.27$ W/m.K dans la gamme de 20 °C à 50 °C, voir la *Figure 200* et le *Tableau 45* (page suivante).

- dans le travail de Mouritz et Gibson [103]: $\lambda = 0,23$ W/m.K, *Tableau 46* (page suivante).

- dans le travail de Vlachopoulos et Strutt Mouritz [104]: $\lambda = 0,2$ W/m.K, *Tableau 47* (page suivante).



Figure 200 : Conductivité thermique d'un époxy pur (EP) et des composites à base d'époxy ajouté des nanotubes de carbone (CNT) en fonction de la température [78]

Sample	K(W/m.K) at	30 °C	40 °C	50 °C
-	20 ° C			
EP	0.23	0.24	0.26	0.27
EP+0.1% CNT	0.28	0.32	0.38	0.44
EP+0.2% CNT	0.46	0.49	0.51	0.55
EP+0.3% CNT	0.70	0.72	0.75	0.77
EP+10%C.F	0.28	0.29	0.34	0.41
EP+20%C.F	0.34	0.36	0.39	0.43
EP+30%C.F	0.48	0.51	0.53	0.56

Tableau 45 : Valeurs de la conductivité thermique des composites à base d'époxy [78]

	k _{parallel} Wm ⁻¹ K ⁻¹	k _{perpendicular} Wm ⁻¹ K ⁻¹	
E-glass fibre	1.13	1.13	
PAN-based carbon fibre	~20	0.32	
Aramid (Kevlar 49) fibre	0.52	0.16	
Polyethylene fibre	~20	0.35-0.5	
Polyester resin	0.19		
Vinyl ester resin	0.19		
Phenolic resin	0.25 - 0.38		
Epoxy resin	0.23		
Polypropylene resin	0.18		
PEEK resin	0.25		

Tableau 46 : Conductivité thermique des matériaux, y compris une résine époxy [103]

	W/m°C	Btu/hr ft°F
Copper	380	220
Aluminum	204	118
Carbon Steel	43	25
Glass	0.78	0.45
Polymer	0.2	0.115
Water	0.6	0.347
Air	0.025	0.0144

Tableau 47 : Quelques valeurs typiques de la conductivité thermique des matériaux [104]

Oudet [70] dit que « les polymères sont de bons isolants thermiques » et « De tout façon, la variation de conductivité avec la température est toujours relativement faible pour les polymères » (page 183).

Ainsi, nous pouvons choisir de façon la plus simple, pour la conductivité thermique de l'époxy, une valeur constante de 0,2 W/m.°C sur la gamme de 20 °C à 400 °C.



III.3. Chaleur spécifique c_p:

La variation de la chaleur spécifique des polymères avec la température peut être illustrée comme dans la *Figure 201* ci-dessous. Dans cette figure, on trouve deux cas extrêmes : les polymères amorphes et les polymères cristallins. A T_g , on remarque une brusque variation de la chaleur spécifique uniquement pour le polymère amorphe. Néanmoins, les polymères sont rarement totalement amorphes ou totalement cristallins. Aussi, dans un domaine de température compris entre T_g et T_f (point de fusion), les variations de la chaleur spécifique pour un polymère quelconque suivront une courbe qui sera comprise entre ces deux comportements extrêmes, Oudet [70]. Cette tendance de variation de la chaleur spécifique d'une résine époxy avec la température est également montrée dans le travail d'Evseeva et al [79], courbe (1) - *Figure 202*.



Figure 201 : Variation de la chaleur molaire en fonction de la température pour un polypropylène isotactique : amorphe et cristallin. [70]


Figure 202: Evolution de la chaleur spécifique d'une résine époxidique pure - courbe (1) [79]

Certaines valeurs spécifiques pour cette grandeur peuvent être trouvées dans la littérature, par exemple :

- D'après Tant et al [80], la chaleur spécifique des polymères amorphes se situe habituellement dans la gamme de 0,7 à 2,5 kJ/kg.K ;

- Le site du Laboratoire NPL fournit des tableaux concernant la chaleur spécifique de différents matériaux (<u>http://www.kayelaby.npl.co.uk/general_physics/2_3/2_3_6.html</u>). Le *Tableau 48* ci-dessous se recense les valeurs de cette grandeur pour l'époxy.

