

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Génie Civil
Ref :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: الهندسة المدنية
المرجع:.....

Du diplôme de
Doctorat en :
Génie Civil
Spécialité (Option) :
Modélisation Numérique des Géomateriaux

**Étude multi échelle de l'influence des granulats
sur le comportement de béton soumis à haute
température.**

Présentée par :

Oussama KESSAL

Soutenue publiquement le :17 Décembre 2017

Devant le jury composé de :

M. MELLAS Mekki	Professeur	Président	Université de biskra
M. GUETTALA Abdelhamid	Professeur	Rapporteur	Université de biskra
M.MEZGHICHE Bouzidi	Maitre de Conférences 'A'	Examineur	Université de biskra
M.MESSAOUDENE Ibrahim	Maitre de Conférences 'A'	Examineur	Université bourdj bou arreridj
M.TAALLAH Bachir	Maitre de Conférences 'A'	Examineur	Université de biskra

Remerciements

Le présent travail a été réalisé au sein du Laboratoire de recherche de génie civil 'LRGC' de L'UNIVERSITE DE MOHAMED KHIDER BISKRA.

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur GUETTALA Abdelhamid, mon directeur de thèse, pour ses conseils avant et tout au long de mes cinq années de recherche, de son soutien et de la confiance à mon égard.

Je tiens également à vous remercier chaleureusement les membres du jury, principalement Monsieur MELLAS Mekki qui a accepté d'être le président du jury, à Monsieur MEZGHICHE Bouzidi, Monsieur TAALLAH Bachir et Monsieur MESSAOUDENE Ibrahim qui m'ont fait l'honneur d'être examinateurs de mon travail et ont accepté de consacrer du temps pour la lecture et le jugement de ma thèse.

Mes remerciements s'adressent à Monsieur João Castro Gomes (Full Professor, Coordinator of C-MADE), avec qui j'ai travaillé sur l'analyse microstructural dans Université of Beira Interior, dans le C-MADE Centre of Materials and Building Technologies.

Je voudrais manifester mes remerciements aux personnels enseignants-chercheurs, administratifs et techniques du LRGC

Je tiens également à remercier mes collègues doctorants qui étaient présents au cours de ces années de thèse.

Enfin, je tiens à exprimer toute ma gratitude à toute ma famille pour son soutien indéfectible durant les années de thèse.

LISTE DES NOTATIONS

R_r : résistance résiduelle relative en compression.

R_c : résistance résiduelle en compression.

R_{fr} : résistance résiduelle relative en flexion.

R_f : résistance résiduelle en flexion.

Ca_t : taux d'absorption a une température t.

Cir : Circularité.

Fa : Facteur d'aspect.

Con : Convexité.

D : diamètre maximal des granulats en mm.

MEB : Microscope Electronique à Balayage

T : la température en degré Celsius.

MIP : Mercury Intrusion Porosimetry

EDS : Energy Dispersive Spectroscopy

Résumé :

Les granulats sont l'un des composants les plus indispensables dans la confection du béton, ce dernier peut être soumis à des températures élevées dans le cas extrême d'incendie, alors le bon comportement des granulats sous haute température peut améliorer la stabilité des ouvrages et par conséquent secourir des vies humaines. Les travaux de recherche de cette thèse permettent de contribuer à la compréhension et la connaissance de l'effet des propriétés des granulats dans le béton soumis à une température élevée.

Deux approches, expérimentale et modélisatrice, ont été utilisées afin d'analyser l'influence, à multi-échelles, de différentes natures de granulats sur le comportement du béton soumis à une température élevée. Cette étude se compose de quatre parties comportant l'étude de l'influence de ; la nature minéralogique, la composition chimique, les paramètres morphologiques et le diamètre des granulats sur les caractéristiques du béton soumis à haute température, et finaliser par une analyse micro, méso et microscopiques des granulats et de béton soumis à haute température. Dans la première partie, cinq mélanges de béton ont été confectionnés selon la méthode de Dreux-Gorisse à base de cinq types de granulats avec des natures minéralogiques variantes (calcaire, silico-calcaire et siliceux) ; les bétons sont exposés à quatre cycles de chauffage/refroidissement 400°C, 550°C, 650°C, et 800°C, avec une vitesse de 1°C/min, la nature minéralogique des granulats influe fortement sur le comportement thermo-hydro-mécanique du béton soumis à une température élevée. En effet, les bétons confectionnés avec des granulats siliceux présentent une meilleure stabilité thermique jusqu'à 400°C ; néanmoins, au-delà de 400°C leur résistance en compression diminue plus rapidement comparativement aux bétons avec des granulats calcaires et silico-calcaire. La modélisation statistique confirme l'hypothèse proposée qui concerne l'influence des paramètres morphologiques, de la composition chimique et du diamètre des granulats sur le comportement de béton sous haute température ; des modèles mathématiques ont été tirés en utilisant la méthode du plan d'expérience. La dernière partie est une analyse microstructurale qui comporte l'évolution de la fissuration, les pores et les modifications de la structure interne des bétons en fonction des différentes températures.

Mots clés : granulat, béton, haute température, minéralogie, morphologie, plan d'expérience microstructure.

Abstract:

Aggregates are one of the most essential components in the concrete confection, which can be subjected to high temperatures in the extreme case of fire, so the good behavior of aggregates under high temperature can improve the stability of the structures and consequently saving human lives. The aims of this thesis are to contribute to the understanding and knowledge of effect of the aggregates properties on concrete subjected to high temperature. Two approaches, experimental and modulatory, were used to analyze the multi-scale influence of different aggregate types on the behavior of concrete subjected to high temperature. This study contains four parts involves studying the influence of; mineralogical nature, chemical composition, morphological parameters and aggregate diameter on the characteristics of the concrete subjected to high temperature and finalize by multi-scale analysis of aggregates and concrete subjected to high temperature. In the first part, five concrete mixes were made according to the Dreux-Gorisse method based on five types of aggregates with different mineralogical types (calcareous, silico-calcareous and siliceous); the concretes are exposed to four heating / cooling cycles of 400°C, 550°C, 650°C and 800°C, with speed of 1°C/min, the mineralogical nature of the aggregates strongly influences the thermo-hydro-mechanical properties of concrete subjected to high temperature. Indeed, concretes made with siliceous aggregates have a better thermal stability up to 400°C; nevertheless, above 400°C, their compressive strength decreases more rapidly compared with concretes made with calcareous and silico-calcareous aggregates. Statistical modeling confirms the proposed hypothesis concerning the influence of morphological parameters, chemical composition and aggregate diameter on the behavior of concrete at high temperature; mathematical models were drawn using the method of the experimental plan. The last part is a microstructural analysis that includes the evolution of cracks, pores and changes in the internal structure of concretes according to different temperatures.

Key words: aggregate, concrete, high temperature, mineralogy, morphology and microstructure experimental.

ملخص:

الخصويات هي واحدة من أهم المكونات الأساسية في صناعة الخرسانة، والتي يمكن أن تتعرض لدرجات حرارة عالية في حالات الحرائق. ان السلوك الجيد للخصويات في حالات ارتفاع درجات الحرارة يمكن أن يحسن من استقرار الهياكل الخرسانية وبالتالي إنقاذ الأرواح البشرية. الهدف من هذه الدراسة هو المساهمة في فهم ومعرفة تأثير خصائص الخصويات في الخرسانة عند التعرض لدرجات حرارة مرتفعة.

تم اتباع منهجين في هذه الدراسة، الأول تجريبي والثاني احصائي، استخدمت لتحليل تأثير مختلف أنواع الخصويات ذات المورفولوجيا والتركيبية المعدنية المختلفة على سلوك الخرسانة تحت تأثير درجات حرارة عالية. تتركز هذه الدراسة على أربعة أجزاء تشمل دراسة تأثير الخصائص المورفولوجية، التركيبية المعدنية، التركيبية الكيميائية وقطر الحصى على خصائص الخرسانة المعرضة لدرجات حرارة مرتفعة على عدة مستويات. في الجزء الأول، تم تحضير خمسة أنواع من الخرسانة وفقاً لطريقة **Dreux-Gorisse** باستخدام خمسة أنواع من الخصويات ذات تركيبية معدنية مختلفة الطبيعة (الحصى الجيري، سيليكات الكالسيوم والسليكا)؛ تتعرض الخرسانة لأربع دورات من التسخين / التبريد 400 درجة مئوية، 550 درجة مئوية، 650 درجة مئوية و 800 درجة مئوية بسرعة 1 درجة في الدقيقة. طبيعة التركيبية المعدنية للحصى تؤثر بشدة على السلوك الحراري-الهيدروليكي-الميكانيكي للخرسانة تحت تأثير درجات حرارة عالية. حيث ان، الخرسانة المصنوعة من الحصى السيليكا تكون ذات استقرار أفضل في درجات حرارية تصل إلى 400 درجة مئوية؛ اما بعد 400 درجة مئوية. قوة الضغط تتناقص بسرعة أكبر بالمقارنة مع الخرسانة مع الخصويات الجيرية سيليكات الكالسيوم. ان النمذجة الإحصائية تؤكد الفرضيات المقترحة بشأن تأثير العوامل المورفولوجية والتركيب الكيميائي وقطر الحصى على سلوك الخرسانة عند ارتفاع في درجة الحرارة. وقد استنتجت نماذج رياضية باستخدام المخطط التجريبي. الجزء الاخير هي تحليل التكوين الداخلي الذي يتضمن تطور التشققات والمسام والتغيرات في الهيكل الداخلي للخرسانة تحت تأثير درجات الحرارة المختلفة.

كلمات البحث: الخصويات، الخرسانة، درجة الحرارة، المعادن، مورفولوجيا، النمذجة الإحصائية، التحليل المجهرية

Table des matières

Introduction générale.....	1
<i>CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton</i>	
I.1. INTRODUCTION.....	5
I.2. Principales modifications physico-chimiques du béton :	5
I.1.1. Dans la pâte de ciment :	5
I.1.2. Comportement des granulats sous l'effet de la température	6
I.1.3. L'interface pâte de ciment-granat du béton :	9
I.3. Propriétés mécaniques du béton en fonction de la température :	10
I.1.4. Résistance en compression :	10
I.1.5. Résistance en traction à hautes températures :	12
I.1.6. Module d'élasticité :	13
I.4. Comportement au feu :	13
I.1.7. Ecaillage :	14
I.1.8. Mécanismes du phénomène de l'éclatement du béton chauffé	15
I.5. Conclusion.....	16
<i>CHAPITRE (II) : Les granulats</i>	
II.1. Introduction	17
II.2. DEFINITION	17
II.3. Principales ressources	17
II.3.1. Les granulats naturels.....	17
II.3.2. Les granulats de recyclage et artificiels.	17
II.4. Les roches exploitées pour les granulats naturels :	18
II.4.1. Granulats à partir de la roche sédimentaire	18
II.4.2. Granulats à partir de la roche magmatique.....	18
II.4.3. Granulats à partir de la roche métamorphique :	18
II.5. Les minéraux de base dans les granulats.....	19
Les minéraux de base présentes dans les granulats sont présentés dans le Tableau ci-dessous.	
19	
<i>Silicates</i>	19
Le quartz.....	19
<i>Minéraux non silicatés</i>	20
II.6. Les caractéristiques géométriques des granulats.....	21
II.7. Caractéristiques mécaniques des granulats	21

TABLE DES MATIÈRES

II.8. Caractéristiques physiques des granulats :	23
CHAPITRE (III) : Comportement des roches « Granulats » sous haute température	
III.1. Introduction	25
III.2. Comportement mécanique.....	25
III.3. Effet de la température sur la perméabilité des roches.....	31
III.4. Dilatation thermique des différentes roches.....	32
III.5. Perte de masse des roches :	36
III.6. Modifications minéralogiques des minéraux sous haute température	39
III.6.1. Le quartz.....	39
III.6.2. Calcite.....	40
III.7. Conclusion :	41
CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS	
IV.1. Introduction	42
IV.2. Caractéristiques des matériaux utilisés :	42
IV.2.1. Le ciment	42
IV.2.2. L'eau :	43
IV.2.3. Les granulats	43
IV.2.3.1. Caractéristiques morphologiques.....	44
IV.2.3.1.1. Analyses granulométriques	44
IV.2.3.1.2. Analyses morphologiques	44
IV.2.3.2. Caractéristiques physiques.....	46
IV.2.3.2.1. Masses volumiques	46
Masses volumiques apparentes en vrac.....	46
La masse volumique absolue :	48
La porosité : EN 1097-6	49
La compacité : EN 1097-6	49
L'indice des vides : EN 1097-6.....	49
La résistance à la fragmentation (Essai Los Angeles) : EN 1097- 2.....	50
Degré d'absorption d'eau : EN 1097-6	50
IV.2.3.3. Caractéristique chimique	51
Compositions chimiques Fluorescence X :	51
IV.3. Confection de béton teste	52
IV.3.1. Formulation de béton :	52
IV.3.2. Fabrication et conditionnement des éprouvettes.....	53
IV.3.3. Mode de conservation et durcissement :	54
IV.4. Cycle chauffage /refroidissement.....	54

TABLE DES MATIÈRES

IV.5. PROCEDURES EXPERIMENTALES :	55
IV.5.1. La Résistance mécanique :	55
IV.5.1.1. La résistance à la compression (NF EN 12390-4) :	56
IV.5.1.2. La résistance à la flexion : [NF EN 12390-5] :	57
IV.5.2. Mesure de la Perte de masse :	58
IV.5.3. L’Absorption capillaire NF P18-364 :	59
IV.5.3.1. Le coefficient d’absorption à l’échéance T en (Kg/m ²) :	60
IV.5.4. Analyse microstructurale :	60
IV.5.4.1. Analyse élémentaire par fluorescence X :	60
IV.5.4.2. Analyse minéralogique par diffraction aux rayons X (DRX) :	60
IV.5.5. Observation au microscope polarisant :	61
IV.5.5.1. Préparation des lames mince :	62
1- Le sciage d’éprouvette :	62
2- Le collage sur lame de verre :	62
3- La réalisation d’une lame mince :	63
IV.5.6. Analyse au microscope à balayage (MEB) :	63
IV.5.7. Le proximètre par intrusion de mercure :	64
IV.6. À quoi sert un plan d’expériences ? :	65
IV.6.1. Avantages de plan d’expériences :	66
IV.6.2. Type de plan d’expériences :	66
IV.6.2.1. Plans d’expérience pour facteurs qualitatifs :	66
IV.6.2.2. Plans d’expérience pour facteurs quantitatifs :	66
IV.6.2.3. Plans factoriels :	66
IV.6.2.4. Plans fractionnaires ; :	67
IV.6.2.4.1. Exemple plan fractionnaire :	67
IV.6.3. Méthode de Surface de réponse :	68
IV.6.4. L’analyse de variance :	69
IV.6.4.1. Calcul du carré moyen des facteurs et des interactions :	69
IV.6.4.2. Calcul de la variance résiduelle :	71
IV.6.4.3. Tableau d’analyse de la variance :	72
IV.7. Présentation de JMP :	73
IV.8. Conclusion :	74
<i>CHAPITRE (V) : Effet de la nature minéralogique des granulats sur le comportement de béton soumis à haute température</i>	
V.1. Introduction :	75
V.2. Résistance à la compression :	76

TABLE DES MATIÈRES

V.3.	Résistance résiduelle en flexion	78
V.4.	La perte de masse des bétons :	79
V.5.	La perte de masse des granulats :	80
V.6.	Corrélation entre la perte de masse de béton et les granulats :	82
V.7.	L'absorption capillaire :	82
<i>CHAPITRE (VI) : Effet de la composition chimique des granulats sur le comportement physique et mécanique d'un béton soumis aux hautes températures</i>		
VI.1.	Introduction	86
IV.1.	Matrice d'expérience :	86
VI.2.	Résistance mécanique à la compression :	88
VI.3.	Modélisation statistique de la résistance en compression	89
VI.4.	Résistance mécanique à la flexion :	91
VI.5.	Modélisation statistique de résistance en flexion :	92
VI.6.	Modélisation statistique de la perte de masse :	94
VI.7.	Modélisation statistique de l'absorption capillaire :	96
<i>CHAPITRE (VII) : L'effet des paramètres morphologiques sur le comportement de béton soumis à haute températures</i>		
VII.1.	Introduction	99
VII.2.	Analyse statistique du modèle	101
VII.3.	Analyse de la variance	102
VII.4.	L'effet direct des variables :	105
VII.4.1.	La circularité :	105
VII.4.1.1.	Analyse de la variance	106
VII.4.1.2.	Représentation graphique de la surface de réponse	108
VII.4.2.	La convexité :	110
VII.4.2.1.	Analyse de la variance	111
VII.4.2.2.	Représentation graphique de surface de réponse	113
VII.4.3.	Le facteur d'aspect	114
VII.4.3.1.	Analyse de la variance	116
VII.4.3.2.	Représentation graphique de surface de réponse	118
<i>CHAPITRE (VIII) : : Effet du diamètre des granulats sur le comportement du béton soumis à haute température</i>		
VIII.1.	Introduction	120
VIII.2.	Effet du diamètre des granulats sur la résistance à la compression :	120
VIII.2.1.	Analyse statistique du modèle	121
VIII.2.2.	Représentation graphique de surface de réponse	122
VIII.3.	Effet du diamètre de granulats sur la perte de masse :	123

TABLE DES MATIÈRES

VIII.3.1. Analyse statistique du modèle	123
VIII.3.2. Représentation graphique de surface de réponse	124
<i>CHAPITRE (IX) : Analyses microstructurales des granulats dans le béton soumis à haute température</i>	
IX.1. Introduction	126
Echelle macroscopique :	126
Echelle méso-scopique :	126
Echelle microscopique :	126
IX.2. Echelle macroscopique :	126
IX.2.1. LES GRANUMATS :	126
IX.2.2. Le béton	128
IX.3. Echelle miso-scopique :	132
IX.4. Echelle microscopique	135
IX.4.1. La porosimétrie au mercure	135
IX.4.2. Porosité	135
IX.4.3. La densité apparente :	137
IX.4.4. Le diamètre de pore médian :	138
IX.4.5. Distributions des tailles des pores :	140
IX.5. Observation des granulats au microscope électronique à balayage (MEB) :	147
Conclusion générale	177
Références bibliographiques :	181

Liste des figures

Figure I. 1 : Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment portland au cours de l'échauffement. Valeurs obtenues par la technique de diffraction des neutrons. Castellotea et al. 2004 [cast 2004].	6
Figure I. 2 : Courbes ATD des différents types de granulats [SCHN 1976].	8
Figure I. 3 : Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [FIB 2007].	8
Figure I. 4 : Fissuration de la pâte de ciment pour un béton chauffé à 600°C :	9
Figure I. 5 : Déformations thermiques de bétons formules avec différent granulats. [Past 1984].	9
Figure I. 6 : Différents résultats de résistance à la compression obtenue d'après différents auteurs. [FARE 2009]	11
Figure I. 7 : Résultats des essais de résistance en traction relative obtenus par Thelandersson (1971) [THEL 1971], Felicetti & al (1985) [FELI 1985] et Felicetti & Gambarova (1999) [FELI 1999] comparés à ceux de la DTU et EUROCODE 2.	12
Figure I. 8 : : Rapport du module d'élasticité à chaud et à froid sur le module initial en fonction de la température [DIAS 1990]	13
Figure I. 9 : : Influence de l'écaillage sur la résistance au feu du béton [MUST 1994].	14
Figure I. 10 : Résultats des essais expérimentaux des bétons ordinaires et des bétons à haute performance [ALI 2002].	14
Figure III. 1: Courbes contrainte-déformation du calcaire d'Euville à différentes températures. [Homa 1986].	26
Figure III. 2 : Essais de compression uniaxiale sur un marbre préfissuré thermiquement à...	26
Figure III. 3: Évolution de performance d'un marbre et d'un calcaire en fonction de la température. a) variation du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport modules d'Young, [ZHAN 2009].	27
Figure III. 4: Variation des performances mécaniques sous température des roches de la famille des granites en fonction de la température. a) variation du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression [Homa 1986]	28
Figure III. 5: Évolution de la performance des grès en fonction de la température.	28
Figure III. 6: Comparaison des propriétés mécaniques de deux grès différents en fonction de la température. a) évolution du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport des modules d'Young [ZHAN 2009] [Rao 2007].	29
Figure III. 7: Évolution de la ténacité de roches siliceuses après le traitement thermique [DOMA 1992].	29
Figure III. 8: Perméabilité du grès de Berea sous température [WEIN 1975].	31
Figure III. 9: Perméabilité d'un calcaire à graine fins sous température Shmocnov [SHMO 1994].	32
Figure III. 10: Perméabilité d'un marbre sous température Shmocnov [SHMO 1994].	32
Figure III. 11: Coefficients d'expansion volumique de quartz monocristal, de quartz broyé en poudre et de Chert [SORR 1974]	34
Figure III. 12: Modèle de l'inclusion sphérique (α_i : dilatation thermique de l'inclusion, α_m : dilatation thermique de la matrice) [HETT 1996].	35

LISTE DES FIGURES

Figure III. 13: Dilatation thermique volumique (α_V) de différentes roches en fonction de la température [Homa 1986].	35
Figure III. 14: ATG et ATD courbes de granulats [ROBE 2009].	37
Figure III. 15: Variation de poids en fonction de la température, a) roches carbonatées ; b) roches de la famille des granites ; c) grès. [Homa 1986]	38
Figure III. 16: Diagramme de phase du slice [ELER 2002].	39
Figure III. 17: Les diagrammes de XRD de calcite calcinée à différentes températures [DEER 1992].	40
Figure IV. 1: Analyse granulométriques.	44
Figure IV. 2 : Mesure de facteur d'aspect.	45
Figure IV. 3: Mesure de la convexité [TALE 2000]	45
Figure IV. 4: Fenêtre principale d'ImageJ.	46
Figure IV. 5: Cycle chauffage/ refroidissement.	55
Figure IV. 6: Four à moufle	55
Figure IV. 7: Dispositif de mesure des propriétés mécaniques en compressions	57
Figure IV. 8: Dispositif de mesure des propriétés mécaniques à la flexion.	58
Figure IV. 9: Dispositif de mesure l'absorption capillaire.	59
Figure IV. 10: Vue d'ensemble du diffractomètre de l'université de Biskra.	61
Figure IV. 11 Le microscope polarisant.	62
Figure IV. 12: Préparation des lames mince.	63
Figure IV. 13: Vue d'ensemble SEM HITACHI S.3400N.	64
Figure IV. 14: Autopore IV, Micromeritics.	65
Figure V. 1: Évolution de la résistance en compression des bétons en fonction de la température de chauffage, 1) valeur de résistance résiduelle relative ; 2) valeur de résistance résiduelle.	77
Figure V. 2: Évolution de la résistance en flexion des bétons en fonction de la température de chauffage, 1) valeur de la résistance résiduelle relative, 2) valeur de la résistance résiduelle.	79
Figure V. 3: Évolution de la perte de masse des bétons en fonction de la température de chauffage	80
Figure V. 4: Évolution de la perte de masse des granulats en fonction de la température de chauffage.	81
Figure V. 5 : Corrélation ente la perte de masse de béton (%) et la perte de masse des granulats.	82
Figure V. 6 : Variation du taux d'absorption en fonction de la racine carre du temps pour les différents mélanges aux diffèrent cycles de températures.	83
Figure V. 7: Variation du coefficient d'absorption de différents mélanges en fonction des différents cycles de température.	84
Figure VI. 1 : Résistance en compression a (7et 28 jours).	88
Figure VI. 2 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	89
Figure VI. 3: L'évolution des résistances résiduelles a la compression en fonction de la température de chauffage.	91
Figure VI. 4: Résistance en flexion (7et 28 jours).	91
Figure VI. 5: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	92

LISTE DES FIGURES

Figure VI. 6: L'évolution des résistances résiduelles a la flexion en fonction de la température de chauffage.	93
Figure VI. 7: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	94
Figure VI. 8: Évolution de la perte de masse en fonction de la température de chauffage.....	95
Figure VI. 9: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	96
Figure VI. 10: Évolution de l'absorption capillaire en fonction de la température de chauffage et le pourcentage de CaO.	98
Figure VII. 1: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.....	101
Figure VII. 2 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.....	105
Figure VII. 3: Représentation graphique de surface de réponse	109
Figure VII. 4: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.....	110
Figure VII. 5: Représentation graphique de surface de réponse	114
Figure VII. 6: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.....	115
Figure VII. 7 : Représentation graphique de surface de réponse.	118
Figure VIII. 1 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	121
Figure VIII. 2: La surface de réponses associées au modèle de diamètre des granulats en fonction de la résistance à la compression.	122
Figure VIII. 3: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	123
Figure VIII. 4 : la surface de réponses associées au modèle de diamètre des granulats en fonction de la perte de masse.	125
Figure IX. 1: Observation visuelle de la texture des granulats sous haute température.....	127
Figure IX. 2: Observation de la fissuration des granulats siliceux chauffés à 650°C.....	127
Figure IX. 3: Observation des granulats calcaire chauffés à 800°C.....	128
Figure IX. 4: Observation visuelle de la texture des bétons sous haute température.....	129
Figure IX. 5: Observation visuelle de la texture des bétons sous haute température.....	131
Figure IX. 6: Observation microscopique de lame mince des bétons soumis haute température.	134
Figure IX. 7: Évolution de la porosité des bétons en fonction de la température de chauffage,	136
Figure IX. 8 : Évolution de la porosité des bétons en fonction de la température de chauffage,	138
Figure IX. 9: Évolution de diamètre de pore médian des bétons en fonction de la température de chauffage.	139
Figure IX. 10: 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G1).....	142
Figure IX. 11: 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G2).....	143
Figure IX. 12: 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution	