Epoxy resin (cured)	273 (0°C)	373 (100°C)	573 (300°C)
с _р /Јд ⁻¹ К ⁻¹	1,11	1,52	2,11 (473)

Tableau 48 : Chaleur spécifique de la résine époxy en fonction de la température

Enfin, la température de transition vitreuse de l'Etancol 492 est de 54 °C \pm 2 °C, d'après le fournisseur. Ainsi, une variation de la chaleur spécifique de l'Etancol 492 avec la température est supposée comme suit :

$$\begin{split} T &= 20 \ ^{\circ}\text{C} \div 40 \ ^{\circ}\text{C} : & c &= 1,1 - 1,15 \ \text{kJ/kg.K} \\ T &= 40 - 80 \ ^{\circ}\text{C} \ (\text{au tour de } T_{g}) : c &= 1,15 - 2 \ \text{kJ/kg.K} \\ T &= 80 - 400 \ ^{\circ}\text{C} : & c &= 2 - 2,1 \ \text{kJ/kg.K} \end{split}$$



III.4. Coefficient d'échange superficiel par convection :

Dans les essais, les deux extrémités des éprouvettes se trouvent toujours à l'extérieur du four, *Figure 203*. Elles devaient donc échanger de la chaleur par convection avec l'environnement. Par conséquent, il est nécessaire de calculer le coefficient de convection.



Figure 203 : Schéma des segments de transfert de chaleur

Il est supposé que la température dans le laboratoire est toujours constante et égale 20 °C. Au cours des essais, on a constaté que les parties des éprouvettes, qui sont à l'extérieur du four, ne sont pas chauffées. Par conséquent, la température de ces parties est supposée égale à 33,7 °C.

Toutes les caractéristiques de l'air sont évaluées à la température :

$$T_f = \frac{T_{air} + T_s}{2} = \frac{(20 + 33,7) + 2 * 273,15}{2} = 300 \text{ K}$$

Les caractéristiques de l'air à $T_f = 300$ K sont (Annexe I dans le travail de Welty et al [105]):

$$k = 2,624.10^{-3} (W/m.K)$$
; $v = 1,569.10^{-5} (m^2/s)$; $\alpha = 2,2156.10^{-5} (m^2/s)$;

Nombre de Prandtl: Pr = 0,708

 $g.\beta.\rho^2/\mu^2 = g\beta/\nu^2 = 1,327.10^8 (1/K.m^3)$

g- accélération de la pesanteur $(9,81 \text{ m/s}^2)$

β- coefficient de dilatation volumique de fluide (1/°C)

 ρ - masse volumique du fluide (kg/m³)

μ- viscosité dynamique du fluide (Pa.s)

Ecart de température paroi-fluide: $\Delta T = 33,7 - 20 = 13,7$ (°C)

Longueur caractéristique : L = 0,15 (m)

Calcul du nombre de Grashof :

$$Gr = \frac{L^3 \cdot g \cdot \beta \cdot (T_s - T_{air})}{v^2} = 0,0614.10^8$$

Nombre de Rayleigh: Ra = Pr.Gr = $0,0434.10^8 < 10^9 \Rightarrow$ écoulement laminaire Nombre de Nusselt :

$$Nu = 0,68 + \frac{0,67.\,Ra^{1/6}}{\left[1 + \left(\frac{0,492}{Pr}\right)^{9/16}\right]^{4/9}} = 7,248$$

Le coefficient de convection:

$$h = \frac{Nu.k}{L} = \frac{7,248.2,624.10^{-3}}{0,15} = 0,127 W/m^2 K$$

Bibliographie

- [1] L. Thomas and G. Archambault, Eds., "Sécurité incendie" *Collection Mémentos acier, Otua, Office technique pour l'utilisation de l'acier,* Luxembourg, 2005.
- [2] I. J.F. Denoël, "Sécurité incendie et constructions en béton", *FEBELCEM Fédération de l'industrie cimentière*, Belge, 2007.
- [3] T. Z. Harmathy, "A new look at compartment fires", *parts I and II, National Researche Council of Canada*, 1973.
- [4] H. Aussel, P. Ferry, P. Lesné, J. Mathieu, G. Mauguen and J. Petit, "Incendie et lieux de travail, prévention et luttre contre le feu", *INRS*, Paris, 2007.
- [5] Z. Bazant and F. Kaplan, "Concrete at High Temperatures: Material Properties and Mathematical Models", Longman, 1996.
- [6] I. G. Hager, "Comportement à haute température des bétons à haute performance évolution des principales propriétés mécaniques", *Doctoral Thesis, École Nationale des Ponts et Chaussées,* France, 2004.
- [7] H. Fares, "Proprietés mécaniques et physico-chimiques de bétons autoplaçants exposés à une température élevée", *Doctoral Thesis, Université de Cergy Pontoise,* France, 2009.
- [8] V. T. NGUYEN, "Comportement des bétons ordinaire et à hautes performances soumis à haute température : application à des éprouvettes de grandes dimensions", *Doctoral Thesis, Université de Cergy Pontoise,* France, 2013.
- [9] L. Missemer, "Etude du comportement sous très hautes températures des Bétons Fibrés à Ultra Performances : application au BCV", *Doctoral Thesis, Université de Grenoble,* France, 2011.
- [10] M. K. Tshimanga, "Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons", *Doctoral Thesis, Université de Cergy Pontoise,* France, 2007.
- [11] J. C. Mindeguia, "Contribution expérimentale à la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons", *Doctoral Thesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour*, France,

2009.

- [12] Eurocode 2: Design of concrete structures Part 1-2: General rules Structural fire design.
- [13] A. Menou, "Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température : Approche multi-échelles de l'endommagement thermique", *Doctoral Thesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour*, France, 2004.
- [14] V. Kodur, "Review Article Properties of Concrete at Elevated Temperatures", ISRN Civil Engineering, vol. 2014.
- [15] R. C. de Lima, L. C. P. da Silva Filho and J. L. Campagnolo, "Behaviour of CFRP Composites Exposed to High Temperature", *Civil Engineering, University of Minho, Portugal*, vol. 17, pp. 69-81, 2003.
- [16] L. A. Bisby, "Fire Behaviour of Fibre-Reinforced Polymer (FRP) Reinforced or Confined Concrete", *Doctoral Thesis, Queen's University*, Canada, 2003.
- [17] A.P.Mouritza and A.G.Gibson, "Fire Properties of Polymer Composite Materials", *Springer*, 2006.
- [18] S. Feih and A. Mouritz, "Tensile properties of carbon fibres and carbon fibre–polymer composites in fire", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 5, pp. 765-772, 2012.
- [19] Y. Wang, P. Wong and V. Kodur, "An experimental study of the mechanical properties of fibre reinforced polymer (FRP) and steel reinforcing bars at elevated temperatures", *Composite Structures*, vol. 80, no. 1, pp. 131-140, 2007.
- [20] K. Wang, B. Young and S. T. Smith, "Mechanical properties of pultruded carbon fibre-reinforced polymer (CFRP) plates at elevated temperatures," *Engineering Structures*, vol. 33, no. 7, pp. 2154-2161, 2011.
- [21] M. D. Ludovico, F. Piscitelli, A. Prota, M. Lavorgna, G. Mensitieri and G. Manfredi,
 "Improved mechanical properties of CFRP laminates at elevated temperatures and freezethaw cycling", *Construction and Building Materials*, vol. 31, no. 0, pp. 273-283, 2012.
- [22] A. Mouritz, S. Feih, E. Kandare, Z. Mathys, A. Gibson, P. D. Jardin, S. Case and B.

Lattimer, "Review of fire structural modelling of polymer composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 12, pp. 1800-1814, 2009.