LISTE DES FIGURES

des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G3).....	144
Figure IX. 13 : 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G4).....	145
Figure IX. 14 : 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G4).....	146
Figure IX. 15 : Images MEB correspondant à béton G1 a 25 °C (avant chauffage).....	148
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1.....	148
Identification EDS et spectres correspondant à béton G1	148
Figure IX. 16 : Images MEB correspondant à béton G2 a 25 °C (avant chauffage).....	149
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2.....	149
Identification EDS et spectres correspondant à béton G2	149
Figure IX. 17 : Images MEB correspondant à béton G3 a 25 °C (avant chauffage).....	150
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3.....	150
Identification EDS et spectres correspondant à béton G3	150
Figure IX. 18 : Images MEB correspondant à béton G4 a 25 °C (avant chauffage).....	151
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4.....	151
Identification EDS et spectres correspondant à béton G4	151
Figure IX. 19 : Images MEB correspondant à béton G5 a 25 °C (avant chauffage).....	152
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5.....	152
Identification EDS et spectres correspondant à béton G5	152
Figure IX. 20 : Images MEB correspondant à béton G1 a 400 °C	154
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1.....	154
Identification EDS et spectres correspondant à béton G1	154
Figure IX. 21 : Images MEB correspondant à béton G2 a 400 °C	155
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2.....	155
Identification EDS et spectres correspondant à béton G2	155
Figure IX. 22 : Images MEB correspondant à béton G3 a 400 °C	156
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3.....	156
Identification EDS et spectres correspondant à béton G3	156
Figure IX. 23 : Images MEB correspondant à béton G4 a 400 °C	157
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4.....	157
Identification EDS et spectres correspondant à béton G4	157
Figure IX. 24 : Images MEB correspondant à béton G5 a 400 °C	158
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5.....	158
Identification EDS et spectres correspondant à béton G5	158
Figure IX. 25 : Images MEB correspondant à béton G1 a 550 °C	160
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1.....	160
Identification EDS et spectres correspondant à béton G1	160
Figure IX. 26 : Images MEB correspondant à béton G2 a 550 °C	161
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2.....	161
Identification EDS et spectres correspondant à béton G2	161
Figure IX. 27 : Images MEB correspondant à béton G3 a 550 °C	162

LISTE DES FIGURES

Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3.....	162
Identification EDS et spectres correspondant à béton G3	162
Figure IX. 28 : Images MEB correspondant à béton G4 a 550 °C	163
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4.....	163
Identification EDS et spectres correspondant à béton G4	163
Figure IX. 29 : Images MEB correspondant à béton G5 a 550 °C	164
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5.....	164
Identification EDS et spectres correspondant à béton G5	164
Figure IX. 30 : Images MEB correspondant à béton G1 a 650 °C	166
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1.....	166
Identification EDS et spectres correspondant à béton G1	166
Figure IX. 31 : Images MEB correspondant à béton G2 a 650 °C	167
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2.....	167
Identification EDS et spectres correspondant à béton G2	167
Figure IX. 32 : Images MEB correspondant à béton G3 a 650 °C	168
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3.....	168
Identification EDS et spectres correspondant à béton G3	168
Figure IX. 33 : Images MEB correspondant à béton G4 a 650 °C	169
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4.....	169
Identification EDS et spectres correspondant à béton G4	169
Figure IX. 34 : Images MEB correspondant à béton G5 a 650 °C	170
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5.....	170
Identification EDS et spectres correspondant à béton G5	170
Figure IX. 35 : Images MEB correspondant à béton G1 a 800 °C	172
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1.....	172
Identification EDS et spectres correspondant à béton G1	172
Figure IX. 36 : Images MEB correspondant à béton G2 a 800 °C	173
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2.....	173
Identification EDS et spectres correspondant à béton G2	173
Figure IX. 37 : Images MEB correspondant à béton G3 a 800 °C	174
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3.....	174
Identification EDS et spectres correspondant à béton G3	174
Figure IX. 38 : Images MEB correspondant à béton G4 a 800 °C	175
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4.....	175
Identification EDS et spectres correspondant à béton G4	175
Figure IX. 39 : Images MEB correspondant à béton G5 a 800 °C	176
Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5.....	176
Identification EDS et spectres correspondant à béton G5	176

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. 2 : hypothèse su l'évolution de la résistance en compression en fonction de la température [PLIY 2010]	11
Tableau II. 1: Les minéraux de base dans les granulats.	19
Tableau II. 2: Résistance à la compression et densité des roches [LETO1971].	22
Tableau II. 3: Caractéristiques mécaniques des granulats [Baro 1982]	23
Tableau II. 4: Densités (ρ et des perméabilités de différente roche).	23
Tableau II. 5: Porosités pour différents types de roche [COST 1981].	24
Tableau III. 1: Evolution de la ténacité des roches siliceuses avec le traitement thermique [DOMA 1992].	30
Tableau III. 2: Dilatation thermique de la calcite et du quartz.	33
Tableau III. 3: Pertes de masse de différents granulats [ROBE 2009].	37
Tableau IV. 1 : Composition minéralogique du ciment portland composé (% massique).....	42
Tableau IV. 2: Analyse chimique élémentaire du ciment portland composé (% massique)...	42
Tableau IV. 3: Les propriétés physiques et mécaniques de ciment utilisé.	42
Tableau IV. 4: Résultats de l'analyse chimique de l'eau utilisée.	43
Tableau IV. 5 : Résultats des paramètres morphologiques des 5 types de granulats.	46
Tableau IV. 6: La masse volumique apparente (γ) du granulat [(0/3), (3/8), (8/15) et (15/25)].	47
Tableau IV. 7: La masse volumique absolue(ρ_{abs}) du granulat [(0/3), (3/8), (8/15) et (15/25)].	48
Tableau IV. 8: Porosité, compacité et indice des vides du granulat.	49
Tableau IV. 9 : Résultats d'essai de Los Angeles du gravier utilisé.	50
Tableau IV. 10: Degré d'absorption d'eau des agrégats (3/8), (8/15) et (15/25).	50
Tableau IV. 11: La composition chimique des différents granulats.	51
Tableau IV. 12: Composition d'un mètre cube des bétons étudiés.	52
Tableau IV. 13: Composition d'un mètre cube des bétons étudiés.	53
Tableau IV. 14: Matrices d'expériences d'un plan complet.	67
Tableau IV. 15: matrices d'expériences d'un plan fractionnaire.	68
Tableau IV. 16 : Tableau d'analyse de variance de screening.	72
Tableau V. 1: Résistances résiduelles et relatives en compression du béton.	76
Tableau V. 2: Résistances résiduelles à la flexion des bétons étudiés.	78
Tableau V. 3 : Valeurs de la perte de masse moyenne et de l'écart type pour les bétons soumis à haute température.	79
Tableau V. 4 : Pertes de masse des différents types de granulats.	81
Tableau V. 5 : Variation du coefficient d'absorption de différents mélanges en fonction des différents cycles de température.	84

LISTE DES TABLEAUX

Tableau VI. 1: La matrice d'expériences.	87
Tableau VI. 2 : Résumé de l'ajustement.....	89
Tableau VI. 3: Analyse de la variance.	89
Tableau VI. 4 : Estimations des coefficients triés.....	90
Tableau VI. 5: Résumé de l'ajustement.....	92
Tableau VI. 6 : Analyse de la variance.	92
Tableau VI. 7: Estimation des coefficients triés.	93
Tableau VI. 8 : Résumé de l'ajustement.....	94
Tableau VI. 9: Analyse de la variance.	94
Tableau VI. 10: Estimations des coefficients triés.....	95
Tableau VI. 11: Résumé de l'ajustement.....	96
Tableau VI. 12: Analyse de la variance.	97
Tableau VI. 13: Estimations des coefficients triés.....	97
Tableau VII. 1: Les paramètres morphologiques des granulats.	99
Tableau VII. 2: Bornes des facteurs utilisés pour la surface de réponse.....	99
Tableau VII. 3: Matrice d'expériences.....	100
Tableau VII. 4: Résumé de l'ajustement.....	102
Tableau VII. 5: Analyse de la variance.	102
Tableau VII. 6: Tests des effets pour la réponse de résistance mécanique à la compression.	103
Tableau VII. 7: Tests des effets pour la réponse de coefficient d'absorption.....	103
Tableau VII. 8: Tests des effets pour la réponse de résistance mécanique à la flexion.	104
Tableau VII. 9: Tests des effets pour la réponse de perte de masse.....	104
Tableau VII. 10: Résumé de l'ajustement.....	106
Tableau VII. 11: Analyse de la variance.	106
Tableau VII. 12: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.	107
Tableau VII. 13: Tests des effets pour la réponse de coefficient de l'absorption capillaire. .	107
Tableau VII. 14: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.....	108
Tableau VII. 15: Tests des effets pour la réponse de la résistance en flexion.	108
Tableau VII. 16: Résumé de l'ajustement.....	111
Tableau VII. 17: Analyse de la variance.	111
Tableau VII. 18: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.	112
Tableau VII. 19: Tests des effets pour la réponse du coefficient d'absorption capillaire.....	112
Tableau VII. 20: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.....	113
Tableau VII. 21: Tests des effets pour la réponse de l'absorption capillaire.	113
Tableau VII. 22 : Résumé de l'ajustement.....	115
Tableau VII. 23: Analyse de la variance.	116
Tableau VII. 24: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.	117
Tableau VII. 25: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.....	117
Tableau VII. 26: Tests des effets pour la réponse de la résistance en flexion.	117
Tableau VII. 27: Tests des effets pour la réponse de Coefficient d'absorption capillaire.	117

LISTE DES TABLEAUX

Tableau VIII. 1: Matrice d'expériences.	120
Tableau VIII. 2: Résumé de l'ajustement.	121
Tableau VIII. 3: Analyse de la variance.	121
Tableau VIII. 4: Teste des effets.	122
Tableau VIII. 5: Résumé de l'ajustement.	123
Tableau VIII. 6: Analyse de la variance.	124
Tableau VIII. 7: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.	124
Tableau IX. 1: Porosité des bétons testés en fonction du type de granulats et du cycle thermique.	136
Tableau IX. 2 : Densité apparente des bétons testés en fonction du type de granulats et du cycle thermique.	137
Tableau IX. 3 : Le diamètre de pore médian des bétons testés en fonction du type de granulats et du cycle thermique.	138

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Dans les dernières décennies les méga projets lancés en Algérie comportent plusieurs tunnels tels que (les tenus dans l'autoroute est-ouest 18 km de longueur, le métro d'Alger 13.5km). Pour éviter des catastrophes telles que ce qui est arrivé dans les incendies de *Gotthard*, *24 Octobre, 2001* ; *Mont Blanc, 24 Mars 1999* ; *The Channel 18, Novembre 1996* et la tour *Windsor (Madrid 2005)*, Le bon comportement de béton doit être confirmé à plusieurs reprises malgré les conditions extrêmes de la température. Les bétons sont des matériaux sensibles vis-à-vis les sollicitations thermiques. L'élévation de la température a de nombreuses conséquences, Parmi ces conséquences nous pouvons citer le retrait de dessiccation, la dilation thermique, le fluage et les transformations minéralogiques.

La plupart des études sur l'endommagement thermiques se sont intéressés à la pâte de ciment bien que les granulats présentent un volume compris entre 75% à 85% du volume total du béton ; ces derniers jouent un rôle important dans le comportement du béton, car ils constituent le squelette granulaire par lequel sont transmis les efforts.

Sous l'effet de la température, des modifications majeures des propriétés des granulats ont été observés ; ces modifications provoquent des dégradations au sein de béton. Cependant plusieurs questions restent encore à poses ; notamment en ce qui concerne l'effet des différentes caractéristiques des granulats sur le comportement de béton soumis à haute température.

L'objectif de ce travail de recherche est d'étudier l'influence de certaines propriétés des granulats sur le comportement des béton soumis à haute température selon deux approches, en premier lieu l'approche expérimentale permettant de déterminer l'effet de la nature minéralogique des granulats dans le béton a plusieurs échelles ; microscopique, macroscopique et misoscopique, et en second lieu par une approche modélisatrice utilisant le plan d'expérience afin de mieux comprendre l'effet de la composition chimique ,la géométrie et les paramètres morphologiques des granulats constituant le béton soumis à haute température.

Les travaux ont été réalisés dans le laboratoire de recherche de génie civil 'LRGC' de L'UNIVERSITE DE MOHAMED KHIDER BISKRA en collaboration avec le laboratoire de génie civil de L'UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI, BORDJ BOU ARRERIDJ et le Centre De Technologie De Matériaux Et De Structure 'C-MADE' de UNIVERSITE DE BEIRA INTERIOR.

L'approche expérimentale vise à contribuer à la compréhension de l'effet de plusieurs types de granulats (cinq types) de diffèrent nature minéralogique ; calcaire, siliceux et silico-calcaire,

INTRODUCTION GÉNÉRALE

soumis au cycles chauffage/refroidissement. La campagne d'essais sont réalisés sur des bétons formuler suivant la méthode de Dreux-Gorisse et aussi sur des échantillons de granulats afin de bien comprendre les phénomènes à plusieurs échelles ;

-Macroscopique : les différents points étudier à l'échelles macroscopique sont ; le comportement mécanique, l'évolution de la macro porosité évaluée avec l'essai de l'absorption capillaire et l'évolution de la propriété physique « perte de masse », d'un autre cote on a pu aussi constater un changement de l'aspect visuel tell que ; l'éclatement, l'expansion thermique notamment pour les granulats siliceux et aussi les fissures superficiel avant et après l'exposition au sollicitation thermique.

-Micoscopique : ce niveau s'intéresse au développement des fissures dans la zone de transitions pate-granulats sur laquelle les sollicitations thermiques influent fortement. Les observations obtenues à l'aide du microscope polarisant nous a permis de bien comprendre le comportement contradictoire de la pâte de ciment par rapport à celle des agrégats vis-à-vis au cycle chauffage refroidissement.

-Microscopique : cette échelle comporte la mesure de la largeur des fissures se développant sur la surface et à l'intérieure des éprouvettes chauffées sur des observations au Microscope Electronique à Balayage MEB et aussi l'évolution de la microporosité à l'aide d'un microporosimètre au mercure. En outre l'évolution de la composition chimique est analysée avec l'EDS (EDS - ang. Energy Dispersive Spectoscopy) et aussi la visualisation d'une carte de répartition des éléments chimiques composant les échantillons testes projeter sur une image pour mieux comprendre l'évolution microscopiques au cours des expositions thermiques.

En second lieu, l'approche modélisatrice se base sur des analyses statistiques suivant une méthode de surface de réponse afin de déterminer l'effet de la composition chimiques, les paramètres morphologique et géométriques des granulats dans le béton soumis à haute température. Le choix des paramètres étudier pour l'analyse statistique est basé sur :

- la composition chimique, on a opté pour les taux les plus élevé composant les granulats qui sont la silice et le calcaire.

- Le diamètre des granulats a été défini comme paramètre géométrique.

- Trois paramètres morphologiques peuvent influencer le comportement du béton sous haute température ont été choisis ; la circularité, le facteur d'aspect et la convexion déterminé par un logiciel de traitement d'image (IMAGE J) afin de quantifier les paramètres morphologiques.

La modélisation statistique a été effectué par un logiciel nommé « JPM » afin d'arriver à des lois de comportement, surface de réponse est le facteur le plus influant sur les réponses étudier ;

INTRODUCTION GÉNÉRALE

comportement mécanique (flexion et compression), propriétés physiques (perte de masse et l'absorption capillaire).

Ce travail est structuré en trois grandes parties ; la première partie est consacrée à l'étude bibliographique, la deuxième partie porte sur la partie expérimentale et la dernière sur l'analyse des résultats obtenus.

Partie I : étude bibliographique :

Cette partie est une revue de la littérature des travaux de recherches sur le comportement de béton sous haute température, il sera divisé en trois chapitres, le premier portera sur l'effet de la haute température sur la microstructure du béton.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons une description générale des granulats.

En fin le troisième chapitre est consacré à une synthèse des travaux de comportement des roches (granulats) sous haute température.

Partie II : matériaux matériels et essais :

La deuxième partie présente les différents matériaux, matériels et méthodes d'essais utilisés suivie par une définition de méthode de plan d'expériences.

Partie III : Les résultats expérimentaux :

Les résultats expérimentaux obtenus, sont présentés et discutés dans la troisième partie.

Dans cette partie nous avons abordé l'étude de l'influence de la : nature minéralogique, composition chimique, paramètres morphologiques, des granulats sur le comportement de béton soumis à haute température

Des résultats des analyses microscopiques, macroscopiques et microscopiques ont été présentés dans cette partie.

Notre travail de recherches est organisé autour d'une série d'études expérimentales selon les étapes présentées ci-dessous :

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Partie I : étude bibliographique

Principales modifications
physico-chimiques du béton

Les granulats

Comportement des roches
sous haute température béton

Partie II : matériaux matériels et essais

Caractéristiques des
matériaux utilisés

Cycle
Chauffage/Refroidissement

Procédures expérimentales

Partie III : Les résultats expérimentaux

Effet de la nature minéralogique des granulats sur le comportement de béton soumis à haute température

Effet de composition chimique des granulats sur le comportement physique et mécanique d'un béton soumis aux hautes températures

Effet des paramètres morphologiques sur le comportement de béton soumis à haute température

Effet du diamètre de granulats sur le comportement de béton soumis à haute température

Analyses microstructurales de granulats et de béton soumis à haute température

PARTIE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

La présente partie est consacrée à l'analyse bibliographique des travaux de recherches sur le comportement de béton sous haute température, elle sera divisée en trois chapitre, la première partie portera sur l'effet de haute température sur la microstructure du béton ; le deuxième chapitre sur la description des granulats et en fin le troisième chapitre sur le comportement des roches (granulats) sous haute température.

**CHAPITRE (I) : Effet de haute
température sur la microstructure du
béton**

I.1. INTRODUCTION

En cours de l'échauffement du béton, on observe de nombreux phénomènes physico-chimiques et des transformations qui modifient sa microstructure. Dans le premier chapitre, nous présentons les principales modifications physico-chimiques du béton : granulats et pâte de ciment et les modifications des propriétés mécaniques en fonction de la température

I.2. Principales modifications physico-chimiques du béton :

I.1.1. Dans la pâte de ciment :

Au sien de pate de ciment des nombreuses réactions chimiques se produisant pendant l'échauffement. La synthèse des résultats de plusieurs auteurs (L. Alarcon-Ruiz ; A. Noumowe ; M. Castellotea ; C.Alonso ;Z.P. Bažant I. Gaweska Hager) [Alar 2005], [Noum 1995], [cast 2004], [Alon 2004], [Baža 1996] , [Hage 2004] nous permet de mettre en évidence les processus suivants :

- Entre 30 et 105 °C, l'eau libre et l'eau adsorbée s'évaporent Alarcon [Alar 2005], L'eau non liée serait complètement éliminée à 120°C Noumowe [Noum 1995].
- Castellotea [cast 2004] montre aussi une décomposition de l'ettringite et son élimination complète avant 100°C.
- Entre 130°C et 170°C : a lieu la double réaction endothermique de décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d'après Noumowe [Noum 1995], et Alarcon [Alar 2005],
- Les premiers signes de destruction du C-S-H sont remarqués bien avant à 100°C et se poursuivent jusqu'à 300°C [cast 2004], [Alon 2004]. D'après Castellotea [cast 2004] : le gel C-S-H se déshydrate essentiellement en $\beta - \text{C}_2\text{S}$, $\beta - \text{CS}$ et en eau d'après Bažant [Baža 1996],
- Entre 450°C et 550°C, la portlandite se décompose en eau et en chaux libre selon la réaction suivante :
$$\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$$
- Autour de 570°C : transformation des granulats quartziques de la phase α a la phase β . Il est à noter que cette réaction est expansive. [Baža 1996], [Hage 2004].
- Entre 600°C et 700°C se produit la seconde étape de la décomposition du *CSH* au sein du béton. On a donc une nouvelle phase d'évacuation de l'eau liée chimiquement [Noum 1995],
- Entre 700°C-900°C décomposition endothermique du calcaire. L'équation de cette décomposition est : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ [Alon 2004].
- La fusion de la pâte et des agrégats s'amorce à partir de 1100°C.

CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton

Les transformations des principaux composants de la pâte de ciment Portland au cours de l'échauffement sont présentées sur la Figure (I.1) et proviennent de la publication de *Castelleone et al. 2004* [cast 2004]. L'évolution de la composition de la pâte au cours de l'échauffement a été déterminée grâce à la technique de la diffraction des neutrons à l'ESRF de Grenoble (European Synchrotron Radiation Facility). Le cycle de chauffe appliqué était de 1°C/min jusqu'à 700°C. Les six composants de base ont été étudiés : portlandite, ettringite, calcite, larnite, silicate de calcium hydraté (gel CSH) et CaO.

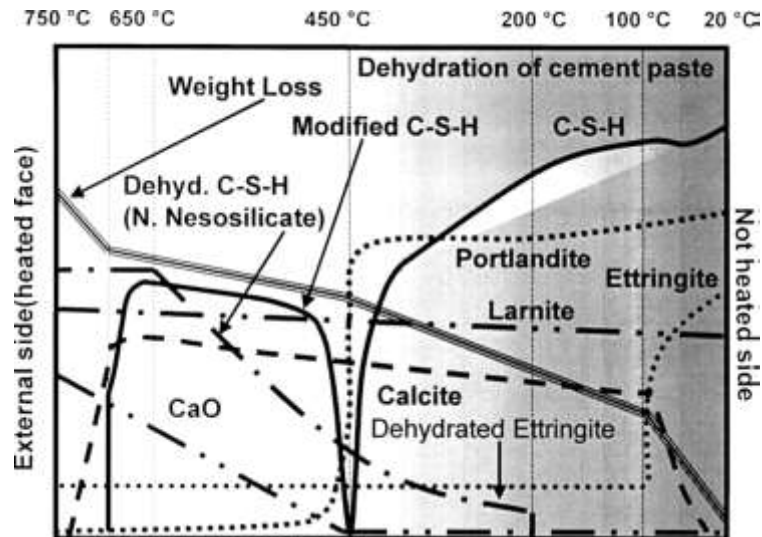


Figure I. 1 : Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment portland au cours de l'échauffement. Valeurs obtenues par la technique de diffraction des neutrons. Castellotea et al. 2004 [cast 2004].

Sur cette figure, il est clair que ; L'ettringite se décompose avant le 100°C et aussi le début de la déshydratation du gel CSH commence avant 100°C. Ceci signifie que le séchage à 105°C utilisé habituellement pour faire partir l'eau libre de la pâte de ciment, provoque la déshydratation du CSH, c'est-à-dire modifie la structure de la pâte de ciment. La déshydratation de la portlandite qui devient significative à 500°C est accompagnée naturellement de l'augmentation de la quantité de CaO.

I.1.2. Comportement des granulats sous l'effet de la température

Les granulats représentant environ 60 à 80% du volume du béton et constituent son squelette. À haute température, les granulats se décomposent et subissent des transformations chimiques et minéralogiques importantes qui modifient les caractéristiques microstructurales du béton.

Il existe plusieurs types de granulats, qui se différencient par leur composition chimique, physique et minéralogique, peuvent être utilisées : calcaire, siliceux, silico-calcaire, grès, basalte, argile expansée. Ces différents types de granulats peuvent avoir des comportements différents à haute température selon leur composition.

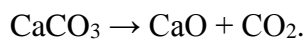
- Comportement de différents types de granulats

1- Granulats siliceux :

- Entre 120 et 600°C, l'eau adsorbée est partiellement libérée, ce qui provoque un clivage et une réduction de la résistance des granulats.
- A 575°C, il se produit la transformation allotropique du quartz. Cela correspond au passage brusque du domaine où l'une des formes du quartz α est stable à celui où c'est une autre forme β qui le devient. En effet, avant cette température, le quartz α est sous forme d'un édifice tétraédrique et subit une légère rotation pour former une structure cristalline de symétrie hexagonale, correspondant à du quartz β . Cette variation de structure provoque un endommagement dans le béton [Schn 1981]. Cette transformation s'accompagne d'un gonflement du granulat de l'ordre de 1 à 1.4%. [Hage 2004]

2- Les granulats calcaires

- Le comportement thermique est plus stable jusqu'à 700°. Au-delà de cette température, on assiste à la décarbonatation du calcaire :



Cela entraîne une déstructuration du granulat. Le monoxyde de calcium relâché peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite. Cette réaction entraîne un gonflement, donc un accroissement de fissures dans le béton qui est sans doute à l'origine des diminutions de résistances observées [Khou 1984], [Dias 1990].