- [23] J. P. Pascault and R. J. J. Williams, Eds., "Epoxy Polymers", Wiley VCH, 2010.
- [24] H. Nakamura, Y. Tanaka, A. Nakai, S. Kobayashi and N. Ikuta, "Interfacial properties of carbon fiber reinforced thermoplastic composites", *The 10th International Conference on Flow Processes in Composite Materials (FPCM10), Monte Verità, Ascona, CH – July 11-*15, 2010.
- [25] J. Berthelot, "Matériaux composites Comportement mécanique et analyse des structures", 5e édition, *Tec & Doc Lavoisier*, 2012.
- [26] C. Massot, "Synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche.
 Caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux", *Doctoral Thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse*, France, 2004.
- [27] Fib, Bulletin 14 Externally Bonded FRP Reinforcement for RC Structures.
- [28] N. Houhou, "Durabilité des interfaces collées béton/renforts composites: développement d'une méthodologie d'étude basée sur un dispositif de fluage innovant conçu pour être couplé à un vieillissement hygrothermique", *Doctoral Thesis, Université Paris-Est*, France, 2012.
- [29] CNR-DT 200/2004, Guide for the Design and Construction of Externally Bonded FRP Systems for Strengthening Existing Structures.
- [30] L. A. Bisby, B. K. Williams, V. K. R. Kodur, M. F. Green and E. Chowdhury, "Fire Performance of FRP Systems for Infrastructure: A state-of-the art report", NRC-CNRC, Research Report 179, Canada, 2005.
- [31] Y. Bai, T. Vallée and T. Keller, "Modeling of thermal responses for FRP composites under elevated and high temperatures", *Composites Science and Technology*, vol. 68, no. 1, pp. 47-56, 2008.
- [32] J. R. Correia, F. A. Branco, J. G. Ferreira, Y. Bai and T. Keller, "Fire protection systems for building floors made of pultruded GFRP profiles: Part 1: Experimental investigations", *Composites Part B: Engineering*, vol. 41, no. 8, pp. 617-629, 2010.

- [33] A. Mouritz, Z. Mathys and A. Gibson, "Heat release of polymer composites in fire", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 7, pp. 1040-1054, 2006.
- [34] G. Hartwig and S. Knaak, "Fibre-epoxy composites at low temperatures", *Cryogenics*, vol. 24, no. 11, pp. 639-647, 1984.
- [35] F. Matthews, G. Davies, D. Hitchings and C. Soutis, "Fundamentals of composites", *Finite Element Modelling of Composite Materials and Structures*, Woodhead Publishing, 2000, pp. 6-16.
- [36] A. Elmughrabi, M. Robinson and A. Gibson, "Effect of stress on the fire reaction properties of polymer composite laminates", *Polymer Degradation and Stability*, vol. 93, no. 10, pp. 1877-1883, 2008.
- [37] M. F. Green, N. Bénichou, V. K. R. Kodur and L. A. Bisby, "Design guidelines for fire resistance of FRPstrengthened concrete structures", *Eighth International Conference on FRP in Reinforced Concrete Structures (FRPRCS-8), Patras, Greece*, 2007.
- [38] S. Foster and L. Bisby, "High Temperature Residual Properties of Externally-Bonded FRP Systems", *Special Publication of ACI*, vol. 230, pp. 1235-1252, 2005.
- [39] M. Adelzadeh, H. Hajiloo and M. Green, "Numerical Study of FRP Reinforced Concrete Slabs at Elevated Temperature", *Polymers*, vol. 6, pp. 408-422, 2014.
- [40] A. Ahmed and V. Kodur, "Effect of bond degradation on fire resistance of FRPstrengthened reinforced concrete beams", *Composites Part B: Engineering*, vol. 42, no. 2, pp. 226-237, 2011.
- [41] C. Maraveas, K. Miamis and A. Vrakas, "Fiber-Reinforced Polymer-Strengthened/ReinforcedConcrete Structures Exposed to Fire: A Review", *Structural Engineering International*, Volume 22, Number 4, pp. 500-513, 2012.
- [42] W. Brameshuber, "Textile Reinforced Concrete State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TRC", in *ISBN: 2-912143-99-3*, e-ISBN: 2351580001, 2006.
- [43] G. Promis, "Composites fibres/matrice minérale: du matériau à la structure", *Doctoral Thesis, Université Claude Bernard Lyon 1*, France, 2010.