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

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

Une analyse thermique différentielle (ATD) présentée par la Figure (I.2) permet de déterminer, par des pics endothermiques et exothermiques, les températures auxquelles une instabilité peut survenir dans les granulats. Les analyses thermogravimétriques (ATG), donnent des indicateurs de la progression des réactions de décomposition en mesurant les variations de masse des granulats au cours du chauffage. [SCHN 1976]

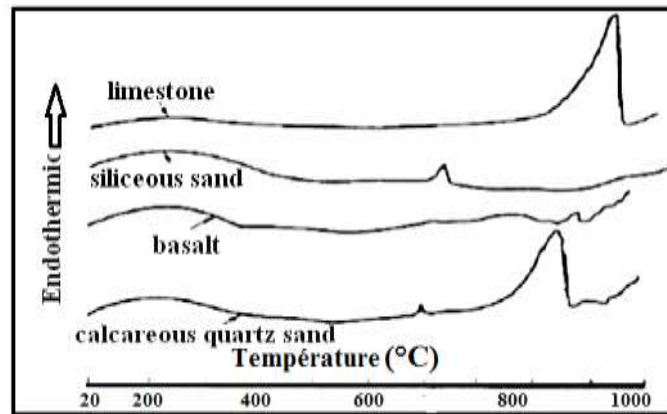


Figure I. 2 : Courbes ATD des différents types de granulats [SCHN 1976].

La figure (I.3) présente la stabilité minéralogique de divers granulats sous l'effet de sollicitations thermiques. Les granulats étudiés [FIB 2007] peuvent présenter un caractère instable. Dans cette étude, les granulats légers possèdent une bonne stabilité thermique jusqu'à 1000°C. Par contre, les granulats calcaires, siliceux et silico-calcaires sont instables dès 550°C.

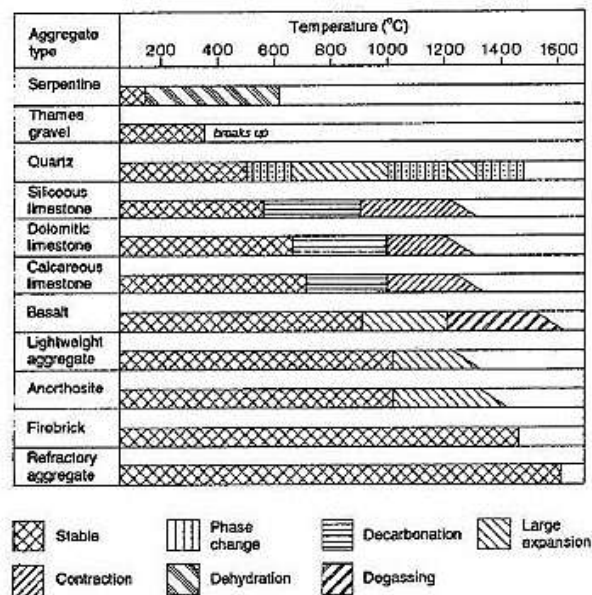


Figure I. 3 : Etude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température [FIB 2007].

La figure (I.4) montre des photos de microscopie électronique à balayage pour des bétons chauffés jusqu'à 600°C, comprenant différents types de granulats [Hage 2004]. Ils ont observé différents types de fissuration suivant le type de granulats présents :

- Des fissures transgranulaires (pour les granulats quartz),
- Des fissures autour de ces granulats (pour les trois types de granulats) ;
- Des fissures radiales allant d'un granulat à l'autre (pour les granulats silico-calcaires).

Ainsi, la distribution granulaire et le type de granulats ont un rôle important à jouer dans la fissuration du béton à hautes températures. [Hage 2004]

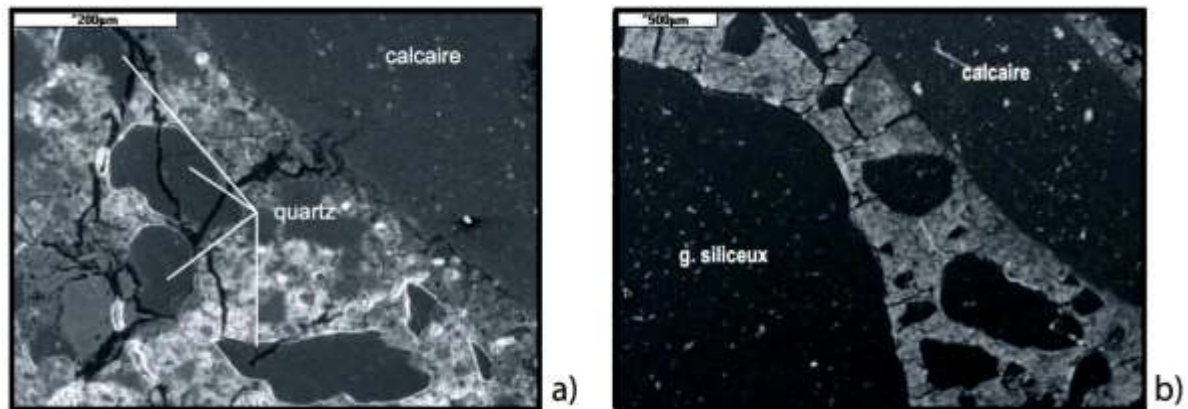


Figure I. 4 : Fissuration de la pâte de ciment pour un béton chauffé à 600°C :

(a) Granulats calcaires et quartz, (b) Granulats silico-calcaires [Hage 2004].

I.1.3. L'interface pâte de ciment-granulat du béton :

La liaison qui s'établit au cours de l'hydratation entre la pâte de ciment et les granulats se traduit par une zone de pâte particulière appelée "auréole de transition" ou interface pâte/granulats [Maso 1980].

Tous les éléments constituant le béton subissent avec la température des modifications physiques et chimiques. Concernant la matrice cimentaire et les granulats, des comportements opposés sont observés. Au-delà de 105°C, la matrice cimentaire subit généralement un retrait tandis que les granulats subissent une expansion. Ce comportement oppose engendre une microfissuration [BLUN 1976].

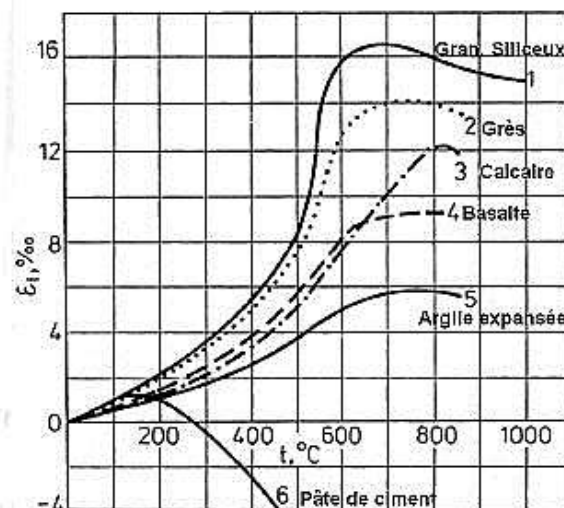


Figure I. 5 : Déformations thermiques de bétons formules avec différents granulats. [Past 1984]

La déformation thermique des bétons composés de granulats légers sont les plus faibles, tandis que celles des granulats siliceux sont les plus importantes (figure I.5) [Past 1984]. Donc la

CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton

nature du granulat a une incidence sur la déformation thermique, et par conséquent sur l'incompatibilité pâte-granulats parallèlement à cette incompatibilité, les hautes températures entraînent le départ d'eau (libre, liée, adsorbée) contenue dans les pores et dans les hydrates. Or, au niveau de l'auréole de transition, cette déshydratation détériore rapidement les liaisons créées entre les granulats et la pâte de ciment, cela entraîne l'apparition de microfissuration.

I.3. Propriétés mécaniques du béton en fonction de la température :

I.1.4. Résistance en compression :

L'essai de résistance à la compression résiduelle, est l'un des essais les plus couramment utilisés pour décrire l'évolution des propriétés mécaniques du béton avec la température.

La comparaison entre la résistance à la compression en fonction de la température de chauffage de différents auteurs ont montrés que la plupart des bétons indique une diminution de la résistance avec l'augmentation de température figure I.6.

Entre 100 et 200°C on observe soit des gains, soit des pertes de résistance. Mais, pour la plupart des bétons, la tendance tend vers une perte de résistance.

Cette diminution serait due à une dégradation de la cohésion des forces de Van der Waals entre les feuillettes des C-S-H. c'est la dilatation thermique de l'eau qui est responsable de cette diminution des forces à cause de l'écartement des feuillettes de C-S-H. Elle ajoute également que des pressions de vapeur d'eau peuvent entraîner des contraintes internes sur le squelette non négligeable. [Hage 2004]

Entre 250 et 350°C, l'évolution de la résistance à la compression est également délicate à analyser ; on constate soit une augmentation, soit une diminution de la résistance.

Pour expliquer cela, plusieurs hypothèses sont mises en évidence :

- La première consiste à dire que la déshydratation des C-S-H fournit de l'eau qui peut migrer dans la porosité du béton et ainsi venir hydrater les lieux où la formation d'hydrates n'a pas encore été effectuée, d'après Dias [Dias 1990].
- Une deuxième hypothèse serait liée au départ d'eau, le séchage qui rapproche alors les feuillettes de C-S-H et améliore les liaisons entre hydrates, d'après Hager [Hage 2004].
- L'autre hypothèse concerne l'apparition de nouveaux cristaux plus denses qui augmenteraient la résistance.

CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton

Au-delà de 350°C, le comportement à haute température des bétons est plus net : la résistance diminue. Cette diminution est due à la décomposition de la portlandite, la déshydratation des C-S-H et l'incompatibilité des dilatations thermiques entre pâte et granulats.

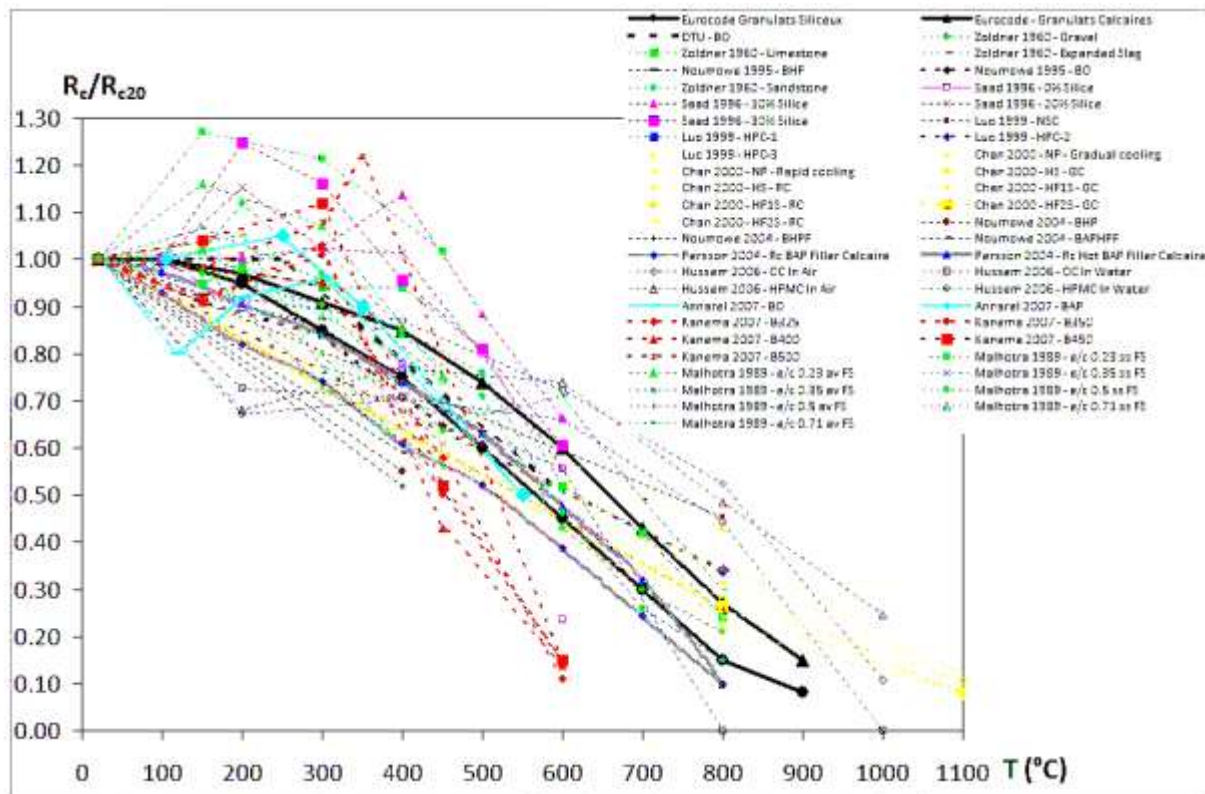


Figure I. 6 : Différents résultats de résistance à la compression obtenue d'après différents auteurs. [FARE 2009]

Les différentes hypothèses émises sur les phénomènes observés lors de l'étude de la résistance en compression du béton en fonction de la température sont regroupées dans le tableau I.1 [PLIY 2010]

Tableau I. 1 : hypothèse sur l'évolution de la résistance en compression en fonction de la température [PLIY 2010]

Plage de température	Effet sur La résistance En compression	Hypothèse concernant l'explication de phénomène
20°C-200°C	Diminution	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dilatation thermique de l'eau, ▪ Réduction des forces de liaison entre les couches C-S-H, ▪ Réduction de l'énergie de surface entre surfaces, ▪ Développement éventuel de groupe silanols (Si-OH OH-Si), ▪ Pressions de vapeur d'eau créant des contraintes internes non négligeables exercées sur le squelette.

CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton

<p>200°C-350°C (400°C)</p>	<p>Augmentation</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Départ de l'eau, ▪ Hydratation supplémentaire de la matrice cimentaire, ▪ Accroissement des forces de liaisons entre les gels C-S-H, ▪ Accroissement de l'énergie de surface.
<p>>350°C (400°C)</p>	<p>Diminution</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Déshydratation du gel C-S-H, ▪ Déshydroxylation de la portlandite, ▪ Décomposition du carbonate de calcium, ▪ Clivage de granulats, ▪ Endommagement par fissuration causée par la dilatation différentielle thermique entre les granulats et la pâte.

I.1.5. Résistance en traction à hautes températures :

Peu de résultats de comportement en traction directe du béton à haute température sont disponibles dans la littérature, vu la complexité de la réalisation des essais.

La plupart des observations sur la résistance en traction porte sur des essais après refroidissement.

Une compilation des résultats des résistances en traction directe à chaud déterminées par fendage et par traction directe [THEL 1971], [FELI 1985] [FELI 1999], comparés avec les valeurs proposées par l'EUROCODE 2 et le DTU Feu-Béton est représentée sur la figure (I.7).

À partir de ce graphe, comme pour la variation de la résistance en compression, la résistance en traction chute avec l'élévation de la température.

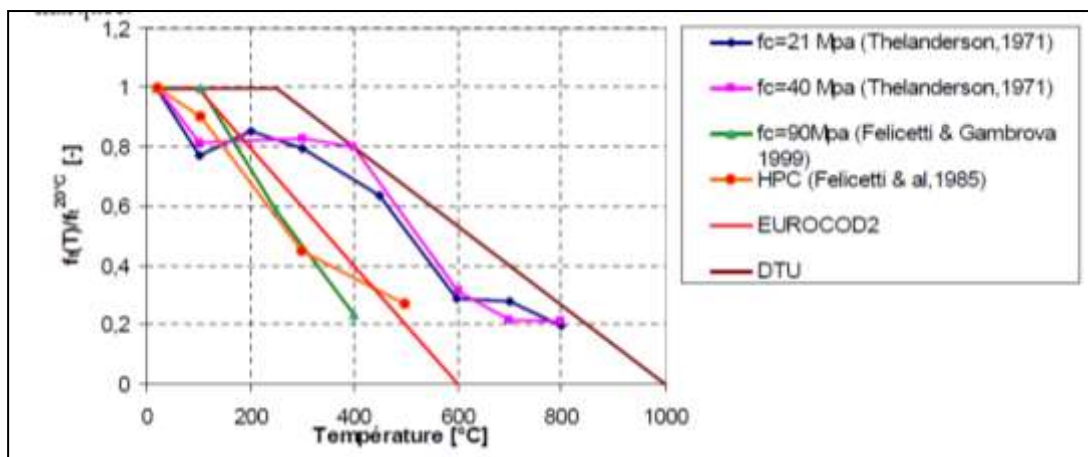


Figure I. 7 : Résultats des essais de résistance en traction relative obtenus par Thelandersson (1971) [THEL 1971], Felicetti & al (1985) [FELI 1985] et Felicetti & Gambarova (1999) [FELI 1999] comparés à ceux de la DTU et EUROCODE 2.

CHAPITRE (I) : Effet de haute température sur la microstructure du béton

Les essais menés par Chang [CHAN 2005] sur la résistance résiduelle à la traction normalisée montrent une diminution de cette dernière avec la température. Ils soulignent que la baisse de résistance en traction est beaucoup plus rapide que celle de la résistance en compression, pour des températures supérieures à 400°C. Il apparaît, au vu de ses résultats, que la résistance en traction initiale des bétons n'a aucune incidence sur l'évolution de la résistance avec la température.

I.1.6. Module d'élasticité :

Le module élastique en fonction de la température est déterminé à partir des courbes contraintes-déformation lors d'un essai de compression ou de traction. Ce module traduit l'évolution de la rigidité du béton avec la température.

Nous retrouvons plusieurs auteurs qui ont étudié l'influence de la température sur le module élastique du béton à chaud et à froid [Noum 1995], [Hage 2004], [KANE 2007], [TOLE 2002] Les différents résultats expérimentaux donnent des valeurs assez dispersées.

Pour Kanéma [KANE 2007] le module d'élasticité diminue de manière continue à partir du cycle de 150°C. L'auteur obtient une baisse de plus de 98% de la rigidité initiale à un chauffage de 600°C. Il conclut donc qu'après 600°C, les éprouvettes de bétons testées ne présentent plus une rigidité significative.

Les résultats de la figure (I.8) montrent que le module est à peu près constant. Dias et al [Dias 1990] explique ces variations par les phénomènes de densification de la vapeur d'eau et à la contraction du matériau lors du chauffage. En revanche ceci peut être aussi expliqué par la rupture des liaisons internes à la microstructure compensée par une dilatation différentielle entre la pâte de ciment et les granulats.

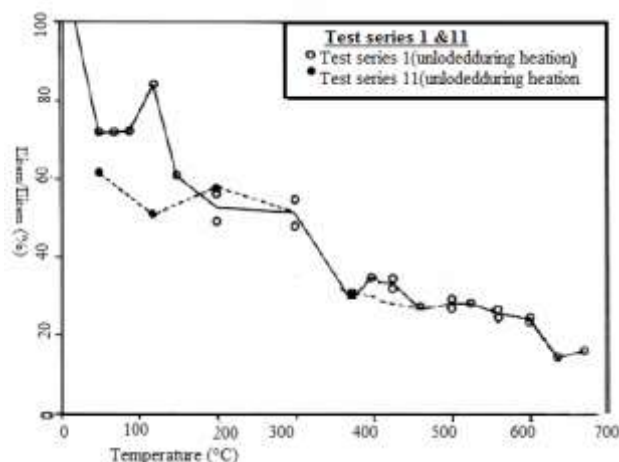


Figure I. 8 : : Rapport du module d'élasticité à chaud et à froid sur le module initial en fonction de la température [DIAS 1990]

I.4. Comportement au feu :

I.1.7. Ecaillage :

L'écaillage désigne un détachement progressif et continu de très petits morceaux de béton. Ces morceaux ont la particularité d'être de très faible épaisseur (quelques millimètres) et très aplatis d'une largeur de quelques centimètres. La manifestation de ce phénomène peut commencer dès les premières minutes. Dans certains cas, elle se poursuit continuellement tant que l'incendie n'est pas maîtrisé, à une vitesse qui semble quasi constante.

De nombreuses études expérimentales ont été menées dans la dernière décennie par plusieurs auteurs afin de comprendre le phénomène d'écaillage [BOST 2006]. Ces travaux ont confirmé que le risque d'écaillage existe pour les bétons ordinaires lorsque celui-ci est exposé à différentes sollicitations thermiques. Pour un béton ordinaire soumis à un feu « ISO », l'écaillage peut atteindre jusqu'à 125 mm de profondeur [BOST 2006] [MUST 1994], [PHAN 2007], [HAN 2005]. Ou 26, 9% de volume initial.

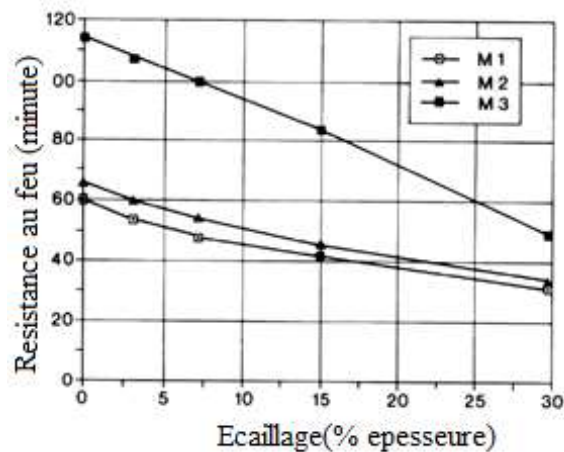


Figure I. 9 : : Influence de l'écaillage sur la résistance au feu du béton [MUST 1994].

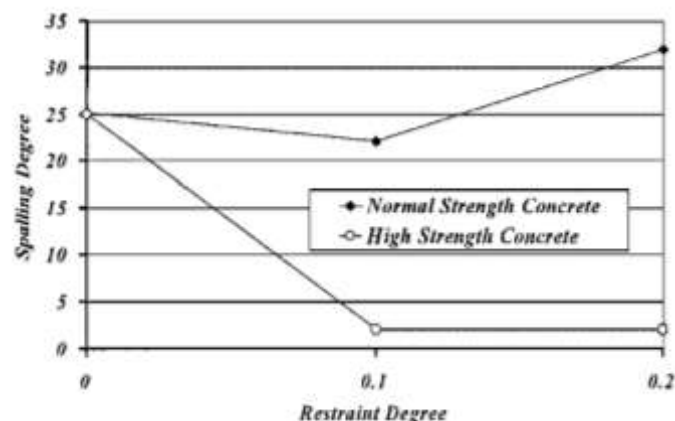


Figure I. 10 : Résultats des essais expérimentaux des bétons ordinaires et des bétons à haute performance [ALI 2002].

Certains travaux ont également porté sur l'étude de l'écaillage des bétons à hautes performances sur des petits spécimens comme ceux utilisés dans les travaux : [PHAN 2007], [HAN 2005].

Ils ont constaté également que les bétons à haute performance sont plus sensibles à l'écaillage que les bétons ordinaires.

I.1.8. Mécanismes du phénomène de l'éclatement du béton chauffé

Le comportement au feu de béton est caractérisé par un risque d'éclatement ; qui est défini comme la soudaine désintégration de l'élément de structure en béton qui s'accompagne d'une libération d'une grande quantité d'énergie en projetant des morceaux de béton à grande vitesse dans toutes les directions [PHAN 2001].

Deux principales raisons de l'éclatement ont été attribuées premièrement aux effets du gradient thermique et la formation de pressions de vapeur d'eau dans le matériau.

Plusieurs études menées sur ce sujet, notamment, par Khoury et Phan [Khou 2003], [PHAN 2001] six principaux paramètres augmentant la probabilité d'apparition du phénomène ont été distingués :

1. La porosité faible : notamment des bétons à hautes performances entraîne une faible perméabilité et par conséquent un transfert de masse plus difficile.
2. Présence de la charge mécanique notamment de la précontrainte qui favorise, dans certains cas, l'éclatement.
3. La vitesse de montée en température importante, provoquant des gradients thermiques importants, et donc des contraintes thermiques élevées.
4. Les déformations thermiques empêchées génèrent des contraintes internes en compression dans la direction parallèle à la surface soumise au feu. Cette compression qui provoque la fissuration.
5. La présence de l'eau et l'apparition des pressions internes sont considérées comme la principale cause de l'éclatement. En effet la formation d'un bouchon d'eau liquide dans la zone froide de condensation et augmentation de la pression de vapeur dans la zone adjacente contribuent de manière sensible à l'apparition du phénomène d'écaillage. [KANE 2007]
6. Les contraintes thermiques, issues des forts gradients thermiques, notamment lors d'un échauffement rapide de la surface du béton, créent des contraintes de compression et de traction dans la structure susceptible de générer un écaillage du béton.

Nous pouvons aussi citer les paramètres qui influencent indirectement sur l'apparition de l'éclatement :

- Traitement thermique du type autoclavage qui augmente fortement les risques d'éclatement, (densification de la structure du matériau → faible porosité)
- Utilisation des adjuvants et des additifs : les superplastifiant, la fume de silice (densification de la structure du matériau → faible porosité)
- Utilisation des granulats légers d'une grande porosité, qui peuvent contenir de l'eau (→ présence d'eau → pression de vapeur d'eau)
- Vitesse de montée en température importante, provoquant des gradients thermiques (→ contraintes thermiques)
- Nature de la structure qui peut avoir une forte influence sur le fait que l'éclatement va se manifester. Nous pouvons citer l'exemple très marquant des tunnels, où le béton dans les voussoirs reste dans des conditions humides avec une teneur en eau élevée favorisant l'éclatement en cas d'incendie. [Hage 2004]

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

1.5. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif de faire quelques rappels sur les comportements de béton à haute température. Plus de détails sur chaque phase (notamment les phases solides et les interphases) qui forment le béton seront donnés dans les prochains chapitres. On a toutefois déjà remarqué que, suite à la grande complexité et hétérogénéité du béton sous haute température.

la description et la prévision de son comportement à haute température s'avèrent très compliquée

CHAPITRE (II) : Les granulats

II.1.Introduction

Ce chapitre concerne essentiellement la description des différents types de granulats, leur nature, leur composition minéralogique, ainsi que quelques propriétés physiques et granulométriques.

II.2. DEFINITION

Selon la norme **XP P 18-540** [XP P 1997], les granulats sont des matériaux granulaires de dimensions compris entre 0 et 125 mm, destiné notamment à la confection des mortiers, des bétons, des couches de fondation et de base, de liaison et de roulement des chaussées, des assises et ballasts de voies ferrées, des remblais [CHAR 2007].

Selon [Plua 2002]. L'ensemble de particules primaires orientées dans toutes les directions, et ils ont une taille qui varie de 0,1 à 10 microns dite agrégats.

II.3.Principales ressources

II.3.1. . Les granulats naturels

Les granulats naturels sont des grains minéraux qui proviennent de roches massives ou meubles. Leurs propriétés sont régies en premier lieu par les propriétés chimiques et physiques des roches mères ; Les roches subissent divers processus de modification ; y-compris la géothermique naturel et / ou les processus d'altération qui se produira sur des longues périodes de temps géologique. [ALRX 2005]

Les roches meubles (matériaux alluvionnaires) sont exploitées le long des fleuves et des rivières. Ces granulats dits roulés, dont la forme a été acquise par l'érosion ; sont lavés pour éliminer les particules argileuses, nuisibles à la résistance du béton et criblés pour obtenir différentes classes de dimension. Bien qu'on puisse trouver différentes roches selon la région d'origine, les granulats utilisés pour le béton sont le plus souvent siliceux, calcaires ou silico-calcaires.

II.3.2. Les granulats de recyclage et artificiels.

Des granulats sont produits en concassant et en recyclant des matériaux de chantiers de démolition comme les bétons ou en recyclant des sous-produits de l'industrie tels les laitiers de hauts fourneaux.

Après concassage, lavage et criblage, leur usage reste souvent réservé à des emplois spécifiques compte tenu de leur qualité particulière et de la réglementation en cours. [GRON 2011]

II.4. Les roches exploitées pour les granulats naturels :

Les granulats empruntent aux roches dont ils sont issus une grande partie de leurs propriétés ; Certaines roches sont relativement molles, à savoir, faible et facilement déformable. D'autres sont dur, solide et durable ; et en particulier toutes leurs caractéristiques intrinsèques, c'est-à-dire celles qui dépendent de la composition minéralogique et de la texture pétrographique.

II.4.1. Granulats à partir de la roche sédimentaire

Les roches sédimentaires proviennent de l'accumulation de sédiments qui se déposent le plus souvent en couches ou lits superposés, ils sont généralement divisés en clastiques (ou détritiques) ; Rochers sur la base d'une taille de grain pratique classification (donnant caillouteux, sablonneux et boueux catégories) et chimiques et biochimiques (organique) [WEST 2001].

II.4.2. Granulats à partir de la roche magmatique

Les roches magmatiques (éruptives ou ignées) constituent la majeure partie des roches continentales et océaniques. Elles se forment quand un magma se refroidit et se solidifie, ce qui conduit à distinguer deux cas : les roches plutoniques et les roches volcaniques.

II.4.3. Granulats à partir de la roche métamorphique :

Une roche métamorphique est un type de roches dont la formation a pour origine la transformation à l'état solide des roches sédimentaires, magmatiques ou encore métamorphiques, en raison des modifications des paramètres physico-chimiques du milieu dans lequel elles évoluent (notamment la pression et la température).

II.5. Les minéraux de base dans les granulats

Les minéraux de base présentes dans les granulats sont présentés dans le Tableau ci-dessous.

Tableau II. 1: Les minéraux de base dans les granulats.

Minéraux silicatés	
Silicates	<p>Les silicates sont des minéraux dont le squelette est essentiellement formé par des tétraèdres de silicium et d'oxygène (SiO₄).</p> <p>Des ions silicium sont parfois remplacés par des ions aluminium, l'équilibre des charges électriques étant alors assuré par des ions potassium, sodium, calcium, etc. Le type d'arrangement caractérise la famille à laquelle appartient le silicate. Les proportions d'ions silicium et aluminium, l'existence d'ions fer, magnésium, etc., introduisent des variétés plus ou moins différenciées au sein de chaque famille.</p>
Le quartz	<p>Le quartz est le représentant le plus commun de la silice de quartz (SiO₂) a une structure atomique établie du tétraèdre enclenché, très dur (dureté Vickers de 1280 kg/mm²), Il est sans couleur si pur, mais un peu d'impuretés peuvent produire un d'une gamme des variétés colorées. Il se trouve dans certaines roches magmatiques, dans des roches sédimentaires, où il est parfois le seul constituant, et dans des roches métamorphiques. [MCLE 1985]</p>
Les feldspaths	<p>Les feldspaths font partie de la famille des silicates. Ce sont des tectosilicates pour lesquels ont leurs tétraèdres soudés les uns aux autres par leurs quatre sommets. Il en existe de nombreuses espèces.</p> <p>De tous les minéraux, les feldspaths sont les plus abondants et sont largement répandus dans les roches ignées, métamorphiques et sédimentaires (feldspaths remaniés). Ils constituent plus de 60% de la partie supérieure de l'écorce terrestre. [PHIL 2005].</p>
Les micas	<p>Appartiennent à la famille des phyllosilicates, à tétraèdres disposés en feuillets. Ce sont des minéraux altérables, très tendres (85 kg/mm²), apparaissant en prismes aplatis à clivages parfaits et à débit en minces lamelles flexibles et élastiques. Ils sont alumineux blancs et nacrés</p>

CHAPITRE (II) : LES GRANULATS

	(muscovite) ou ferro-magnésiens noirs et brillants (biotite). Ils existent dans les roches magmatiques et métamorphiques en proportions très variables.
<i>Les pyroxènes</i>	Appartiennent à la famille des inosilicates, à tétraèdres disposés en chaîne droite simple. Ce sont des minéraux ferro-magnésiens (augite, diopside, etc.), altérables, moyennement durs (710 kg/mm ²), de couleur sombre et à éclat métallique, se présentant en prismes allongés. Ils se trouvent dans les roches magmatiques sans quartz.
<i>Les amphiboles</i>	Sont aussi des inosilicates, mais à tétraèdres disposés en deux chaînes droites. Ce sont des minéraux ferro-magnésiens (hornblende, actinote, etc.), altérables, moyennement durs (730 kg/mm ²), de couleur sombre sans éclat particulier, se présentant en aiguilles ou en fibres. Elles se rencontrent dans les roches magmatiques pauvres en quartz et dans les roches métamorphiques.
<i>Les péridots</i>	Appartiennent à la famille des néosilicates, à tétraèdres isolés. Ce sont des minéraux ferro-magnésiens (olivine), altérables, moyennement durs (800 kg/mm ²), de couleur verdâtre et à éclat vitreux, apparaissant en prismes trapus. Ils existent dans les roches magmatiques sans quartz.
<i>Les argiles</i>	Sont des phyllosilicates hydratés (kaolinite, illite, montmorillonite, chlorite, etc.). Elles résultent de l'altération par hydrolyse des silicates altérables. Par ailleurs, les silicates de métamorphisme, tels les silicates d'alumine anhydres (andalousite, disthène, sillimanite) et les silicates alumineux ferro-magnésiens (cordiérite, staurotide), ont leurs tétraèdres unis entre eux par des ions aluminium. Ce sont des minéraux stables, très caractéristiques des roches métamorphiques.
Minéraux non silicatés	
<i>Les carbonates</i>	Sont nombreux mais seuls deux d'entre eux sont importants. La calcite est un carbonate de calcium, très tendre (110 kg/mm ²), de couleur blanchâtre et à éclat vitreux, se présentant en cristaux xénomorphes ou automorphes à clivages parfaits et à macles simples fréquentes. Elle fait effervescence avec un acide dilué à froid. Elle se trouve essentiellement dans des roches sédimentaires, comme minéral constitutif des calcaires par exemple, et dans

	certaines roches métamorphiques. Son polymorphe l'aragonite, métastable à température ordinaire, se transforme généralement en calcite.
<i>La dolomite</i>	Est un carbonate double de calcium et de magnésium, moyennement tendre (350 kg/mm ²), de couleur blanchâtre à jaunâtre et à éclat vitreux, apparaissant en prismes nets à clivages parfaits et à macles simples rares. Elle ne fait pas effervescence avec un acide dilué à froid. Elle se rencontre dans des roches sédimentaires.
<i>Les oxydes d'aluminium</i>	(Corindon) et de titane (ilménite, rutile) sont accessoires dans les roches magmatiques et métamorphiques.
<i>Les oxydes de fer</i>	(Hématite, magnétite) sont plus répandus mais toujours accessoires dans ces roches.
<i>Le gypse,</i>	Et l'anhydrite son équivalent non hydraté, sont des sulfates de calcium très tendres (75 kg/mm ²), blanchâtres en masse mais translucides lorsqu'ils sont bien cristallisés. Ils sont accessoires dans les roches sédimentaires.
<i>La pyrite</i>	Est un sulfure de fer, relativement dur (1050 kg/mm ²), de couleur jaune d'or et à éclat métallique. Elle est accessoire dans toutes les roches.

II.6. Les caractéristiques géométriques des granulats

Ils existent deux types de granulats selon la forme géométrique des grain roulés et concassé, la liaison des granulats avec la pâte de ciment mis en évidence par plusieurs auteurs [AKCA 2004] ; [DE SA 2007] les granulats concassés sont réputés développer une meilleure liaison avec la pâte de ciment. La rugosité des granulats va également influencer la compacité du mélange granulaire, ainsi que l'adhérence du granulat à la pâte de ciment (de par l'auréole de transition).

La granulométrie de granulats qui représente la distribution de taille des granulats, la bonne distribution augmente la compacité de béton, alors la granulométrie influe fortement le comportement mécanique des bétons.

II.7. Caractéristiques mécaniques des granulats

Comme tous les matériaux les granulats présentent une résistance vis-à-vis les efforts mécaniques peuvent varier en fonction de leurs nature minéralogique du degré d'altération de la roche, de la porosité du granulat, de la forme et de l'angularité des grains constitutifs. Les

CHAPITRE (II) : LES GRANULATS

travaux réalisés par [LETO1971]. Ont permis de mesurer des valeurs de la résistance à la compression mesurées sur éprouvettes pour différents types de roches en fonction de densité.

Tableau II. 2:Résistance à la compression et densité des roches [LETO1971].

	Résistance à l'écrasement (MPa)	Densité
Roches éruptives		
Granites, syénites	160-250	2,62-2,85
Diorites, gabbros	170-300	2,85-3,05
Porphyres	130-240	2,58-2,83
Basaltes	180-400	3,00-3,15
Roches sédimentaires		
Quartzites	225-360	2,64
Grès, quartzeux	60,8-102,5	2,64-2,72
Calcaires compacts, dolomies	70-180	2,70-2,90
Schistes	20-80	1,80-2,70
Roches métamorphiques		
Micaschistes	35-110	2,70-3,03
Gneiss	160-280	2,59-3,06
Amphibolites	170-280	2,75-3,15
Serpentines	140-250	2,62-2,78

Il existe des essais spécifiques pour déterminer les propriétés mécaniques des granulats ; l'essai Los Angeles permet de déterminer la résistance à la fragmentation par chocs, par ailleurs l'essai Micro-Deval consiste à reproduire, dans un cylindre de rotation, des phénomènes d'usure. Le Tableau II.3 permet de comparer les caractéristiques mécaniques des granulats calcaires, granites et basaltes selon les travaux de [Baro 1982]

CHAPITRE (II) : LES GRANULATS

Tableau II. 3: Caractéristiques mécaniques des granulats [Baro 1982] .

Nature	Coefficient Micro-Deval	Coefficient Los Angeles
Granite	10-15	15-20
Basalte	5-25	18-28
Calcaire	15-80	20-80

II.8. Caractéristiques physiques des granulats :

La densité, la perméabilités et porosités présentent une différence significative pour chaque type de granulats selon leur nature minéralogique. Il est bien connu que perméabilité dépend de nombreux facteurs morphologiques, dont la porosité, la taille des pores, la distribution de la taille des pores, la connectivité et la tortuosité.

Une synthèse a réalisée à partir des données des travaux de [HATH 1989], [ZHAN 2007] et [Gunz 2007] qui présente la Densités et la perméabilité différent type de roche tableau II.4.

Le tableau II.5 présente la porosité de différente roche selon les travaux de Costa, [COST 1981].

Tableau II. 4: Densités (ρ et des perméabilités de différente roche).

Roches	ρ (kg/m ³)	Perméabilités (m/s)
Calcaires	1550 – 2900	$10^{-5} - 10^{-15}$
Calcaires dolomitiques	2400 – 3000	
Dolomies	2100 – 2700	$10^{-6} - 10^{-11}$
Calcaires « faibles »	1400-2400	
Marnes	2000-2450	
Shales	2000-2800	$10^{-10} - 10^{-14}$

Tableau II. 5: Porosités pour différents types de roche [COST 1981].

Type de roche	Porosité %
Granite	0.4-4.0
Andesite	0.1-11
Gabbro,Diorite,	0.1-1.0
Basalt	0.2-22
Limestone	0.2-4.4
Sandstone	1.6-26
Chert	4
Gneiss	0.3-2.2
Marbre	0.3-2.1
Quartzite	0.3-0.5
Ardoise	0.1-1.0

CHAPITRE (III) :
Comportement des roches
« Granulats » sous haute température

III.1. Introduction

Au tant que les roches sont la source principale des granulats, leur comportement sous la haute température présente le comportement des granulats soumis à haute température. Les granulats proviennent essentiellement de roches sédimentaires siliceuses ou calcaires, de roches magmatiques telles que les granites, les basaltes ; ou de roches métamorphiques telles que les quartzites.

III.2. Comportement mécanique

Les modifications physico-chimiques des roches sous haute températures se reflètent dans leurs propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité et la résistance maximale à une sollicitation mécanique. De nombreux travaux de recherche ont été entrepris pour déterminer l'influence de la température sur le comportement des roches [KUMA 1968], [BRIG 1970], [HOUP 1970], [WING 1969], [STEP 1978], [HOUP 1979]. Ces études ont permis de mettre en évidence une forte augmentation de la résistance ultime lorsque la température décroît.

Les essais de compressions uniaxiale et hydrostatiques réalisés en fonction de la température par [Homa 1986], [Zhan 2009] confirme que la température provoque une diminution du module d'Young, du coefficient de Poisson, de la contrainte à la rupture et du seuil de plasticité. Ces observations sont générales rencontrées sous température.

Après traitement thermique pour les essais de compression uniaxiale réalisés par [Homa 1986], [PERA 1971], Ces évolutions sont principalement causées par la fissuration thermique et concernent aussi bien les essais sous température que les essais menés sur des roches préfissurées thermiquement.

Pour les roches carbonatées la figure III.1 présente Courbes contrainte-déformation du calcaire d'Euville à différentes températures. [Homa 1986] conclut que la calcite est un minéral particulièrement sensible à la température. La vitesse de sollicitation a une grande influence sur la résistance d'après [Homa 1986]. (Figure III.2) [Mahm 1998] montre que c'est le premier cycle thermique qui endommage le plus le matériau et qui engendre les modifications les plus importantes pour la résistance à la rupture et le module d'Young. Lorsque plusieurs cycles thermiques sont répétés, les propriétés mécaniques du matériau diminuent encore mais de manière atténuée.

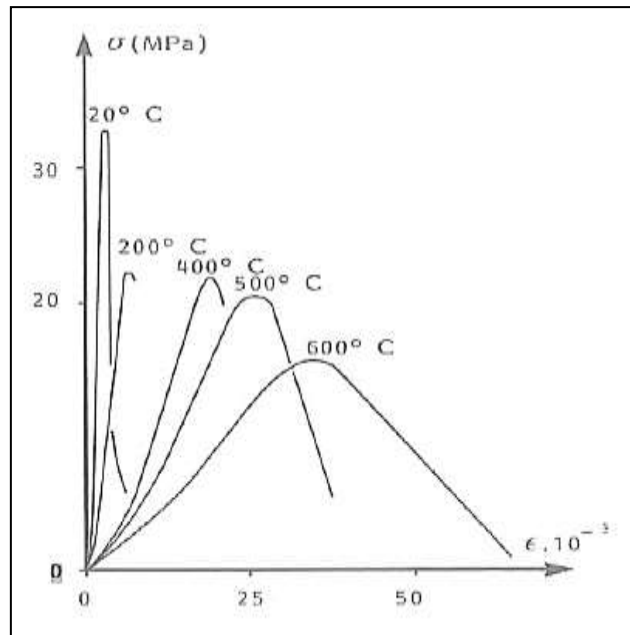


Figure III. 1: Courbes contrainte-déformation du calcaire d'Euville à différentes températures. [Homa 1986].

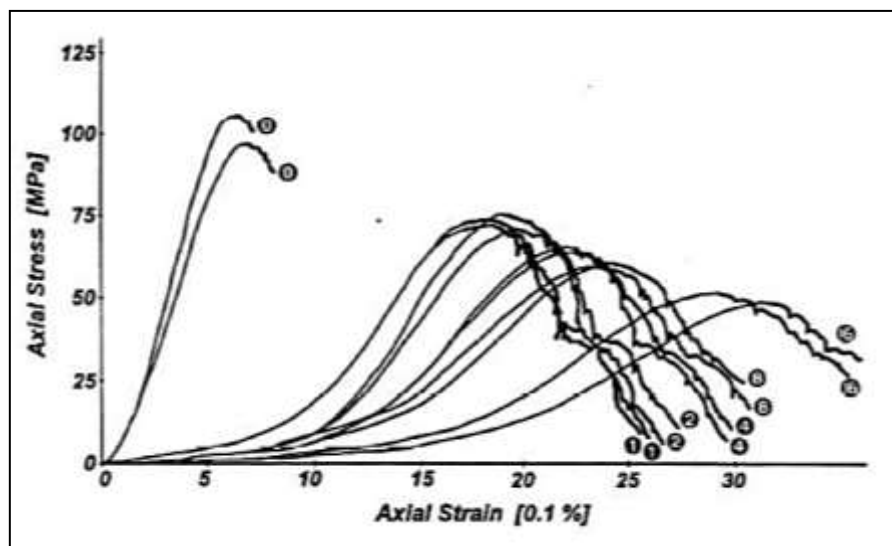


Figure III. 2 : Essais de compression uniaxiale sur un marbre préfissuré thermiquement à 600°C (les chiffres correspondent aux nombres de cycles thermiques effectués) [Mahm 1998]. D'après Zhang [ZHAN 2009] le comportement de marbre est similaire de calcaire entre 200°C et 400°C. Pour le marbre une résistance à la compression fluctue entre la température ambiante et 400°C. Une diminution progressive de la résistance en compression au-delà de 400°C. Entre 100°C et 700°C Le calcaire présente une petite diminution de la résistance en compression, à partir de 700°C la résistance diminue très rapidement ; plus de 70% de perte de résistance en compression est observée à 800°C (figure III.2).

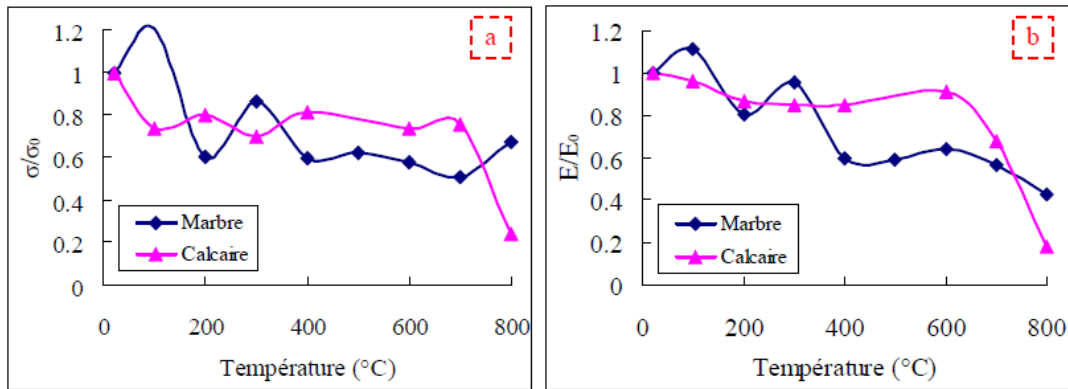


Figure III. 3: Évolution de performance d'un marbre et d'un calcaire en fonction de la température. a) variation du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport modules d'Young, [ZHAN 2009].

Pour les Granite et Quartzite, Des essais mécaniques sous température réalisé sur différentes roches granitiques au sens large par Homand-Etienne [Homa 1986].

La figure III.3 présente la variation du rapport relatif de module d'Young E/E_0 de déférent roches (granite de Stripa, de Senones, de Remiremont, de La Clarté et au quartzite de Gourin) en fonction de la température.

Le granite de La Clarté, granite de Senones, granite de Remirement, quartzite de Gourin présente successivement une La diminution du module d'élasticité et de la résistance à la compression. La chute la plus remarquable de module d'Young concerne le granite de La Clarté ; à 200°C, celui-ci est inférieur à la moitié du module initial. Ce granite est riche en quartz mais a surtout la plus forte granularité, ce qui semble être le facteur déterminant pour la variation d' E/E_0 dans ce type de matériau. La chute du module est plus rapide que celle de la résistance surtout aux températures moyennes allant jusqu'à 400°C.

Les roches de la famille des grès ont un comportement sous température difficile à globaliser Les travaux de Berest [BERE 1988] (figure III.5). Sur des roches des grès montre une augmentation de la résistance après le traitement thermique du moins jusqu'à une certaine température. Une modification d'ordre minéralogique relative à une déshydroxylation des oxydes de fer contenus dans le ciment explique l'augmentation des caractéristiques mécaniques [Homa 1986]. Pour le grès de Champenay, la résistance à la compression et le module de déformation augmentent jusqu'à une température de 500°C. Ces roches sont poreuses. De ce fait, elles présentent de très faibles dilatations thermiques et il ne se forme pratiquement pas de nouvelles fissures avant une température de 600°C.

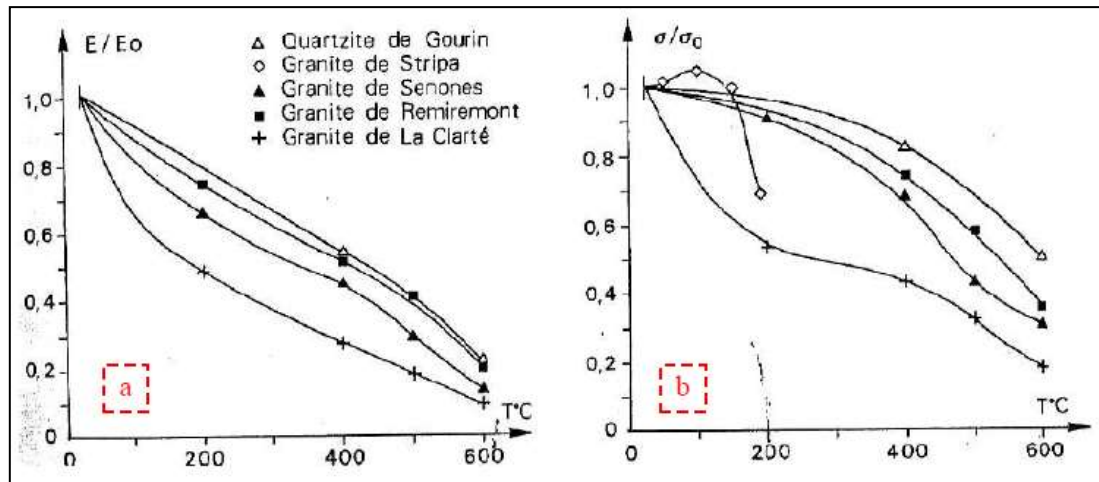


Figure III. 4: Variation des performances mécaniques sous température des roches de la famille des granites en fonction de la température. a) variation du rapport des modules de déformation ; b) variation du rapport des résistances à la compression [Homa 1986]

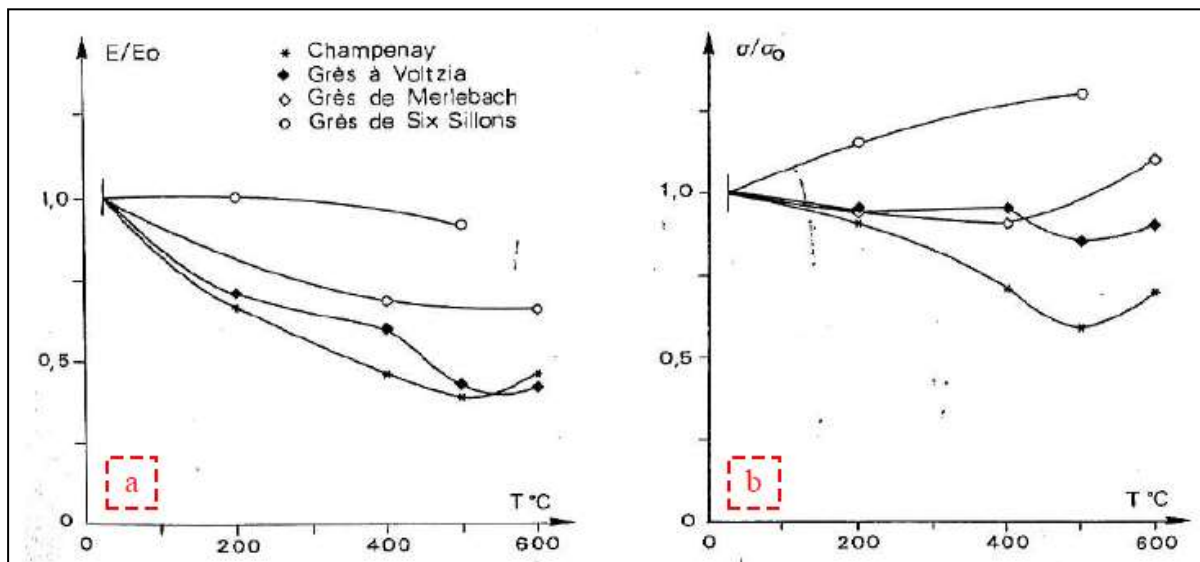


Figure III. 5: Évolution de la performance des grès en fonction de la température. a) évolution du rapport des modules d'Young ; b) évolution du rapport des résistances à la compression, [BERE 1988].