- [44] D. A. S. Rambo, F. de Andrade Silva, R. D. T. Filho and O. da Fonseca Martins Gomes,
 "Effect of elevated temperatures on the mechanical behavior of basalt textile reinforced refractory concrete", *Materials & Design*, vol. 65, no. 0, pp. 24-33, 2015.
- [45] R. Contamine, "Contribution à l'étude du comportement mécanique de composites textilemortier. Application et/ou renforcement de poutres en béton armé vis-à-vis de l'effort tranchant", *Doctoral Thesis, Université Claude Bernard Lyon 1*, France, 2011.
- [46] C. Gosselin, "Microstructural Development of Calcium Aluminate Cement Based Systems with and without Supplementary Cementitious Materials", *Doctoral Thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne,* France, 2009.
- [47] M. Mashima, D. J. Hannant and J. G. Keer, "Tensile Properties of Polypropylene Reinforced Cement with Different Fiber Orientations", *Materials Journal*, vol. 87 (2), pp. 172-178, 1990.
- [48] N. Singla, "Experimental and theoretical study of fabric cement composites for retrofitting masonry structures", *M.S. Thesis, Arizona State University*, 2004.
- [49] J. Hegger, N. Will, O. Bruckermann and S. Voss, "Load bearing behaviour and simulation of textile reinforced concrete", *Materials and Structures*, vol. 39, no. 8, pp. 765-776, 2006.
- [50] J. Hegger and S. Voss, "Textile reinforced concrete under biaxial loading", *6th International RILEM Symposium on Fibre Reinforced Concretes*, 2004.
- [51] J. Hegger and S. Voss, "Textile reinforced concrete Bearing behaviour, design, application", *Composites in Construction - Third International Conference, Lyon, France*, 2005.
- [52] J. Hegger and S. Voss, "AR-glass and carbon fibers for textile reinforced concrete A comparison of efficiency", *Spring - Concrete Soars, Spans and Supports, ACI-Convention*, 2005.
- [53] J. Hegger and S. Voss, "Investigations on the bearing behaviour and application potential of textile reinforced concrete", *Engineering Structures*, vol. 30, no. 7, pp. 2050-2056, 2008.
- [54] B. Mobasher, A. Peled and J. Pahilajani, "Distributed cracking and stiffness degradation in fabric-cement composites", *Materials and Structures*, vol. 39, no. 3, pp. 317-331, 2005.

- [55] U. Dilthey, M. Schleser, M. Möller and O. Weichold, "Application of polymers in textile reinforced concrete – From the interface to construction elements", *ICTRC'2006 - 1st International RILEM Conference on Textile Reinforced Concrete*, 2006.
- [56] M. Raupach, J. Orlowsky, T. Büttner, U. Dilthey and M. Schleser, "Epoxy-impregnated textiles in concrete – Load bearing capacity and durability", *ICTRC'2006 - 1st International RILEM Conference on Textile Reinforced Concrete*, 2006, pp. 77 - 88.
- [57] M. J. Roth, "Flexural and tensile properties of thin, very high strength, fiber-reinforced concrete panels", *Thesis for the master of Science, Mississippi State University*, 2007.
- [58] A. Peled, Z. Cohen, Y. Pasder, A. Roye and T. Gries, "Influences of textile characteristics on the tensile properties of warp knitted cement based composites", *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, no. 3, pp. 174-183, 2008.
- [59] I. H. Cuypers, "Analysis and Design of Sandwich Panels with Brittle Matrix Composite Faces for Building Applications", *Doctoral Thesis, Vrije Universiteit Brussel*, 2001.
- [60] I. Colombo, M. Colombo, A. Magri, G. Zani and M. di Prisco, "Textile Reinforced Mortar at High Temperatures", *Applied Mechanics and Materials*, vol. 82, pp. 202-207, 2011.
- [61] S.-l. Xu, L.-h. Shen, J.-y. Wang and Y. Fu, "High temperature mechanical performance and micro interfacial adhesive failure of textile reinforced concrete thin-plate", *Journal of Zhejiang University SCIENCE A*, vol. 15, no. 1, pp. 31-38, 2014.
- [62] K. Tan and Y. Zhou, "Fiber-reinforced cement composites under elevated temperatures", *Fifth International RILEM Workshop on High Performance Fiber*, 2007.
- [63] J. Blom and J. Wastiels, "Modeling textile reinforced cementitious composites Effect of elevated temperatures", *The 19th International Conference on Composite Materials*, 2013.
- [64] J. Blom, J. V. Ackeren and J. Wastiels, "Study of the bending behaviour of textile reinforced cementitious composites when exposed to high temperatures", 2nd International RILEM Conference on Strain Hardening Cementitious Composites (SHCC2-Rio), 2011.
- [65] B. Mobasher, "Mechanics of Fiber and Textile Reinforced Cement Composites", CRC Press, ISBN-13: 978-1439806609, 2011.
- [66] J. Pavlík, J. Podebradská, J. Toman and R. Cerný, "Thermal properties of carbon and glass

fiber reinforced cement composites in high temperature range in a comparison with mortar and concrete", *http://www.researchgate.net/publication*, pp. 47-52.