Les travaux de Zhang [ZHAN 2009] et Rao [Rao 2007] sur les roches gréseuses montrent aussi la difficulté à généraliser le comportement de cette famille des roches sous température (figure III.6). Pour une même température entre 100°C et 300°C. Et le même module d'élasticité, les deux grès ont une évolution de la résistance en compression différente. La minéralogie et la porosité des roches naturelles ont une influence importante sur leurs propriétés mécaniques à haute température [Rao 2007].

CHAPITRE (III) : Comportement des roches sous haute température

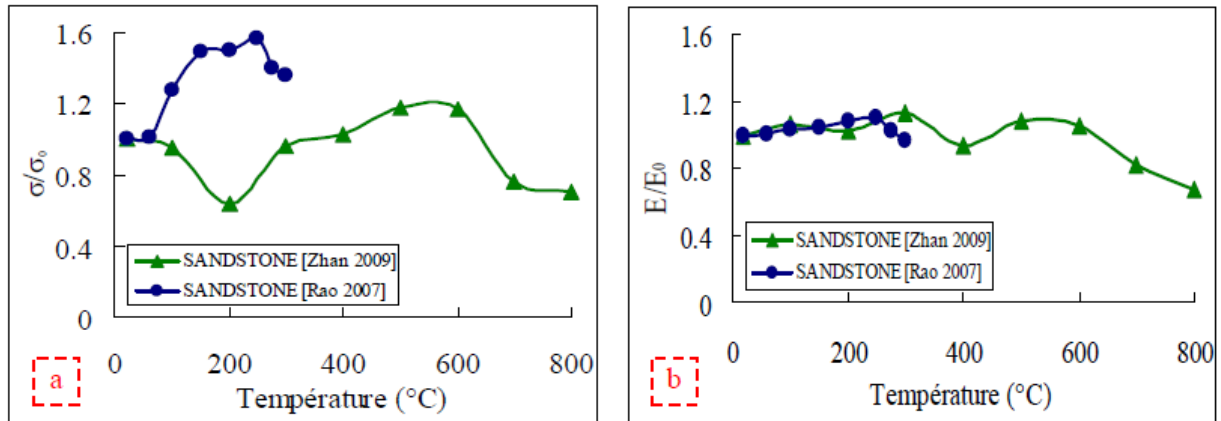


Figure III. 6: Comparaison des propriétés mécaniques de deux grès différents en fonction de la température. a) évolution du rapport des résistances en compression ; b) évolution du rapport des modules d'Young [ZHAN 2009] [Rao 2007].

Très peu d'études ont traité de l'influence de la température sur les propriétés mécaniques des silex les travaux de [DOMA 1992]. [HANK 1985] montrent que des roches de même nature chimique siliceuse (silex, quartzite) peuvent avoir des comportements différents lors de la montée en température.

Selon la (figure III.7) et tableau III.1 [DOMA 1992] montre que la ténacité de silex, donc contenant de la silice cryptocristalline, a une réduction de plus de 30% à 500°C.

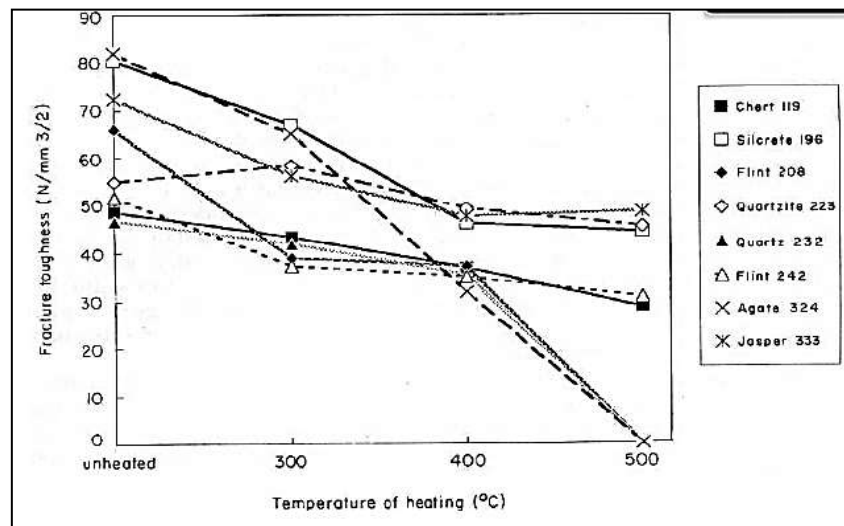


Figure III. 7: Évolution de la ténacité de roches siliceuses après le traitement thermique [DOMA 1992].

CHAPITRE (III) : Comportement des roches sous haute température

Tableau III. 1: Evolution de la ténacité des roches siliceuses avec le traitement thermique [DOMA 1992].

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

III.3. Effet de la température sur la perméabilité des roches

L'évolution de la perméabilité des roches avec la température dépend de plusieurs paramètres telle que la nature des roches et les cycles de température employés lors des mesures de perméabilité. Les travaux de [GREE 1968]. ; [WEIN 1975]; [Lion 2004] montre que les roches poreuses comme les grès présentent une diminution de la perméabilité sous température dans le même sens les roches qui ont une granularité très fine [Lion 2004], . Ces roches favorisent les phénomènes de dilatation libre des grains dans les vides tout en ne provoquant pas de fissuration thermique.

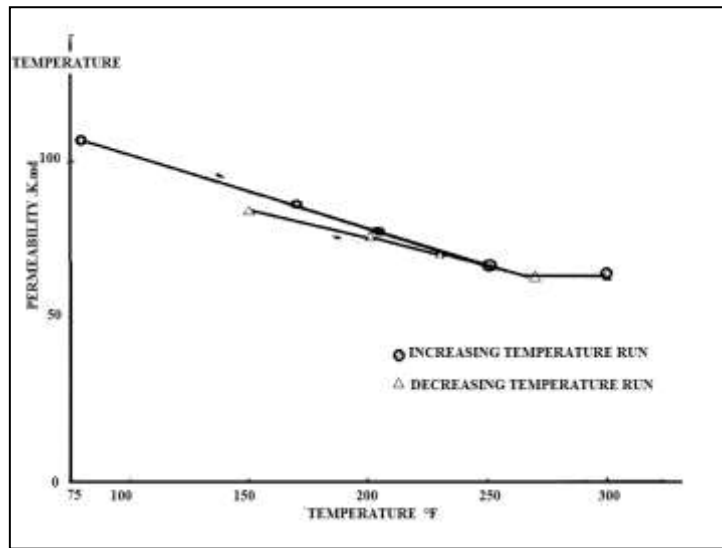


Figure III. 8: Perméabilité du grès de Berea sous température [WEIN 1975].

D'après [WEIN 1975], Les valeurs de la perméabilité durant le refroidissement (perméabilité résiduelle) est inférieure à la valeur de la perméabilité initiale. Cette évolution est attribuée à la déformation résiduelle des grains dans les vides.

Les travaux de Shmonov et al. [SHMO 1994] sur un calcaire à grains fins montre une diminution de la perméabilité en fonction de la température figure III.8. De même, son évolution sous contrainte hydrostatique est donnée pour différents phase de température. La première phase de réduction de la perméabilité cause par La densification thermique. Elle est alors suivie d'une seconde phase de l'augmentation de la perméabilité correspondant à la fissuration du matériau. Pour un marbre à grains grossiers Shmonov et al [SHMO 1994] observent le même type de comportement figure III.9.

À 300°C la roche devient pratiquement imperméable puis une brusque augmentation de la perméabilité cause par la création de fissures provoqué a été observée.

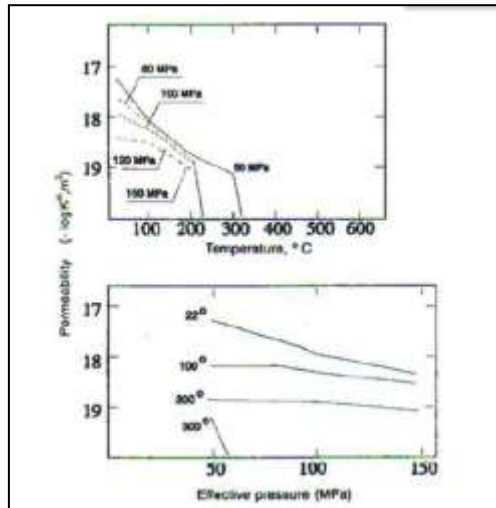


Figure III. 9: Perméabilité d'un calcaire à grain fins sous température Shmocnov [SHMO 1994].

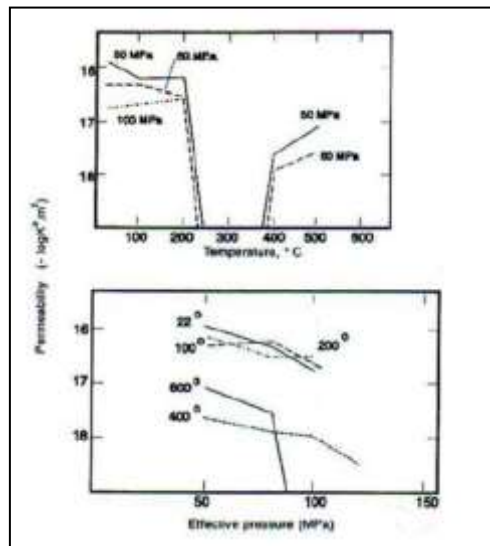


Figure III. 10: Perméabilité d'un marbre sous température Shmocnov [SHMO 1994].

III.4. Dilatation thermique des différentes roches

Sous haute température, les minéraux qui composent les roches subissent des dilatations/contractions thermiques. La dilatation thermique anisotrope des roches due principalement à la composition minéralogique hétérogènes, et aussi à l'anisotropie de la dilatation thermique des minéraux (roches monominérales et polyminérales). Selon [Lion 2004] la variation du coefficient de dilatation thermique des minéraux en fonction de la température n'était pas linéaire. Le tableau III.2 donne les valeurs de la dilatation thermique de la calcite et du quartz selon les axes cristallographiques (l'axe c axe ternaire)

CHAPITRE (III) : Comportement des roches sous haute température

Tableau III. 2: Dilatation thermique de la calcite et du quartz.

Minéral	Axe	Pourcentage de dilatation thermique (%) entre 20 et 600°C			
		100°C	200°C	400°C	600°C
Calcite	// axe c	0.19	0.48	1.12	1.82
	⊥ axe c	-0.04	-0.10	-0.18	-0.22
Quartz	// axe c	0.08	0.18	0.43	1.02
	⊥ axe c	0.14	0.30	0.73	1.75

La calcite et le quartz sont les minéraux les plus sensibles à la température puisque ce sont ceux qui ont à la fois les dilatations thermiques les plus importantes et les anisotropies de dilatation les plus marquées. De plus, le comportement de la calcite est particulier dans la mesure où ce minéral subit une contraction perpendiculairement à l'axe c pour une augmentation de température (la déformation volumique reste positive).

Trois types de quartz (un monocristal de quartz, du quartz microcristallin (Chert) et du quartz broyé de diamètre inférieur à 38 μm), ont été testés entre 560 et 650°C par [SORR 1974] ; des mesures dilatométriques menées sur ces trois types afin de relier l'expansion thermique à la taille des grains de quartz. Les trois catégories présentent une dilatation identique avant 560°C. Au-delà de 570°C, la dilatation dépend de la taille des grains de quartz. L'expansion volumique due au changement de phase diminue lorsque la dimension des cristallites diminue : elle est respectivement de $250 \cdot 10^{-5} \text{deg}^{-1}$, $150 \cdot 10^{-5} \text{deg}^{-1}$ entre 571°C et 573°C pour le monocristal et le quartz broyé. Pour une structure microcristalline comme le Chert, la dilatation est plus faible et plus progressive : $31 \cdot 10^{-5} \text{deg}^{-1}$ entre 560 et 650°C.

Les coefficients d'expansion volumique mesurés sur ces trois types de quartz la figure III.11, expansion plus faible et plus lente de quartz microcristallin (Chert) due selon [SORR 1974] par la surface ou les joints entre grains exercent un effet tampon absorbant les déformations thermiques et ils concluent que Les coefficients d'expansion thermiques sont liés à la taille des cristaux de quartz.

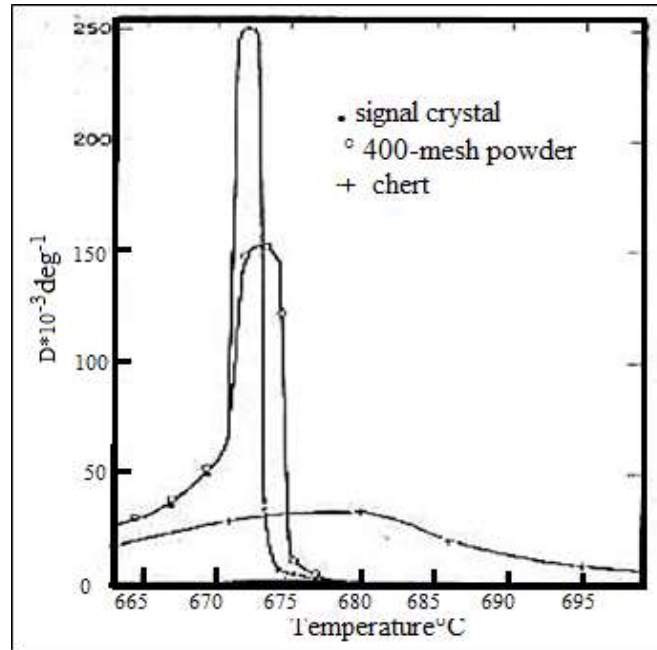


Figure III. 11: Coefficients d'expansion volumique de quartz monocristal, de quartz broyé en poudre et de Chert [SORR 1974] .

Le modèle de l'inclusion sphérique, le modèle du bicristal, le modèle de l'agrégat polycristallin sont des modèles utilisés pour interpréter la fissuration thermique due aux phénomènes de dilatations différentielles qui provoquent une concentration des contraintes aux joints de grains [Homa 1986].

La figure III.12 schématise le modèle de l'inclusion sphérique qui est le plus couramment employé [HETT 1996].

En tenant compte de certaines simplifications, l'inclusion sphérique est soumise à une contrainte thermique de l'ordre de [HETT 1996] [FRED 1986]:

$$\sigma^{th} \approx E_m \Delta\alpha \Delta T$$

D'où σ^{th} est la contrainte thermique, E_m le module d'Young de la matrice, $\Delta\alpha$ la différence des dilatations thermiques et ΔT la différence de température.

Les contraintes induites dans la matrice sont [HETT 1996] :

$$\sigma_{rr} = \frac{\sigma^{th} R_0^3}{r_0^3} \text{ et } \sigma_{\theta\theta} = -\frac{\sigma^{th} R_0^3}{2r_0^3}$$

D'où σ_{rr} est la contrainte radiale, $\sigma_{\theta\theta}$ la contrainte orthoradiale, R_0 le rayon de l'inclusion et r_0 la distance radiale depuis le centre de l'inclusion.

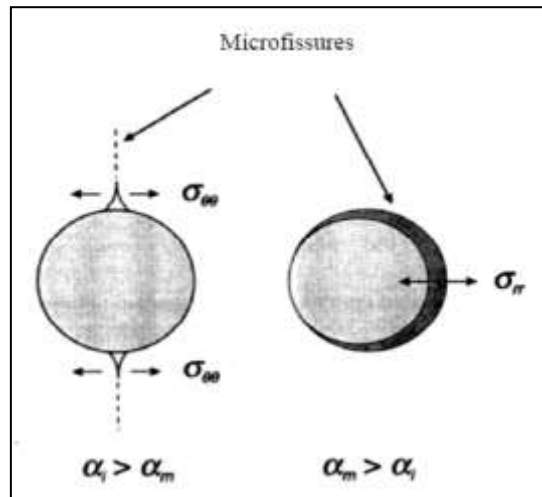


Figure III. 12: Modèle de l'inclusion sphérique (α_i : dilatation thermique de l'inclusion, α_m : dilatation thermique de la matrice) [HETT 1996].

La création de fissures peut être observée par exemple à partir des mesures de la déformation volumique des roches en fonction de la température. Figure III.13 montre que la dilatation thermique des matériaux rocheux subit de brusques augmentations consécutivement à la formation de fissures [FRED 1986], [COOP 1977].

La fissuration thermique comprend à la fois la création de nouveaux vides et l'élargissement des vides préexistants, ce qui implique une augmentation de la porosité. De plus, un autre phénomène peut intervenir au sein des matériaux rocheux lors d'une élévation de température la libre dilatation des grains dans les vides initiaux [SOME 1992].

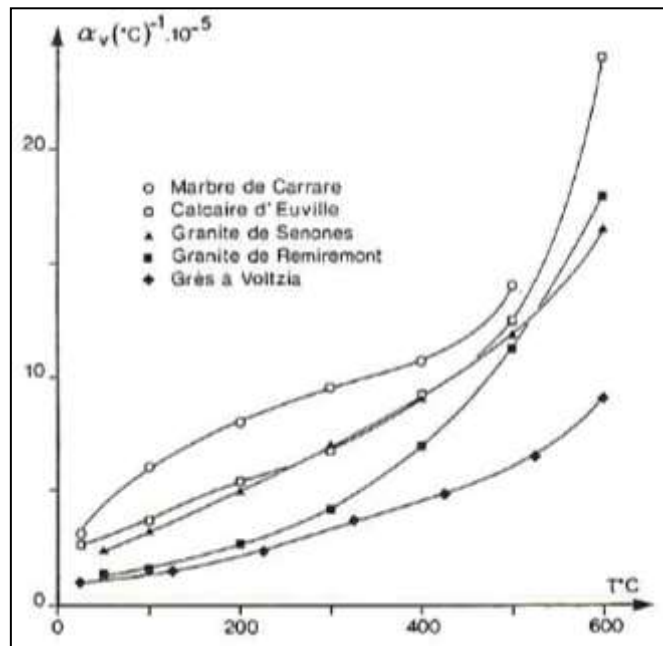


Figure III. 13: Dilatation thermique volumique (α_v) de différentes roches en fonction de la température [Homa 1986].

CHAPITRE (III) : Comportement des roches sous haute température

Des expériences effectuées sur différentes roches mettent en évidence Plusieurs paramètres liés à la microstructure initiale des roches vont influencer leur sensibilité à la température [Homa 1986] [BERE 1988] [Lion 2004] :

- La composition minéralogique. Si les constituants sont multiples (roches polyminérales) et/ou leur dilatation thermique anisotrope, il en résulte des dilatations thermiques différentielles qui favorisent la formation de fissures.
- La taille des grains : lorsque les grains ou les cristaux sont de petite taille, les inégalités de dilatation sont faibles en valeur absolue. Les travaux de Fredrich [FRED 1986] supposent que les contraintes internes d'origine thermique sont dissipées par déformations plastiques au niveau des joints. Alors la granularité constitue donc un facteur important permettant de prévoir les comportements respectifs de roches d'une même famille déformations plastiques au niveau des joints.
- La porosité initiale de la roche ; plus la porosité est faible et plus les roches sont sensibles à la température. Quand la porosité initiale est faible (cas des granites ou des marbres par exemple), des fissures peuvent se former à des températures relativement faibles (de l'ordre de 100°C). Au contraire, les roches poreuses comme les grès sont peu sensibles à la température puisque la dilatation thermique des constituants peut s'effectuer assez librement. La porosité fissurelle influence également la sensibilité des roches à la température Plus les roches sont fissurées initialement et moins elles sont sensibles à la température. En effet, les fissures préexistantes offrent des espaces libres à la dilatation des minéraux.

Plus de ces facteurs la texture et surtout la pression exercée sur les roches lors du chauffage peut influencer leur sensibilité à la température.

III.5. Perte de masse des roches :

Les différents types de roches présentent, sous haute température, des pertes de masse très variables selon leur nature minéralogique, ces pertes dues principalement aux déshydratations, décarbonatations et déshydroxylation des minéraux.

Des essais d'ATD/ATG figure III.14 ont été réalisées jusqu'à 1130°C sur 3 types des granulats (granulats calcaires du Rhone, granulats siliceux de la Garonne et granulats silico-calcaire de Basse Seine) a montré que les granulats calcaires avaient une perte de masse résultant de la décarbonatation d'environ 40%. Par contre Les granulats siliceux ne perdaient que 2% de masse (Tableau II.6). [ROBE 2009] Qui ont confirmé que les granulats calcaires, du fait de la décarbonatation de la calcite et au départ de CO₂, subissent une perte de masse plus importante par contre les granulats siliceux sont essentiellement composés de quartz qui subit une transformation minéralogique ($\alpha \rightarrow \beta$ à 573°C) mais reste stable chimiquement.

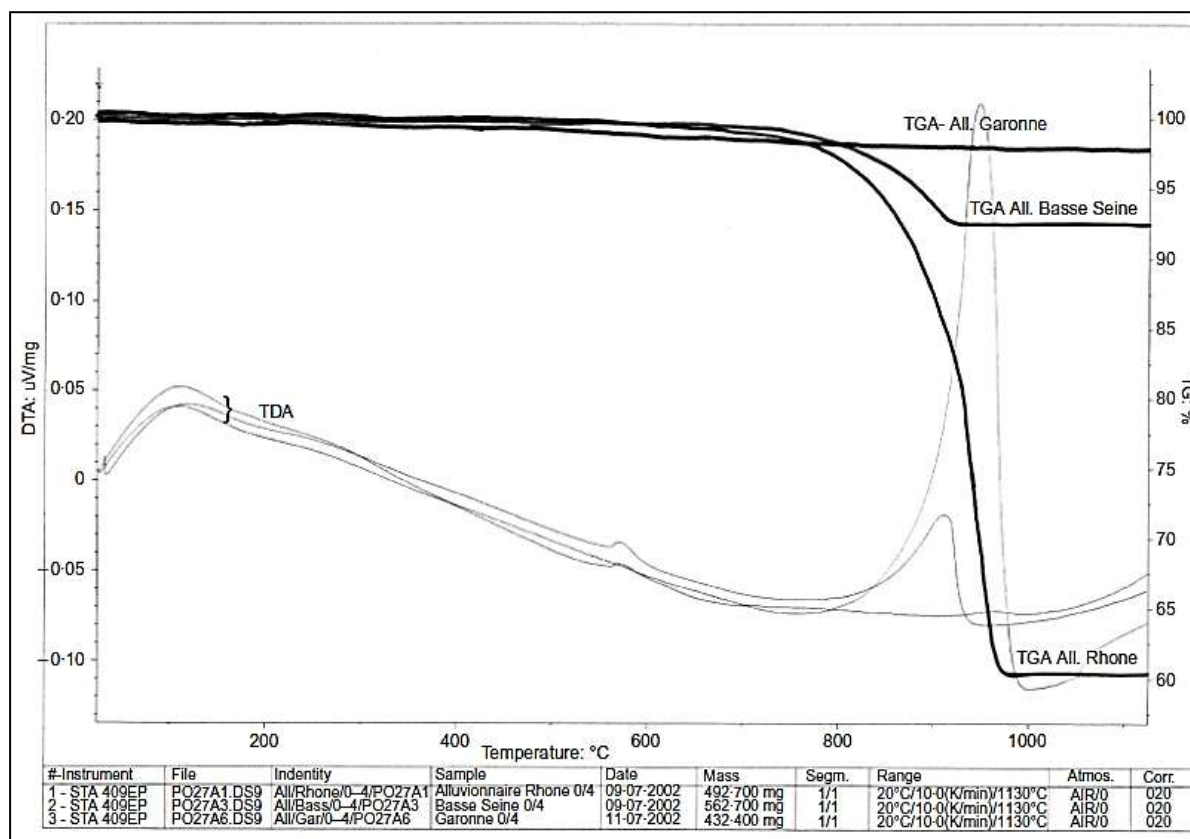


Figure III. 14: ATG et ATD courbes de granulats [ROBE 2009].

Tableau III. 3: Pertes de masse de différents granulats [ROBE 2009].

Type	Origin	Aggregate size	Loss on ignition: (%)	C _a CO ₃ (%)
Alluvial	Rhone valley	0/4	40	90
		5/12-5	41	94
	Base seine	0/4	8	17
		3-15/8	21	47
	Garonne	5/12-5	16	37
		0/4	2	—
Limestone	Jurassic Bathonien	4/12-5	2	—
		0/6-3	43	89
	Beauce	6-3/14	44	99
		4/10	42	96
	Jurassic Grainy	10/20	41	94
		0/2-5	44	99
		2-5/6-3	44	100
		6-3/12-5	42	96

CHAPITRE (III) : Comportement des roches sous haute température

Massive Eruptive	Andesine	0/4	4	—
		6-3/10	4	—
		10/14	3	—
	Comean	4/6-3	3	—
		6-3/10	3	—
		10/14	3	—

Dans les travaux de, Homand-Etienne [Homa 1986] les pertes de masse des granulats carbonatés ont été mesurées. Pour les granulats calcaire d'Euville une perte de masse remarquable à partir de 400°C, pour les deux autre calcaire les pertes de masse ne débutent qu'à partir de 660°C (figure III.15.a) ; La présence de matières organiques et d'hydrates dans le calcaire d'Euville peut s'explique Leur perte de masse différente.

Pour les granulats siliceux (figure III.15. b), la perte de granite de Senones est plus remarquable par rapport au quartzite. Dans ce granite le départ d'eau d'adsorption est vers 100°C. Au de-la de 100°c les pertes de masse importante peuvent expliquer par les teneurs assez élevées en chlorite, kaolinite et séricite.

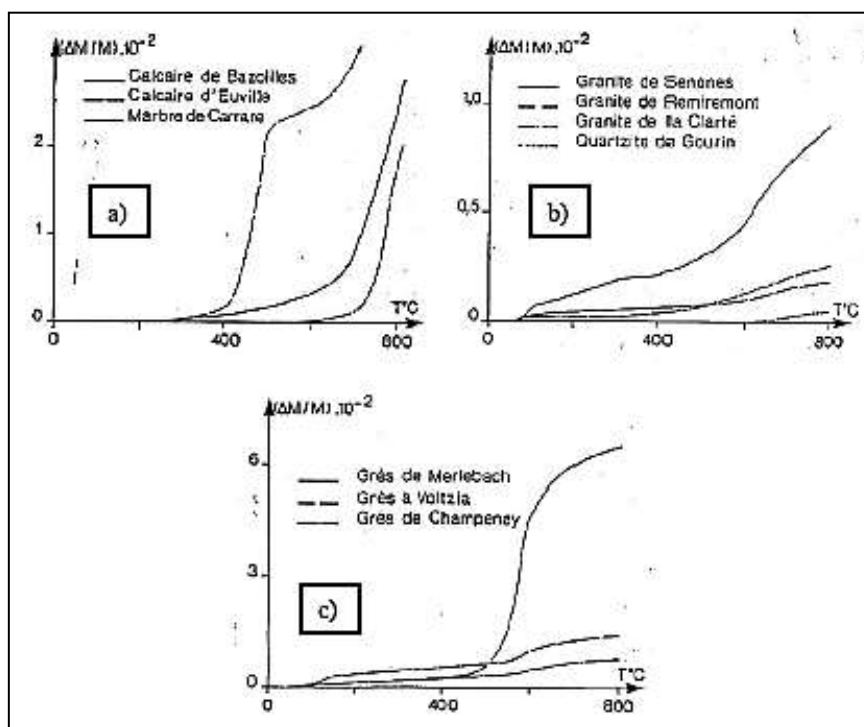


Figure III. 15: Variation de poids en fonction de la température, a) roches carbonatées ; b) roches de la famille des granites ; c) grès. [Homa 1986]

Pour les deux types de grès à Voltzia et de Champenay (figure III.15.c), les pertes de poids sont assez similaires par contre Le grès de Merlebach présente une diminution de poids beaucoup plus importantes provoquées en particulier par la présence de matières organiques. Argiles, limonite, pyrite.

III.6. Modifications minéralogiques des minéraux sous haute température

Certaines modifications minéralogiques des roches peuvent avoir lieu sous température ces transformation peuvent influencer fortement sur leur comportement physico-chimique. Nous décrivons dans ce paragraphe les transformations subies par les minéraux rencontrés le plus couramment dans les granulats pour béton.

III.6.1. Le quartz

Ce minéral est considéré comme le plus critique et pourtant les granulats siliceux. Les travaux de [BAZA 1996] et [KHOU 2007] montrent qu'à partir de 573°C, à la pression ambiante, une légère rotation des liaisons entre tétraèdres conduit à une forme cristalline de symétrie hexagonale : le quartz β . Cette transformation est facilitée par la similitude cristallographique de ces deux variétés de quartz et elle est parfaitement réversible. Ce changement de phases brutal d'un état α à un état β s'accompagne d'un changement de volume de 1 à 5,7%. [GERA 1992] notent que la dilatation volumique du quartz peut aller jusqu'à 8%. Après 573°C, Fenner [FENN 1913] ; a observé la transformation du quartz β en tridymite à 867°C et puis en cristobalite à 1470°C. Ces températures de transition de phase dépendent de la pression [BERR 1959]. La (figure III.16) présenté le diagramme de phase de la silice en fonction des températures et la pression de transition

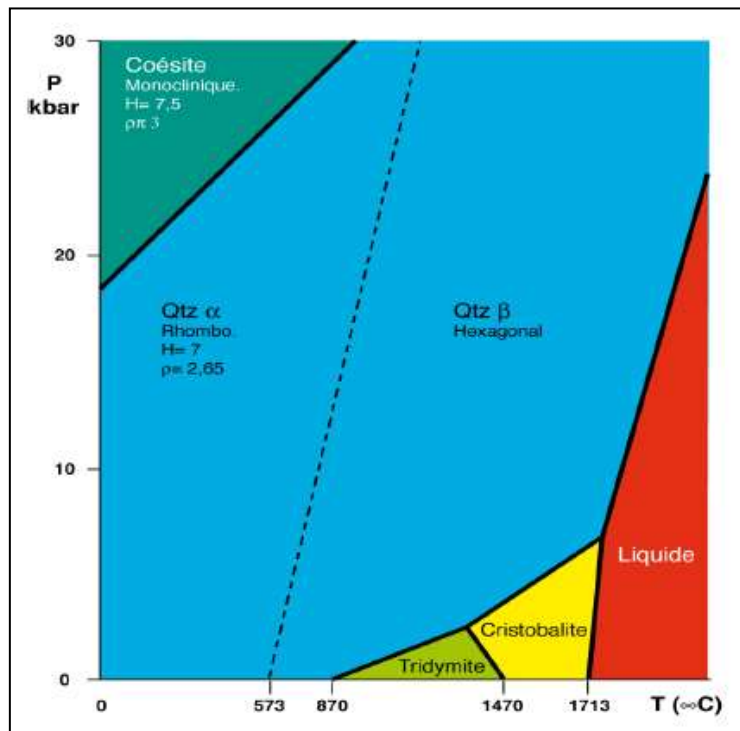


Figure III. 16: Diagramme de phase du silice [ELER 2002].

III.6.2. Calcite

La calcite, après le quartz, est le minéral le plus répandu à la surface de la terre. La décomposition thermique de calcite, communément appelé calcination, a été connue de l'humanité depuis l'avènement de la pyrotechnie [ELER 2002] , La calcite commence à se dissocier (décarbonatation) dans un four aéré à partir de 660°C [JOUE 1980] .Deer a noté, par contre, que les granulats calcaires présentent un bon comportement thermique jusqu'à 700°C [DEER 1992] .La figure III.17 présente les diagrammes de XRD de calcite calcinée à différentes températures : schémas correspondent à des poudres (750, 800, et 1 150°C).

Un petit pic de CaO a été détecté à des premier 750°C, correspondant à une quantité de 6,2% en poids de CaO. Au de-la de 800°C calcite Appel pics de Bragg ont disparu et les principaux sommets de CaO ont été observés à la T (111, 200, 220, 311, 222, et 400). Au-delà de cette température, il y a apparition de phénomène : Le carbonate de calcium commence à se décomposer en monoxyde de calcium (CaO) appelé chaux. Cette réaction évacue une quantité de CO₂ considérable qui atteint un pic à environ 800°C. La décarbonatation est complète à 898°C Khou [KHOU 2007]. Cela entraîne une déstructuration du granulats. Le monoxyde de calcium formé peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite de formule Ca(OH)₂.

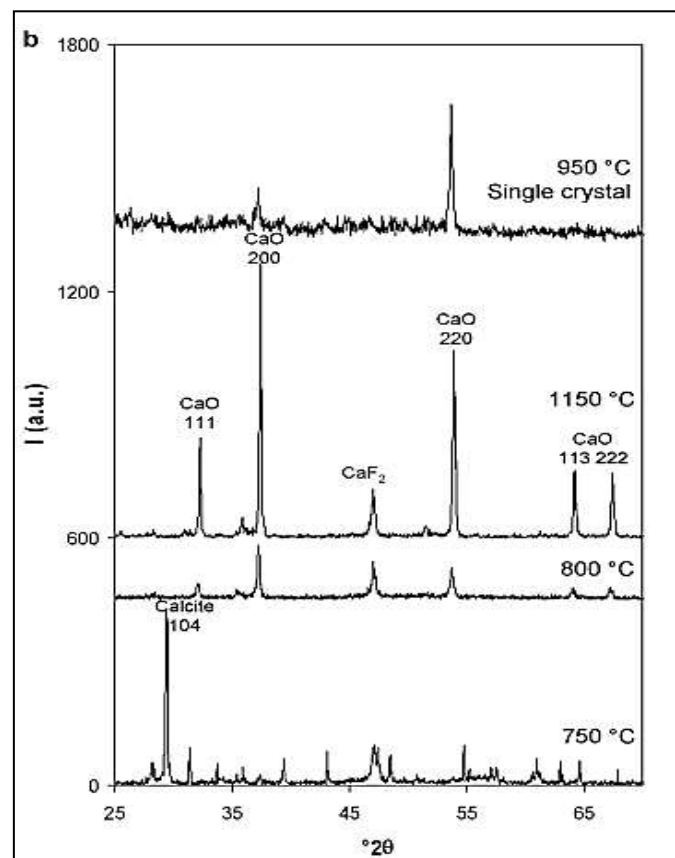


Figure III. 17: Les diagrammes de XRD de calcite calcinée à différentes températures [DEER 1992].

III.7. Conclusion :

Dans cette première partie, quelques rappels concernant l'effet de haute température sur la microstructure du béton ont été présentés et une attention particulière a été consacrée au comportement des granulats sous l'effet de la température. En effet, une augmentation de température engendre une décomposition des C-S-H entraînant la perte de l'eau chimiquement liée et donnant naissance à la déshydratation. En outre, cette élévation de température induit une modification de la microstructure du béton et de ses propriétés thermiques (conductivité thermique, diffusivité, chaleur spécifique et perméabilité) et mécaniques (résistance à la compression et à la traction, et énergie de fissuration).

Nous avons pu constater une diminution graduelle des différentes propriétés mécaniques accompagnée d'une augmentation de la perméabilité expliquant la dégradation du matériau béton.

L'étude bibliographique montre clairement que le comportement à haute température des bétons dépend très étroitement des modifications microstructurales et physico-chimiques qui se produisent au sein du matériau. Mais le lien entre ces modifications à l'échelle de la microstructure et le comportement macroscopique du béton n'est pas encore clairement établi. Notre objectif est donc également de relier le comportement macroscopique à l'étude de la microstructure des granulats sous l'effet de la température.

PARTIE 2

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

IV.1. Introduction

Ce chapitre détaille la campagne d'essais menés pour caractériser les matériaux utilisées (ciment, sable et granulats), à travers leurs propriétés physiques, géométriques, mécaniques, physiques, morphologiques et enfin chimiques et minéralogiques.

Après avoir caractérisé les différents matériaux dans la première partie de ce chapitre, nous allons présenter les formulations des bétons confectionnés et le programme expérimental destiné à évaluer l'effet du type de granulats sur le comportement de béton sous hautes température du point de vue mécanique, physique et microstructurales.

IV.2. Caractéristiques des matériaux utilisés :

IV.2.1. Le ciment

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

Les caractéristiques spécifiques de ce ciment tels que les analyses chimiques élémentaires, la composition minéralogique (composition hypothétique du clinker selon BOGUE), les propriétés physiques, les propriétés mécaniques, ...etc, sont présentés dans les Tableaux suivants (Tableau. IV.1, IV.2 et IV.3).

Tableau IV. 1 : Composition minéralogique du ciment portland composé (% massique).

Composition Élémentaire	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	CaO	Gypse
Teneur (%)	54,08	22,33	4,44	15	0,73	5

Tableau IV. 2: Analyse chimique élémentaire du ciment portland composé (% massique).

Composition Élémentaire	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	Cl ⁻
Teneur (%)	23,07	4,94	4,88	58,95	/	1,92	0,35	0,13	0,73	0,002

Tableau IV. 3: Les propriétés physiques et mécaniques de ciment utilisé.

Propriétés physiques et mécaniques	Valeurs
Consistance normale de la pâte de ciment (%)	25-28.5
Finesse suivant la méthode de Blaine	4150-5250
Retrait à 28 jours en µm/n	<1000
Expansion en mm	0.3-2.5
Temps de début de prise à 20°C (mn)	140-195
Temps de fin de prise à 20° C (mn)	195-290
La résistance à la compression en MPa de 02 jours	≥ 10

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La résistance à la compression MPa de 28 jours	≥ 42.5
--	-------------

IV.2.2.L'eau :

Afin d'éviter l'influence des ajouts agressifs qui se trouvent dans l'eau et pour assurer la bonne réaction entre l'eau et les composants de ciment (réaction d'hydratation de ciment), l'eau utilisée pour la fabrication de mélange et de béton est potable. Conformément à la norme EN 1008. Les résultats de l'analyse chimique de l'eau sont représentés dans le tableau VI.4.

Tableau IV. 4: Résultats de l'analyse chimique de l'eau utilisée.

Paramètre	Quantité	Commentaire
pH	8.18	Acceptable pour le gâchage.
Conductivités	1250 $\mu\text{s/cm}$	
Taux de (Cl^-)	0.24mg/l	0.05 à 0.50
Taux de (NO_2^-)	0,15 mg/l	> à la concentration max(0.1)
Taux de (NO_3^-)	1,8 mg/l	< à la concentration max (50)
Turbidité	1,44 NTU	
Dureté total	6,72 °F	15-50
Résidu sec	100 mg/l	

Les résultats obtenus montrent que l'eau testée est apte pour la confection du béton.

IV.2.3.Les granulats

Dans le cadre de notre étude, Nous nous sommes intéressés à cinq types de granulats différents selon leurs caractéristiques morphologiques, composition chimique et nature minéralogique, pour bien déterminer l'effet de ces paramètres sur le comportement de béton sous haute température.

Ces granulats proviennent de différentes régions de l'Algérie G1 'Mzara wilaya Sétif ' G2 'Belymor wilaya Bordj Bou Arreridj' G3 El M'hir wilaya Bordj Bou Arreridj' G4 'El Ache wilaya Bordj Bou Arreridj' et G5 'Boussaâda wilaya M'sila '. Leur classe granulaire est de (0/3,3/8,8/15et 15/25).

Différents essais de caractérisation ont été effectuées sur ces granulats.

IV.2.3.1. Caractéristiques morphologiques

IV.2.3.1.1. Analyses granulométriques

La granulométrie est l'un des paramètres les plus importants à considérer dans l'établissement d'une formulation de béton. Cet essai sont menées selon les recommandations des normes EN 933-1.

Les différent type de granulats sont traite de façon à obtenir la même granulométrie.

Cette opération a été réalisée afin d'éliminer l'effet de la granulométrie sur la résistance mécanique et par conséquent leur effet sur le comportement des bétons confectionne sous haute température.

Les résultats d'analyse granulométrique de 5 types de granulats sont résumés dont la figure suivante :

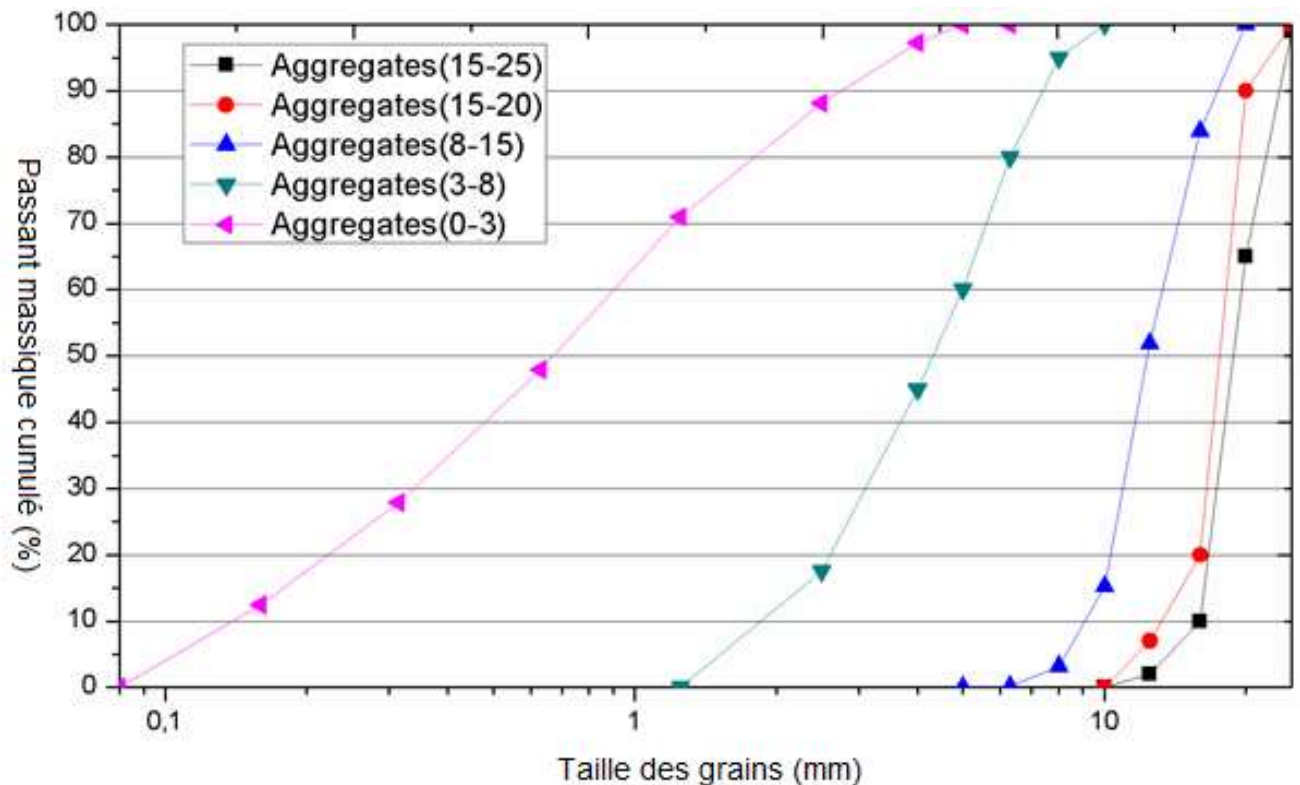


Figure IV. 1: Analyse granulométriques.

IV.2.3.1.2. Analyses morphologiques

Nous pouvons observer visuellement une différence morphologique entre les granulats étudiés. Nous constatons leurs différences en termes d'aspect de surface et de forme avant une analyse plus approfondie.

Dans notre étude trois paramètres morphologiques peuvent influencer le comportement de béton soumis à haute température ont été étudiés, ces paramètres sont :

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La circularité ; est l'écart à un cercle parfait elle est calculée à partir de la formule suivante :

$$C = \frac{4\pi S}{P^2} \dots \dots \dots (1)$$

Où P est le périmètre et S la surface de la silhouette de la particule [BELA 1999]

Le facteur d'aspect ; est défini par le rapport entre l'axe maximal D_{max} et l'axe minimal D_{min} d'une ellipse qui enveloppe la particule [Hami 2010].

$$FA = \frac{D_{max}}{D_{min}} \dots \dots \dots (2)$$

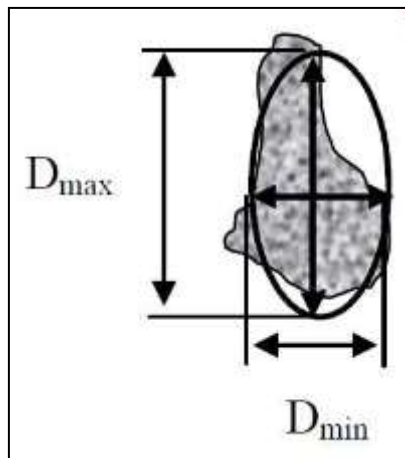


Figure IV. 2 : Mesure de facteur d'aspect.

La convexité ; est définie comme le rapport entre la surface convexe de Hull divisée par la surface réelle de la particule.

La surface convexe de Hull est définie par le plus petit polygone convexe qui peut contenir la région occupée par la surface de la particule. [TALE 2000]

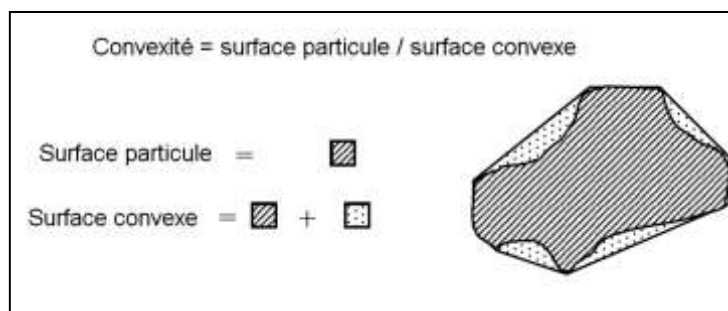


Figure IV. 3: Mesure de la convexité [TALE 2000]

Les paramètres morphologies des granulats ont été calculés à l'aide d'un logiciels spécialisés dans le traitement et l'analyse d'images appelé « ImageJ© ».

ImageJ est un logiciel multiplateforme et open source de traitement et d'analyse d'images développé par les National Institutes of Health. Il est écrit en Java et permet l'ajout de nouvelles fonctionnalités via des plugins et macros.

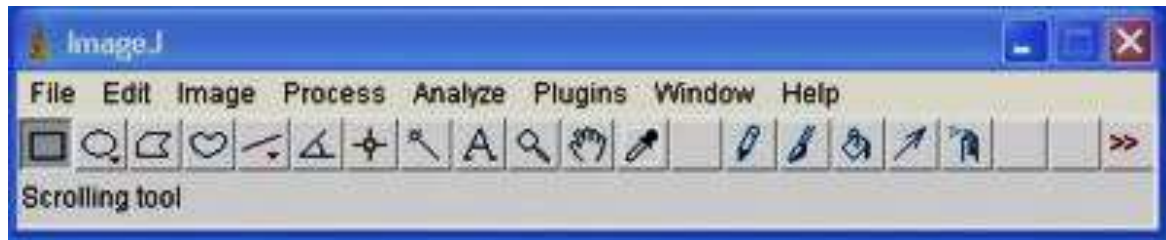


Figure IV. 4: Fenêtre principale d'ImageJ.

Les analyses de morphologie sont issues d'images prises par une appareil photo numérique à haute définition sur les échantillons de granulats utilisés (100 particules de 3 classe granulatoire différents pour chaque type de granulats sont caractérisées pour obtenir les paramètres morphologiques). Les résultats obtenus sont classés dans le tableau IV.5.

Tableau IV. 5 : Résultats des paramètres morphologiques des 5 types de granulats.

	Gr1	Gr2	Gr3	Gr4	Gr5
Circularité	0,7440	0,7576	0,7311	0,7166	0,7603
Facteur d'aspect	1,4402	1,4127	1,4534	1,4216	1,4457
Convexité	0,9774	0,9791	0,9651	0,9685	0,9677

IV.2.3.2. Caractéristiques physiques

IV.2.3.2.1. Masses volumiques

La masse volumique est l'une des plus importantes caractéristiques physiques des granulats influençant sur le comportement de béton frais et par conséquent leur performance après durcissement. Différentes masses volumiques peuvent être définies pour les granulats : masses volumiques apparente en vrac et absolue. Selon le mode opératoire utilisé au laboratoire et conformément à la norme NF EN 1097.

Masses volumiques apparentes en vrac

Selon le mode opératoire de la norme NF EN 1097-6, sert à caractériser la masse volumique apparentes en vrac. On l'obtient par la relation suivante :

$$\rho_v = \frac{M_n - M_0}{V_r}$$

Où - M_0 est la masse du récipient.