- [67] M. Siemon and D. Hosser, "Assessment of coupled thermo-mechanical behaviour of ultra high performance concrete columns in case of fire", in *RILEM-fib-AFGC International Symposium on Ultra-High Performance Fibre-Reinforced Concrete*, 2013.
- [68] M. Magalhães, R. T. Filho and E. Fairbairn, "Thermal properties and resistance to thermal shock of strain hardening cement-based composites", *2nd International RILEM Conference on Strain Hardening Cementitious Composites*, 2011.
- [69] C. M. S. Canto, "Strength and fracture energy of adhesives for the automotive industry", *Master thesis in FEUP, University of Porto*, 2013.
- [70] C. Oudet, "Polymères Structure et propriétés Introduction", *Masson, Paris, ISBN 2-225-84271-X*, 1994.
- [71] G. Odegard and A. Bandyopadhyay, "Physical Aging of Epoxy Polymers and Their Composites", *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Physics*, vol. 49, pp. 1695-1716, 2011.
- [72] J. P. B. Souza and J. M. L. Reis, "Thermal behavior of DGEBA (Diglycidyl Ether of Bisphenol A) adhesives and its influence on the strength of joints", *Applied Adhesion Science*, vol. 1, p. 6, 2013.
- [73] S. Perkins, "A Study of the Mechanical Behavior of Epoxy Systems under Different Testing Temperatures", *PhD thesis, University of Florida*, 2011.
- [74] A. Revathi, S. Rao, K. V. Rao, M. R. Prakash, M. S. Murugan, S. Srihari and G. N. R. Dayananda, "Influence of temperature on tensile behavior of multiwalled carbon nanotube modified epoxy nanocomposites", *Journal of Materials Research*, vol. 29, p. 15, 2014.
- [75] Z. Rubab, A. Afzal, H. M. Siddiqi and S. Saeed, "Preparation, Characterization, and Enhanced Thermal and Mechanical Properties of Epoxy-Titania Composites", *The Scientific World Journal*, vol. 2014, p. ID 515739, 2014.
- [76] J. P. Pascault, H. Sautereau, J. Verdu and R. J. J. Williams, "Thermosetting polymers", *Marcel Dekker INC, New York*, 2002.

- [77] I. Tsekmes, R. Kochetov, P. Morshuis and J. Smit, "Thermal Conductivity of Polymeric Composites: A Review", in 2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, 2013.
- S. I. Hussan, "Thermal conductivity and electrical conductivity of Epoxy Composites filled with Carbon Nanotube and Chopped Carbon Fibers", *Al- Mustansiriya J. Sci*, vol. Vol. 23, p. No 3, 2012.
- [79] I. Evseeva and S. Tanaeva, "Thermophysical properties of epoxy composite materials at low temperatures", *Cryogenics*, vol. 35, no. 4, pp. 277-279, 1995.
- [80] M. R. Tant, J. W. Connell and H. L. N. McManu (Eds), "High-Temperature Properties and Applications of Polymeric Materials", ACS Symposium Series 603, American Chemical Society, USA, 1995.
- [81] J. Yao, J. Teng and J. Chen, "Experimental study on FRP-to-concrete bonded joints", *Composites Part B: Engineering*, vol. 36, no. 2, pp. 99-113, 2005.
- [82] M. Leone, S. Matthys and M. A. Aiello, "Effect of elevated service temperature on bond between FRP EBR systems and concrete", *Composites Part B: Engineering*, vol. 40, no. 1, pp. 85-93, 2009.
- [83] E. Klamer, D. Hordijk and H. Janssen, "The Influence of Temperature on the Debonding of Externally Bonded CFRP", *American Concrete Institute, Special Publication*, vol. 230, pp. 1551-1570, 2005.
- [84] G. Camata, F. Pasquini and E. Spacone, "High temperature flexural strengthening with externally bonded FRP reinforcement", *The 8th International Symposium on Fiber Reinforced Polymer Reinforcement for Concrete Structures, FRPRCS-8*, 2007.
- [85] E. Klamer, D. Hordijk and M. Hermes, "The influence of temperature on RC beams strengthened with externally bonded CFRP reinforcement", *Heron*, vol. 53 (3), p. 157–185, 2008.
- [86] E. L. Klamer, D. A. Hordijk and C. S. Kleinman, "Debonding of CFRP laminates externally bonded to concrete specimens at low and high temperatures", *Third International Conference on FRP Composites in Civil Engineering (CICE 2006) December* 13-15 2006, Miami, Florida, USA, 2006.