- M_n est la masse M_0 à laquelle s'ajoute celle de l'échantillon mis en place sans tassement.

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

b. V_r est le volume du récipient.

Les résultats obtenus sont classés dans le tableau IV.6.

Tableau IV. 6: La masse volumique apparente (γ) du granulat [(0/3), (3/8), (8/15) et (15/25)].

	Classe	$\gamma_{app\ moy}$ (g/cm³)
Gr1	0-3	1.58
	3-8	1,36
	8-15	1,43
	15-25	1,46
Gr2	0-3	1.54
	3-8	1,39
	8-15	1,44
	15-25	1,46
Gr3	0-3	1.57
	3-8	1,42
	8-15	1,46
	15-25	1,46
Gr4	0-3	1.57
	3-8	1,43
	8-15	1,44
	15-25	1,46
Gr5	0-3	157
	3-8	1.44
	8-15	1.43
	15-25	1.46

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La masse volumique absolue :

La masse volumique absolue est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre des grains.

La masse volumique absolue est donnée par :

$$\rho_{\text{abs}} = m / (V_{\text{abs}}) \quad \text{et} \quad V_{\text{abs}} = V_{\text{T}} - V_{\text{v}}$$

ρ_{abs} : La masse volumique absolue.

m : la masse de matériau (en g).

V_{abs} : le volume absolu de matériau (en cm^3).

V_{T} : le volume total de matériau (en cm^3).

V_{v} : le volume de vide de matériau (en cm^3).

L'opération se fait 03 fois et en prendre la moyenne. Les résultats obtenus sont classés dans le tableau IV.7:

Tableau IV. 7: La masse volumique absolue(ρ_{abs}) du granulat [(0/3), (3/8), (8/15) et (15/25)].

	Classe	$\rho_{\text{moy}} (\text{g}/\text{cm}^3)$
Gr1	0-3	2,55
	3-8	2,67
	8-15	2,55
	15-25	2,72
Gr2	0-3	2,66
	3-8	2,62
	8-15	2,57
	15-25	2,5
Gr3	0-3	2.67
	3-8	2.61
	8-15	2.69
	15-25	2.61
Gr4	0-3	2.67
	3-8	2.5
	8-15	2.67
	15-25	2.57
Gr5	0-3	2.55
	3-8	2.67
	8-15	2.61
	15-25	2.5

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La porosité : EN 1097-6

C'est le rapport du volume des vides d'un matériau à son volume total, elle représente donc le degré de remplissage de son volume occupé par les vides.

La porosité est exprimée en pourcentage (%) et définie par la relation :

$$P (\%) = \frac{V_v}{V_t} \times 100$$

En peut exploiter les résultats des masses volumiques pour déterminer la porosité de notre gravier d'où :

$$P (\%) = \left(1 - \frac{\rho}{\gamma}\right) \times 100$$

La compacité : EN 1097-6

C'est le quotient du volume des grains solides et le volume total du matériau, elle exprime en pourcentage (%) et donner par la relation suivante :

$$C(\%) = \frac{V_s}{V_t} \times 100$$

Aussi : $C(\%) = 1 - P$

L'indice des vides : EN 1097-6

C'est le rapport entre le volume occupé par les vides et le volume de la partie solide des grains, V étant le volume total occupé par les granulats.

$$e (\%) = \frac{V_v}{V_s}$$

Aussi : $e (\%) = \frac{1-C}{C}$

Les grandeurs de la porosité, la compacité et l'indice des vides des granulats sont rapportés sur le tableau suivant :

Tableau IV. 8: Porosité, compacité et indice des vides du gravilat.

	Classe	P	C	E
Gr1	0-3	38,039	61,961	0,984
	3-8	49,064	50,936	0,98
	8-15	43,922	56,078	0,982
	15-25	46,324	53,676	0,981
Gr2	0-3	42,105	57,895	0,983
	3-8	46,947	53,053	0,981
	8-15	43,969	56,031	0,982
	15-25	41,6	58,4	0,983
Gr3	0-3	41,199	58,801	0,983
	3-8	45,594	54,406	0,982
	8-15	45,725	54,275	0,982
	15-25	44,061	55,939	0,982
Gr4	0-3	41,199	58,801	0,983

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

	3-8	42,8	57,2	0,983
	8-15	46,067	53,933	0,981
	15-25	43,191	56,809	0,982
Gr5	0-3	38,431	61,569	0,984
	3-8	46,067	53,933	0,981
	8-15	45,211	54,789	0,982
	15-25	41,6	58,4	0,983

La résistance à la fragmentation (Essai Los Angeles) : EN 1097- 2

Nous avons effectué cet essai pour estimer la résistance à la fragmentation par chocs ou bien la dureté des différents agrégats utilisés dans notre étude. Les résultats obtenus sont inscrits dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV. 9 : Résultats d'essai de Los Angeles du gravier utilisé.

	Gr1	Gr2	Gr3	Gr4	Gr5
LOS ANGELOS (%)	17,16	17,71	24,51	21,37	16,67

Les valeurs de la résistance à la fragmentation montrent que les graviers testés sont durs et reconnus apte pour la confection du béton.

Degré d'absorption d'eau : EN 1097-6

C'est le pouvoir d'un matériau d'absorber et de retenir l'eau. Elle est exprimée en (%) et définit par la formule :

$$A (\%) = [(M_H - M_S)/M_S].100 \dots\dots(IV.12)$$

M_H : La masse du matériau saturé d'eau en (g).

M_S : La masse du matériau sec en (g).

Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau IV. 10: Degré d'absorption d'eau des agrégats (3/8), (8/15) et (15/25).

	Classe	A%
Gr1	3-8	2.50
	8-15	1.50
	15-25	1.17
Gr2	03-8	2.45
	8-15	1.47
	15-25	1.37
Gr3	03-8	2.30
	8-15	1.33

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

	15-25	1.13
Gr4	03-8	2.23
	8-15	1.58
	15-25	1.27
Gr5	03-8	1.50
	8-15	1.25
	15-25	1.05

IV.2.3.3. Caractéristique chimique

Compositions chimiques Fluorescence X :

La fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire non-destructive de l'échantillon, Le principe de cette technique est de bombarder un échantillon avec des rayons X, de manière à exciter les atomes dans leurs couches internes, ce qui provoque une fluorescence dans le domaine des rayons X. Les photons de fluorescence ont une énergie caractéristique de l'atome qui les ont émis, et c'est ainsi qu'on peut les caractériser.

La spectrométrie utilisée est la XRF (fluorescence à rayon X) pour la détermination de : SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, SO₃, P₂O₅, MnO, Cr₂O₃ et SrO.

Tableau IV. 11: La composition chimique des différents granulats.

	Gr1	Gr2	Gr3	Gr4	Gr5
SiO₂	1.86	13.42	2.34	6.43	93.09
Al₂O₃	0.69	2.72	0.26	2.22	1.10
Fe₂O₃	0.38	2.85	0.26	1.93	1.53
CaO	93.27	74.73	94.47	87.3	5.17
MgO	3.69	4.83	2.71	1.31	0.46
K₂O₃	0.16	0.51	0.01	0.15	0.13
Na₂O	0.09	0.06	0.09	0.08	0.44
SO₃	0.09	0.93	0.1	0.63	0.1
Cl	0.06	0.05	0.04	0.05	0.01

IV.3. Confection de béton teste

IV.3.1. Formulation de béton :

Notre étude est menée en premier lieu dans le but de déterminer l'effet de la nature morphologique et minéralogique de granulats sur le comportement de béton soumis à haute température et en suite trouve la loi qui régit ces comportements par des méthodes statistique. Pour déterminer la composition de notre béton, nous avons utilisé la méthode de Dreux-Gorisse [DREU 1998]. Pour chaque type de granulat, nous avons confectionné un béton ordinaire avec un rapport E/C = 0.65 et un dosage de ciment = 340kg/m³.

La dimension maximale de granulat est égale à 8 mm pour les éprouvettes utilisées pour étudier l'effet de la nature morphologique, chimique et minéralogique et égale à 15mm, 20mm et 25mm pour étudier de l'effet de diamètre des granulats sur le comportement de béton soumis à haute température.

Le Béton confectionné est un béton normal de classe C25/30. Avec une consistance plastique. La composition des bétons étudiés en utilisant la méthode Dreux-Gorisse ; les différents mélanges confectionnés dans notre étude (pour 1 m³) sont présentés dans le tableau IV.12 :

Tableau IV. 12: Composition d'un mètre cube des bétons étudiés.

Mélanges	Ciment (kg)	Eau (kg)	Classe Granulaire (Kg)				
			0-3	3-8	8-15	15-20	15-25
G1	340.0	224.0	688,28	1037,06	-	-	-
G2	340.0	224.0	717,97	1017,64	-	-	-
G3	340.0	224.0	717,97	971,03	-	-	-
G4	340.0	224.0	717,97	1017,64	-	-	-
G5	340.0	224.0	702,78	1103,78	-	-	-
G6	340.0	224.0	717,97	971,03	-	-	-
G7	340.0	224.0	577,96	271,60	939,19	-	-
G8	340.0	224.0	582,22	222,30	582,22	404,31	-
G9	340.0	224.0	585,96	223,73	585,96	-	406,91

Dans la deuxième partie une substitution entre les deux types de granulats caractérisés dans la première partie et riche en SiO₂ pour le Gr5 et CaO pour le Gr3 a été effectuée, cette substitution nous permet de déterminer l'effet de la composition chimique des granulats ; présenté par le taux de SiO₂ et CaO qui sont les 2 composants Les plus dominante sur la composition chimique

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

des granulats ; sure les caractéristiques physico-mécaniques des bétons soumis à haute températures

Onze mélanges des bétons ont été formulés selon méthode de Dreux-Grorisse [DREU 1998]. Avec le même rapporte $E/C = 0.65$ et le même dosage de ciment = 340kg/m^3 . Nous présentons dans le tableau IV.13 les compositions retenues des onze bétons étudiés.

Tableau IV. 13: Composition d'un mètre cube des bétons étudiés

Mélanges	Ciment (kg)	Eau (kg)	Classe Granulaire (%)		
			0-5	3-8	
B1	340.0	224.0	717,97	971,03	100% G3
B2	340.0	224	716,45	984,30	90% Gr3+10% Gr5
B3	340.0	224	714,93	997,58	80% Gr3+20% Gr5
B4	340.0	224	713,41	1010,85	70% Gr3+30% Gr5
B5	340.0	224	711,89	1024,13	60% Gr3+40% Gr5
B6	340.0	224	710,37	1037,40	50% Gr3+50% Gr5
B7	340.0	224	708,86	1050,68	40% Gr3+60% Gr5
B8	340.0	224	707,34	1063,95	30% Gr3+70% Gr5
B9	340.0	224	705,82	1077,23	20% Gr3+80% Gr5
B10	340.0	224	704,30	1090,50	10% Gr3+90% Gr5
B11	340.0	224.0	702,78	1103,78	100% Gr5

IV.3.2.Fabrication et conditionnement des éprouvettes

Nous allons exposer la méthodologie des expériences menées sur les différents types de bétons confectionnés dans notre étude. Ces techniques expérimentales seront menées conformément aux normes en vigueur. Le protocole des étapes de fabrication de béton est le suivant :

- Correction de la quantité d'eau à introduire dans le malaxeur en utilisant un étuvage des granulats à une température de 105°C .
- Le malaxage selon la norme **NF EN 12390-2**.
- Mesure l'affaissement au cône d'Abrams (Slump test)
- Coulage des bétons frais dans les moules en deux couches. Chaque couche est vibrée pendant 20 secondes.

IV.3.3. Mode de conservation et durcissement :

- Nous avons conservé les éprouvettes dans leurs moules pendant les premières 24 heures dans une ambiance à $20^{\circ}\text{C} \pm 2$. Le degré d'humidité du milieu de conservation a une influence importante sur la résistance du béton [DREU 1998].
- Après démoulage, elles sont conservées dans un bac d'eau (température 20°C et une humidité de 100%) jusqu'au moment de l'essai. Ces derniers sont réalisés à 7, 14 et 28 jours.

IV.4. Cycle chauffage /refroidissement

Les éprouvettes de béton et les échantillons de granulats subissent un pré-séchage en étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de leur masse (la différence entre deux pesées espacées d'un moins 24 heures, était de l'ordre de la résolution de la balance utilisée pour réaliser des observations). La température de 60°C a été choisie afin d'évaporer le maximum d'eau libre présent dans le béton. Pour éviter le risque de l'éclatement des éprouvettes dans le four.

Les cycles des chauffage/refroidissement imposés pour le traitement thermique des éprouvettes et les échantillons de granulats composés d'une phase de montée en température avec un pas de $1\text{C}^{\circ}/\text{min}$, une deuxième phase de stabilisation à température constante d'une heure pour chaque palier de $400\text{-}550\text{-}650\text{-}800^{\circ}\text{C}$ et une troisième phase de refroidissement jusqu'à la température ambiante.

Les consignes de température choisies correspondent au début de la décomposition de la (décarbonatation) des granulats calcaires selon [Homa 1986] à 400°C et aussi au expansion significative (entre 400°C et 600°C), la transformation du quartz α en quartz β qui apparaît progressivement entre 500°C et 650°C , Entre 600°C et 800°C , il est observé une plus importante perte de masse des bétons de granulats calcaires en lien avec le départ du CO_2 [Kodu 2003] [Xiao 2006] [Ario 2007]

Figure IV.5 présentes les évolutions de la température en fonction du temps pour les 4 cycles étudiés

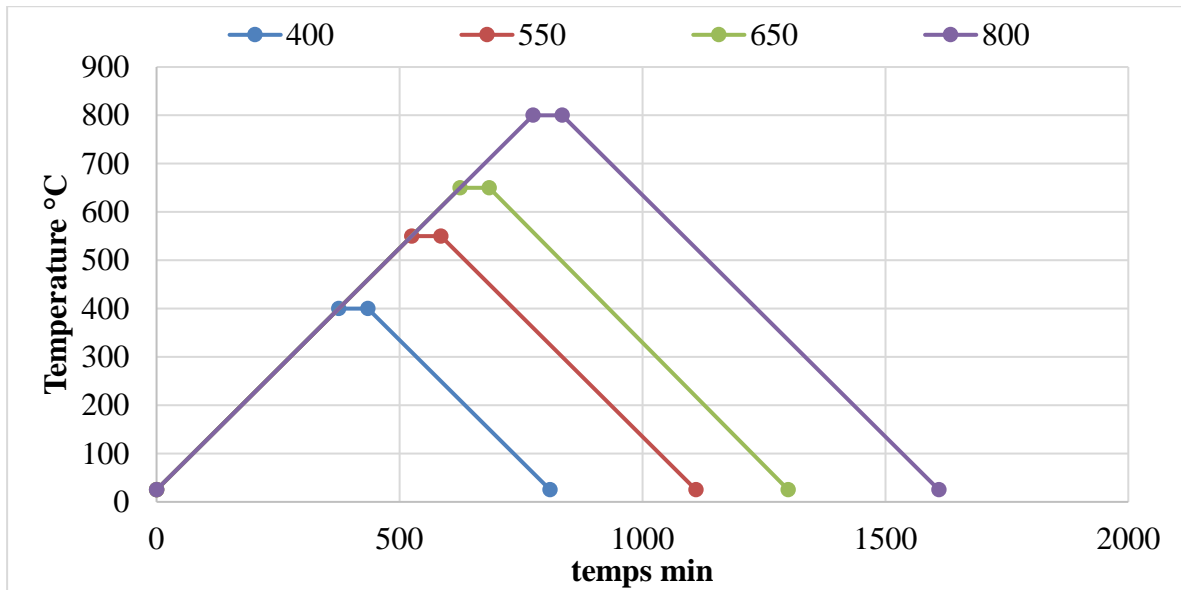


Figure IV. 5: Cycle chauffage/ refroidissement.

Les cycles de chauffage-refroidissement sont réalisés dans un four électrique programmable de dimensions 65x45x45 cm (Figure IV.6) dont la température peut monter jusqu'à 850°C.



Figure IV. 6: Four à moufle

IV.5. PROCEDURES EXPERIMENTALES :

IV.5.1. La Résistance mécanique :

L'essai pour déterminer les résistances mécaniques ont été effectuées après la phase de refroidissement sur 3 éprouvettes intactes au minimum.

IV.5.1.1. La résistance à la compression (NF EN 12390-4)

L'essai de compression est mené sur des éprouvettes de forme cubiques normalisée (10*10*10 cm) pour la partie de l'Influence de diamètre des granulats et (4*4*16 cm) pour les bétons confectionne pour afin de déterminer l'effet de la nature minéralogiques et morphologiques des granulats sur le béton soumis à haute température.

L'essai a pour but de connaître la résistance à la compression. L'éprouvette étudiée est soumise à une charge croissante jusqu'à la rupture.

Le protocole des étapes de cet essai est le suivant :

- L'éprouvette, une fois rectifiée doit être centrée sur la presse d'essai avec une erreur inférieure à 1% de son diamètre.
- La mise en charge doit être effectuée à raison de 0.5 MPa avec une tolérance de ± 0.2 MPa.
- La charge de rupture est la charge maximale enregistrée au cours de l'essai.
- La résistance à la compression est le rapport entre la charge de rupture et la section transversale de l'éprouvette [DREU 1998]

$$R_c = F/S$$

R_c : résistance à la compression (MPa).

F : la charge de rupture (N).

S : section de l'éprouvette (mm²).

Les essais pour détermine La résistance à la compression ont été effectué utilisant deux types de presse hydraulique (Figure IV.7) .pour les éprouvettes 10*10*10 la presse utilisée répond aux normes EN 12390-4, de 3000 kN comporte deux parties une unité de commande et une deuxième de pression : où on met l'éprouvette d'essai

Pour les éprouvettes 4*4*16 L'essai est effectué sur les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion, ils sont écrasés en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40 mm x 40 mm. Les prismes sont testés en compression simple à l'aide d'un dispositif spécifique figure IV.7 suivant la norme EN 196-1.



Figure IV. 7: Dispositif de mesure des propriétés mécaniques en compressions

- (1) pour les éprouvettes 10*10*10 à gauche
- (2) pour les éprouvettes 4*4*16 à droite

IV.5.1.2. La résistance à la flexion : [NF EN 12390-5] :

Les éprouvettes confectionnés pour cet essai sont des éprouvettes prismatiques (4×4×16) cm³. Cet essai permet de déterminer l'effet de la nature morphologique et minéralogique des granulats d'une part ; et la composition chimique des granulats de l'autre, sur la résistance mécanique à la flexion des bétons soumis à haute température. Le protocole suivi est celui de la norme NF EN 12390-5.

Le bâti et l'échantillon sont installés au centre de la presse. Au cours de l'essai, la presse est programmée et pilotée en force à une vitesse de 10 N/s.

L'échantillon subit une force qui est répartie linéairement sur la face supérieure. La répartition des contraintes est linéaire dans l'échantillon, la contrainte de traction étant maximale en face inférieure et pour une certaine valeur de contrainte, il y a rupture de l'éprouvette.

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

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

Où :

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

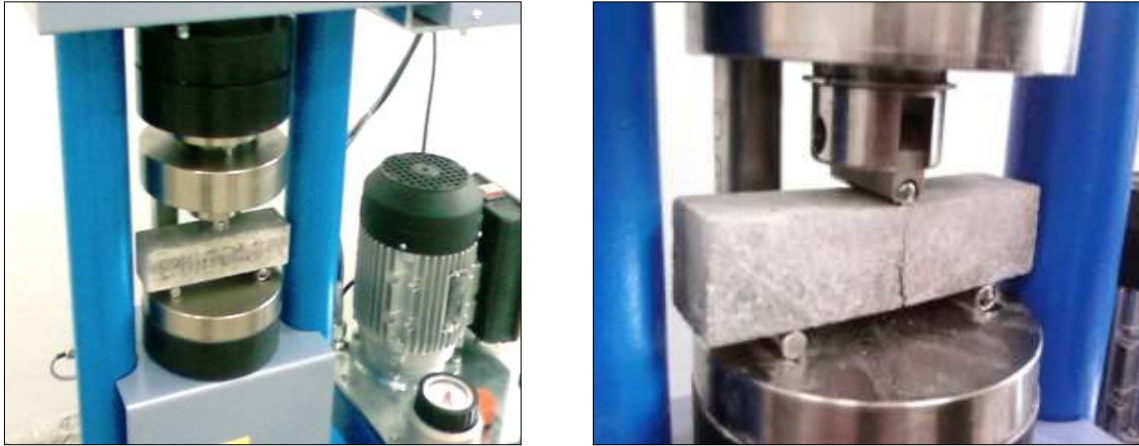


Figure IV. 8: Dispositif de mesure des propriétés mécaniques à la flexion.

IV.5.2. Mesure de la Perte de masse

Durant l'échauffement, la masse du béton et des échantillons de granulats sont soumise à une variation due à l'évaporation d'eau et à des réactions chimiques au sien de béton et des granulats.

La perte de masse a été calculée par rapport à la masse initiale des d'éprouvettes intact (certaines éprouvettes ont été endommagées par des phénomènes d'écaillage et/ou d'éclatement). La perte de masse est exprimée en pourcentage est obtenue par la formule suivante :

$$m = \frac{m_j - m_i}{m_i} \times 100\%$$

Avec :

m_i –masse initiale de l'échantillon avant de le mettre dans le four [g]

m_j – la masse de l'échantillon refroidi après le cycle de chauffage-refroidissement

m – perte de masse [%]

Les pesées ont été effectuées avec une balance de résolution de 0,1g pour les éprouvettes de béton (4*4*16) et de 1g pour les échantillons de de béton (10*10*10).

Nous utilisons la même équation pour calculer la perte de masse des granulats avec une balance de résolution de 0,1g

IV.5.3.L'Absorption capillaire NF P18-364 :

L'absorption d'eau par capillarité d'une éprouvette de béton est directement liée à la taille et forme des pores, ainsi que la connectivité du milieu poreux.

Le principe est que lorsqu'un milieu poreux à l'état sec est mis en contact avec de l'eau, le fluide non mouillant (air) qui remplissait les pores est déplacé par le fluide mouillant (eau) sans qu'une pression extérieure soit appliquée [BECK 2003].

Le principe de cet essai consiste à placer la surface inférieure d'une éprouvette de béton dans 1 cm d'eau (Figure IV.9) et de mesurer la variation de masse de l'échantillon au cours de temps.

Les essais ont porté sur des éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$

Les éprouvettes sont préalablement séchées à $105 \text{ }^\circ\text{C}$ jusqu'à stabilisation de leur masse (variation de masse est inférieure à 0.01%) pour les témoins ; pour les éprouvettes soumis aux cycles de chauffage refroidissement utilisés directement sont séchées.

Les faces latérales sont recouvertes d'aluminium étanche comme présentes dans la figure VI.9. La masse d'eau absorbée a été déterminée par pesées successives des éprouvettes aux échéances de 0, 5, 10, 15, 30, 45, 60, 90, 115, 120 mn avant chaque pesée, la face de l'éprouvette en contact avec l'eau est essuyée avec un chiffon humide afin d'éliminer la pellicule d'eau superficielle retenue à la sous face de l'éprouvette.

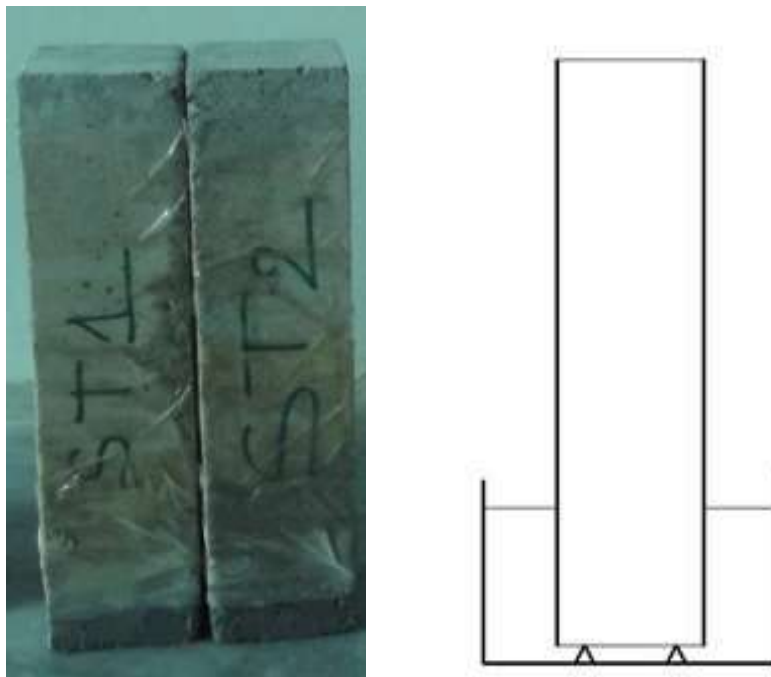


Figure IV. 9: Dispositif de mesure l'absorption capillaire.

IV.5.3.1. Le coefficient d'absorption à l'échéance T en (Kg/m²)

Avec la variation de la masse par unités de surface déterminée par la relation

$$Q_t = M_t - M_0/A$$

Q_t : Le coefficient d'absorption à l'échéance T en (Kg/m²)

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

M₀ : masse de l'échantillon après stabilisation du poids (après l'étuve) .