- [87] E. Ferrier, L. Michel and A. Larbi, "Comportement mécanique en cisaillement des interfaces composite/béton aux faibles (-40°C) et hautes températures (+80°C)", XXe Rencontres Universitaires de Génie Civil. Chambéry, 2012.
- [88] J. Gamage, R. Al-Mahaidi and M. Wong, "Bond characteristics of CFRP plated concrete members under elevated temperatures", *Composite Structures*, vol. 75, no. 14, pp. 199-205, 2006.
- [89] "AFGC, Réparation et renforcement des structures en béton au moyen des matériaux composites; Recommandations provisoires, documents scientifiques et techniques", *Association Française de Génie civil*, 2003.
- [90] R. Contamine, A. S. Larbi and P. Hamelin, "Contribution to direct tensile testing of textile reinforced concrete (TRC) composites", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 29-30, pp. 8589-8598, 2011.
- [91] ACI Committee 440, "ACI 440.3R-04, Guide Test Methods for Fiber-Reinforced Polymers (FRPs) for Reinforcing or Strengthening Concrete Structures", *American Concrete Institute, ISBN: 9780870311628, 2004*
- [92] "ISO 527-2 : 2012, Plastiques Détermination des propriétés en traction, Partie 2: Conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion", 2012
- [93] V. C. Li, "Engineered Cementitious Composites Tailored Composites Through Micromechanical Modeling", N. Banthia, A. Bentur and A. Mufti, Eds., *Canadian Society* for Civil Engineering, Montreal, 1998, pp. pp. 64-97.
- [94] S. Feih, E. Boiocchi, E. Kandare, Z. Mathys, A. Gibson and A. Mouritz, "Strength degradation of glass and carbon fibres at high temperature", *17th Annual ICCM Conference, Edinburgh, UK*, 2009.
- [95] M. Kruger and H. W. Reinhardt, "Fire resistance", *Textile Reinforced Concrete State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TRC*, 2006.
- [96] "ISO 527-1 : 2012, Plastics Determination of tensile properties, Part 1: General principles", 2012.
- [97] B. C. Goswami, R. D. Anandjiwala and D. M Hall, and Marcel Dekker, "Textile Sizing", *CRC Press, New York, ISBN: 0-8247-5053-5*, 2004.

- [98] J. Brau, "Cours de la Conduction thermique", Dép. Génie Civil et Urbanisme, L'INSA de Lyon, 2006.
- [99] T. Telejko and Z. Malinowski, "Application of an inverse solution to the thermal conductivity identification using the finite element method", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 146, no. 2, pp. 145-155, 2004.
- [100] J. Zueco, F. Alhama and C. Gonzalez-Fernandez, "Inverse determination of temperature dependent thermal conductivity using network simulation method", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 174, no. 13, pp. 137-144, 2006.
- [101] N. Ukrainczyk and T. Matusinovic, "Thermal properties of hydrating calcium aluminate cement pastes", *Cement and Concrete Research*, vol. 40, pp. 128-136, 2010.
- [102] K.-S. Kim, J.-S. Yoo, Y.-M. Yi and C.-G. Kim, "Failure mode and strength of unidirectional composite single lap bonded joints with different bonding methods", *Composite Structures*, vol. 72, no. 4, pp. 477-485, 2006.
- [103] A. Mouritz and A. Gibson, "Fire Properties of Polymer Composite Materials", *G. Gladwell, Ed., Springer*, 2006.
- [104] J.Vlachopoulos and D.Strutt, "Basic heat transfer and some applications in polymer processing", *Plastics Technician's Toolbox*, vol. 2, pp. 21-33, 2002.
- [105] J. R. Welty, C. E. Wicks, R. E. Wilson and G. L. Rorrer, "Fundamentals of Momentum, Heat and Mass Transfer", 5th Edition, John Wiley & Sons, Inc, 2008.