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

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

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

$$A_t = \Delta Q / \Delta \sqrt{t}$$

IV.5.4. Analyse microstructurale :

IV.5.4.1. Analyse élémentaire par fluorescence X

Les caractéristiques chimiques principales des granulats sont réalisées par fluorescence des Rayons X et des mesures de perte au feu sont aussi effectuées.

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse chimique élémentaire c'est-à-dire qu'elle nous permet de déterminer les concentrations en éléments purs. Cependant, les éléments sont souvent présents sous la forme de composés. Il est donc souhaitable de connaître les pourcentages de ces composés plutôt que d'éléments comme c'est le cas de la détermination de la composition chimique et minéralogique des granulats. Cette concentration en composés est calculée, en général par le logiciel d'analyse, à partir des concentrations en élément et des formules chimiques.

Cette analyse a été faite au sien de laboratoire d'analyse chimique de cimenterie de Ain el-Tota selon la norme NF EN 1744-1/IN1.

IV.5.4.2. Analyse minéralogique par diffraction aux rayons X (DRX) :

Afin d'étudier les modifications minéralogiques des échantillons des granulats des bétons avant et après l'exposition à haute température, la diffractométrie des rayons X (DRX) permet de quantifier les phases cristallisées présentes dans ces échantillons. La méthode permet ainsi clairement de distinguer les phases amorphes des produits cristallisés.

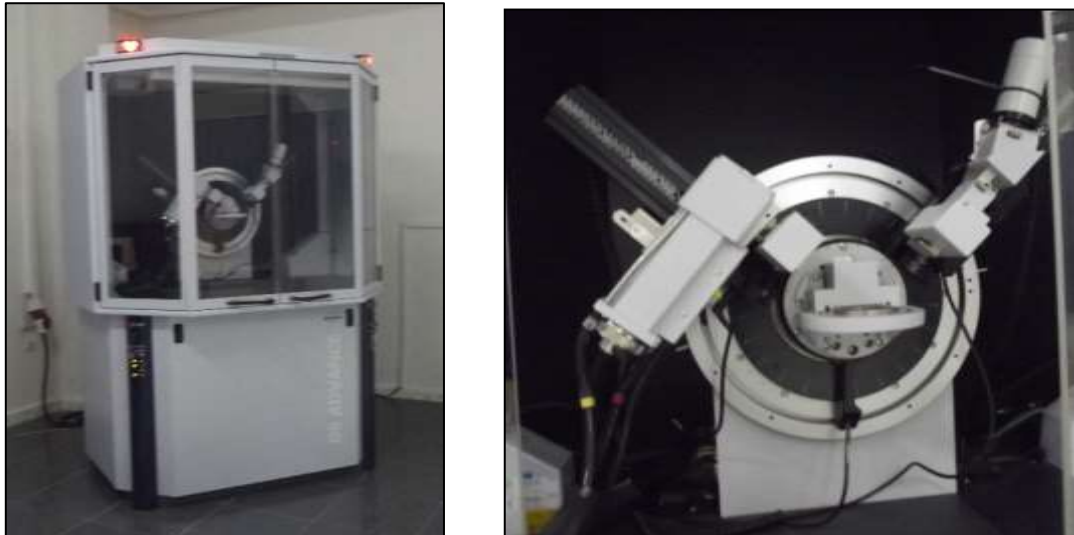


Figure IV. 10: Vue d'ensemble du diffractomètre de l'université de Biskra.

Pour réaliser les essais diffraction aux rayons X, nous avons pris des échantillons des granulats avant et après l'exposition à haute température. Pour obtenir des grains de diamètre inférieur à $50\ \mu\text{m}$ Les échantillons ont été bien broyés et tamisés. L'échantillon retenu pour analyse est placé dans des porte échantillons en plastique et mise en place dans l'appareil. Ils sont analysés avec un appareil Avance D8 de Bruker. Figure IV.10

Les diagrammes présentés dans notre étude ont été collectés sur un intervalle angulaire compris entre 6 et 66° , avec un temps d'acquisition de $1.5\ \text{s}$ par point. Le pas d'acquisition choisi est de $0,025^\circ$.

IV.5.5. Observation au microscope polarisant :

Le microscope polarisant est un outil d'observation de lames minces des échantillons (caractérisation pétrographique des granulats) et les changements dans granulats dans les bétons confectionnés et soumis à haute température), cette technique utilisée pour déterminer la nature, la distribution dans l'espace et le mode de formation des minéraux présents dans l'échantillon, Et aussi pour identifier les minéraux constitutifs des granulats, et permet également la description de la texture du matériau.

Le principe de fonctionnement de microscope polarisant (figure IV.11) repose sur l'utilisation de lumière passant à travers deux polarisants orientés perpendiculairement l'un par rapport à l'autre (l'analyseur et le polariseur sont orientés à 90° l'un par rapport à l'autre). On place une lame mince (section de minéral) entre polariseur et analyseur. Les minéraux polarisent la lumière selon ces caractéristiques. Les teintes de polarisation sont alors des couleurs artificielles ; nous pouvons identifier les compositions minéralogiques de granulats en utilisant le microscope optique polarisant Olympus BX 50 au laboratoire de géologie université de Sétif

Afin de réaliser une lame mince une éprouvette est taillée à la scie pour obtenir un parallélépipède collé sur la face d'une lame de verre et dépolie avec de la résine puis est mise sous presse. L'échantillon est amené ensuite à une épaisseur d'environ 40 micromètres avec la rectifieuse à meule. Les lames minces ont été préparées au niveau de l'ORGM (l'Office National de Recherche Géologique et Minière, wilaya de Boumerdes)



Figure IV. 11 Le microscope polarisant

IV.5.5.1. Préparation des lames mince :

Pour les observer au microscope, il est nécessaire de réaliser une préparation de très faible épaisseur appelée lame mince. Sa fabrication passe par trois étapes principales : le sciage d'éprouvette, le collage d'un échantillon sur une lame de verre, la réalisation de la lame mince proprement dite par usure de l'échantillon.

1- Le sciage d'éprouvette :

Il est réalisé à l'aide d'une scie circulaire diamantée. Deux coupes parallèles espacées d'environ 1 cm permettent de détacher une plaque de béton dans laquelle on découpe enfin un fragment ayant une taille d'un morceau de sucre.

2- Le collage sur lame de verre :

L'une des faces du "morceau de sucre" est aplanie à l'aide d'un tour à plateau horizontal par usure avec un abrasif. Cette face rectifiée est alors collée sur une plaque de verre par du "baume du Canada.

3- La réalisation d'une lame mince :



Figure IV. 12: Préparation des lames minces.

Le fragment de béton collé sur la lame est à nouveau découpé à la scie diamantée pour réduire son épaisseur à 2 mm environ. Il faut ensuite amincir encore cette section par usure sur le plateau du tour à l'aide d'abrasifs. En fin d'opération, le technicien contrôle avec un microscope polarisant le parallélisme des faces et l'épaisseur de la préparation qui doit être de 30 μm . A cette épaisseur, la plupart des minéraux sont transparents à la lumière et ils peuvent être étudiés sous un microscope. On recouvre enfin la préparation par collage d'une lamelle protectrice.

IV.5.6. Analyse au microscope à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique d'observation de la matière utilisant un faisceau d'électrons après avoir mis sous vide l'échantillon. Les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon ; ils sont diffusés de manière élastique et inélastique, la zone qui est influencée prenant la forme d'une poire [FIB 2007].

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilisé pour notre étude est un Hitachi S.3400 N à effet de champ (optique centre, université UBI, Portugal). Le détecteur des électrons rétrodiffusés est de type Multi channel Plate permettant de travailler à basse tension (1 kV) et à haute tension (36 kV), sa résolution est de quelques nanomètres. Le détecteur des rayons X est un détecteur SiGe de Oxford Instruments doté d'un système d'acquisition Link Isis, sa résolution est de 0,136 keV. Il est équipé d'une microsonde EDS pour l'analyse en sélection d'énergie (figure IV.13). L'identification de la microstructure du béton peut être réalisée au MEB à partir de fractures ou de surfaces polies.

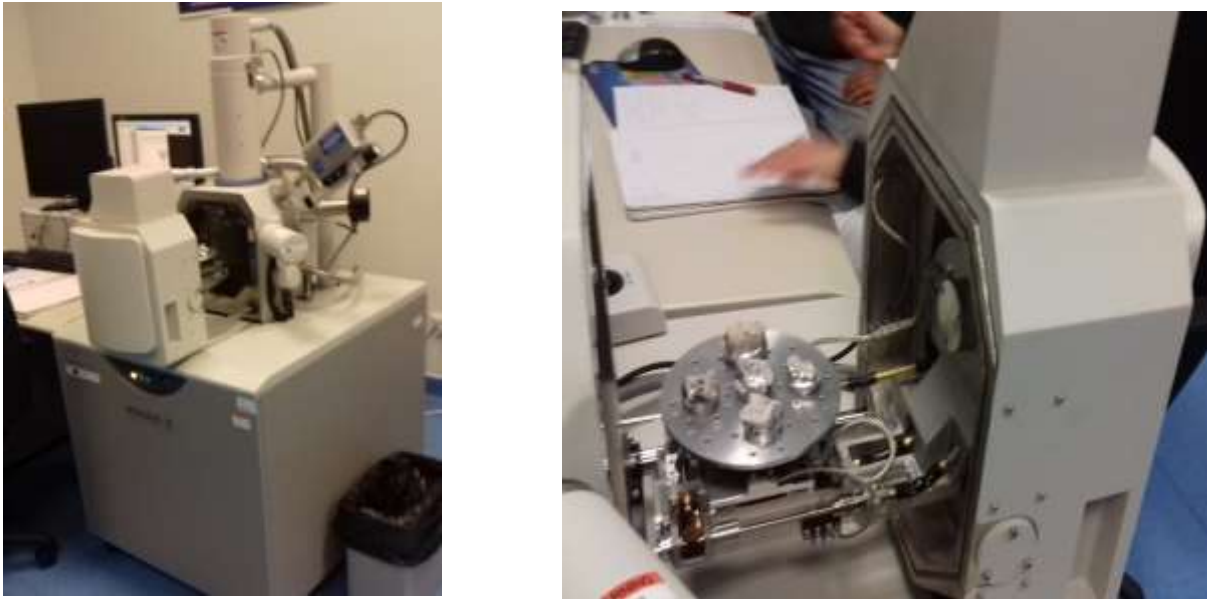


Figure IV. 13: Vue d'ensemble SEM HITACHI S.3400N.

IV.5.7. Le prosimètre par intrusion de mercure

Le prosimètre par intrusion de mercure "Mercury intrusion porosimetry" (MIP), est une technique puissante, qui peut être utilisée pour examiner la structure des pores aussi petite que 10 nm. La gamme de taille de pores impliquée dans cette technique est comprise entre 0,001 et 100 μm . Dans le MIP, le volume de mercure qui pénètre dans l'échantillon est mesuré en fonction de la pression appliquée. L'analyse subséquente est basée sur la loi capillaire régissant la pénétration du liquide dans de petits pores. En général, les données de pénétration sont analysées en utilisant l'équation de Washburn. Ceci relie le rayon r des pores (supposé être cylindrique) à la pression imposée P comme suit :
$$P = \frac{-2\gamma \cos\theta}{r}$$

Où γ est l'énergie interfaciale (tension superficielle) du mercure et θ est l'angle de contact du mercure avec le matériau. Les valeurs communes de γ et θ (qui supposent des interfaces impliquant une phase gazeuse ou vapeur) sont 485 mJ m^{-2} et 140 °. Alors que les pores sont rarement cylindriques, et le rayon enregistré est celui de l'entrée des pores, l'équation de Washburn est généralement acceptée comme une méthode pratique d'analyse de ce qui sont normalement des systèmes de pores très complexes. Le MIP est réalisé comme suit. Après avoir préparé l'échantillon pour le pénétromètre, placer le pénétromètre sur le canal d'essai avec un appareil de microporosimétrie (Autopore IV, Micromeritics). Ensuite, en utilisant le logiciel informatique, l'appareil peut être lancé pour exécuter une analyse basse pression qui peut ensuite être suivie d'un état d'analyse haute pression. Au début de l'analyse basse pression, l'air est éliminé de l'échantillon pour créer le vide. Le mercure tente alors de remplir l'intérieur de la

chambre de pénétromètre et de l'échantillon par un mouvement à basse pression. Cet état est appelé « Intrusion », après l'intrusion de mercure à l'intérieur de la structure des pores et pénétromètre, l'état suivant est appelé "Extrusion" que l'appareil essaie d'enlever tout le mercure à l'intérieur de la structure des pores et pénétromètre. L'ordinateur va recueillir toutes les données et enregistrer pour le calcul avec l'étape suivante comme l'analyse de haute pression si nécessaire pour passer à un autre canal de test. L'analyse haute pression utilise la même procédure que l'analyse basse pression mais prend moins de temps à effectuer. Après avoir terminé les deux états, l'ordinateur calculera l'intrusion cumulée et le volume d'extrusion cumulé de mercure contre le diamètre de la taille des pores et la pression utilisée. Les données résultantes sont présentées graphiquement calculées par l'équation de Washburn. Afin de réaliser les essais de porosimétrie au mercure l'Equipment Autopore IV, Micromeritics présente dans la figure IV.14.



Figure IV. 14: Autopore IV, Micromeritics.

IV.6. À quoi sert un plan d'expériences ?

La méthode de plan d'expériences est une approche mathématique permettant de déterminer les liens entre, le paramètre peut influencer sur le phénomène étudié, appelé facteur et les grandeurs physique étudiée appelé réponse. Elle vise aussi bien à comprendre les relations liant la réponse avec les facteurs ainsi que les facteurs entre eux [STEP 2007].

Les facteurs sont par définition tous les variables contrôlables susceptibles d'influer sur la réponse observée. Les réponses sont les grandeurs observées par chaque expérience réalisée.

IV.6.1. Avantages de plan d'expériences

La méthode de plan d'expériences présente plusieurs avantages peut être résumés par la devise « obtenir un maximum d'information en un minimum d'expériences » [TINS 2010]

Plus la diminution de nombre d'essais, on peut citer aussi :

- La possibilité d'étudier un grand nombre de facteur et détecter les interactions entre eux.
- Une modélisation des réponses étudiées.
- Une précision optimum des résultats.

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié [FRED 1995].

IV.6.2. Type de plan d'expériences :

Il existe plusieurs types de plans d'expériences selon le type de facteur et de réponse :

IV.6.2.1. Plans d'expérience pour facteurs qualitatifs :

C'est les plans a base des facteurs directement mesurables à l'aide d'une grandeur physique (température, masse, dosage en ciment, etc...).

IV.6.2.2. Plans d'expérience pour facteurs quantitatifs :

C'est les plans a base des facteurs 'non directement quantifiables (couleur, type de ciment, etc...).

IV.6.2.3. Plans factoriels :

La grande utilisation de ce type de plans d'expériences dus principalement à la simplicité à mettre en œuvre, et aussi la rapidité de mettre en évidence l'existence d'interactions entre les facteurs.

Ces plans permettent l'étude de k facteurs à raison de deux niveaux (une valeur -1 aux valeurs décrivant la limite basse de chaque domaine de variation ; de même, la valeur +1 aux limites hautes).

Toutes les combinaisons possibles entrent tous les niveaux de chaque facteur définissent une expérience, alors pour K factor il faut réaliser 2K essais.

La matrice des essais comporte k colonnes et 2k lignes. Il s'agit de respecter les conventions suivantes pour construire la matrice des essais :

La première ligne de la matrice compris les valeurs -1 (les facteurs à leur niveau bas),

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La première colonne de la matrice est obtenue en changeant de signe toutes les lignes (alternance de -1 et +1).

La seconde colonne est obtenue en changeant de signe toutes les 2 lignes, (alternance de -1 et +1 de 2 en 2).

La k-i éme colonne de D est obtenue en changeant de signe toutes les $2k-1$ lignes.

IV.6.2.4. Plans fractionnaires ;

Pour un plan d'expérience à deux niveaux, le nombre d'expériences à réaliser augmente avec le nombre de facteurs prises en compte. Pour k facteurs, le plan comporte 2^k expériences à réaliser. Les plans fractionnaires à deux niveaux sont des plans optimaux, permettant de réduire la charge expérimentale, proposée par un plan factoriel complet, en focalisant sur les effets les plus intéressants ; trop d'expériences sont donc réalisées d'où l'idée de diminuer la taille des plans et donc d'utiliser pour l'étude de k facteurs des matrices d'expériences issues de plan 2^{k-1} , 2^{k-2} ... , 2^{k-p} .

De façon générale, tout plan fractionnaire sera noté « $2k-r$ », où r désigne alors le facteur de réduction appliqué au plan factoriel initial.

La construction d'un plan fractionnaire peut de faire à partir d'une simplification d'un plan factoriel complet ; cette simplification se paye de plusieurs façons :

Déterminer l'influence relative des facteurs entre eux et négliger les interactions assez faibles ; Mais si l'interaction est forte il faudra faire des essais supplémentaires pour évaluer individuellement l'effet principal d'un côté et les interactions de l'autre.

Il est préférable d'aliaser avec des interactions d'ordre élevé en priorité. Cela amène à la notion de résolution

IV.6.2.4.1. Exemple plan fractionnaire

Exemple d'une matrice d'expériences à 3 facteurs à 2 niveaux que l'on divise en 2 ($k=1$)

Le Plan complet 2^3 est présente dans le tableau suivant :

Tableau IV. 14: Matrices d'expériences d'un plan complet.

	Moyenne	A	B	C	AB	AC	BC	ABC
1	+	-	-	-	+	+	+	-
2	+	+	-	-	-	-	+	+
3	+	-	+	-	-	+	-	+
4	+	+	+	-	+	-	-	-
5	+	-	-	+	+	-	-	+

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

6	+	+	-	+	-	+	-	-
7	+	-	+	+	-	-	+	-
8	+	+	+	+	+	+	+	+

Dans un plan fractionnaire, les effets principaux sont toujours aliasés avec des interactions. On constate que la colonne C du facteur correspond aux essais (2, 3,5et 8) est identique à la colonne de l'interaction AB, ce qui signifie que les effets de C et de AB calculés à partir de ce plan sont identiques, un contraste apparaît donc :

$$C = AB \qquad I_C = E_C + I_{AB}$$

Le contraste est la somme de l'effet de C et de l'interaction IAB. Un contraste représente donc la confusion de deux actions. On peut dire aussi que E_C et I_{AB} sont aliasés. La quantité I_C est appelée aliase ou contraste.

Ainsi, non seulement le facteur C'est aliasé avec l'interaction AB mais le facteur A est aliasé avec l'interaction BC et le facteur B est aliasé avec l'interaction CA. Néanmoins, il existe trois colonnes différentes, ce qui veut dire que si les interactions sont négligeables.

La matrice de plan fractionnaire permet d'étudier les effets de 3 facteurs avec seulement 4 expériences au lieu de $2^3=8$ pour un plan complet.

Tableau IV. 15: matrices d'expériences d'un plan fractionnaire.

n°	Moyenne	A	B	C
	ABC	BC	AC	AB
2	+	+	-	-
5	+	-	-	+
3	+	-	+	-
8	+	+	+	+

IV.6.3.Méthode de Surface de réponse :

D'après (François RABIER) [RABI 2007]la surface de réponse est une représentation graphique de la relation liant une réponse quantitative à 2 facteurs quantitatifs continus selon le modèle d'exploration choisi et paramétré à partir des réponses mesurées c'est à dire déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative [Goupy 1999] .

La construction d'un plan pour l'étude de surfaces de réponses nécessite la connaissance des facteurs d'entrée qui sont influents sur les réponses qu'on souhaite optimiser [DROE 1997].

Historiquement, la Méthode de Surface de réponse s'est appuyée sur l'usage de modèles de nature polynomiale.

La méthode d'interpolation la plus évidente consiste à utiliser un polynôme de degré juste inférieur au nombre de simulations.

$$y = \sum_{i=0}^{i=n} A_i x^i$$

On peut également au lieu d'un polynôme, utiliser une fonction plus « complexe » que l'on choisit en fonction du problème étudié.

$$y = \sum_{i=0}^{i=n} f(A_i, x)$$

Ces deux méthodes vont être combinées pour déterminer une surface de réponses la plus précise possible.

IV.6.4.L'analyse de variance

L'analyse de la variance est appelée « Analysis of Variance » dans la littérature anglo-saxonne ; son appellation est couramment abrégée en ANOVA [STEP 2007]

La technique d'analyse de la variance permet de juger si les effets calculés sont significatif ou non.

D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième [DROE 1997]. Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances.

En particulier, le test de SNEDECOR-FISHER, permet de déterminer si un facteur a des chances d'être significatif. Ce test repose sur le calcul de la variance résiduelle (V_r) et de la variance entre échantillon pour un facteur (V_A). Le rapport V_A/V_r suit une loi de F (FISHER) à A et r degrés de liberté, où :

$$V_r = \frac{\sum r^2}{ddl_{residus}} \qquad V_A = \frac{\sum A_i^2}{ddl_{facteurA}}$$

Le test consiste donc à comparer le rapport V_A/V_r avec la valeur théorique de la table de SNEDECOR définie pour des niveaux de significations de 5% et 1%.

Ces tables se trouvent dans de nombreux ouvrages statistiques. Si F expérimental (V_A/V_r) est supérieur à F théorique (table), alors l'effet est significatif.

IV.6.4.1. Calcul du carré moyen des facteurs et des interactions

La variance des facteurs s'obtient en calculant la somme des carrés des écarts (SCE) que l'on divise par le nombre de degré de liberté (ddl) associés au facteur f considéré.

• Pour les facteurs :

Le nombre de ddl associés à un facteur f correspond à son nombre de modalité (nombre de valeurs distinctes que l'on prend lors de la réalisation du plan) minoré de 1, soit :

ddl f = Nn f - 1

Avec Nn f le nombre de modalit  du facteur f.

La somme des carr s des  carts associ s au facteur f vaut :

$$SCE_f = \gamma_f \sum_{i=1}^{Nn_f} (E_{f|f} Nn_f)^2 = \gamma_f \sum_{i=1}^{Nn_f} (\bar{y}_i - \bar{y})^2$$

Avec :

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i \quad \text{La moyenne de r ponses.}$$

$$\gamma_f = \frac{N}{Nn_f} \quad \text{Le nombre d'exp riences pour lesquelles le facteur f prend un de ses } Nn_f \text{ niveaux.}$$

\bar{y} la moyenne des r ponses observ es pour les exp riences o  le facteur f prend son i^{ me} niveau.

• Pour les interactions :

Le nombre de ddl associ s   une interaction de facteur correspond au produit des ddl des facteurs mis en jeu dans cette interaction, soit :

$$ddl_{fg \dots i} = ddl_f \times ddl_g \times \dots \times ddl_i$$

Pour les interactions mettant en jeu 2 facteurs f et g, la somme des carr s des  carts vaut :

$$SCE_{fg} = \delta_{fg} \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y})^2$$

Avec :

$$\delta_{fg} = \frac{N}{Nn_f \cdot Nn_g}$$

Le nombre d'exp riences pour lesquelles le facteur f prend un de ces Nn_f niveaux et lorsque le facteur g adopte un de ces Nn_g niveaux,

\bar{y}_{ij} la moyenne des r ponses observ es pour les exp riences o  le facteur f prend son i^{ me} niveau et o  le facteur g prend son j^{ me} niveau,

La g n ralisation aux interactions d'ordre sup rieur se fait de la m me fa on. Par exemple pour une interaction d'ordre 3 mettant en jeu les facteurs f, g et l, on aura :

$$SCE_{fgl} = \phi_{fgl} \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} \sum_{k=1}^{Nn_k} (\bar{y}_{ijk} + \bar{y}_i + \bar{y}_j + \bar{y}_l - \bar{y}_{ij} - \bar{y}_{il} - \bar{y}_{jl} - \bar{y})^2$$

On d duit alors la valeur des carr s moyens, associ s au facteur ou   l'interaction consid r (e) x, comme  tant :

$$CM_x = \frac{SCE_x}{ddl_x}$$

Pour 2 facteurs on peut écrire la décomposition suivante :

$$y_{ij} - \bar{y} = (\bar{y}_i - \bar{y}) + (\bar{y}_j - \bar{y}) + (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y})$$

On réalise alors une somme sur i et j, des deux côtés de l'égalité mis préalablement au carré. La somme se fait ainsi sur les niveaux de tous les facteurs. On aboutit alors à l'équation de variance, démontrant l'additivité des sommes des carrés des écarts (membres de droite) :

$$SCE_t = \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} (y_{ij} - \bar{y})^2 = \sum SCE_x$$

Avec :

SCE_t la somme totale des carrés des écarts ;

SCE_x la somme factorielle des carrés (x désignant un facteur ou une interaction).

Enfin notons la relation donnant entre autre la valeur de ddl_t (le nombre total de degrés de liberté) :

$$ddl_t = \sum_{\text{facteur}} ddl_i + \sum_{\text{interaction}} ddl_{ij}$$

On a donc également additivité des degrés de liberté.

IV.6.4.2. Calcul de la variance résiduelle

Lorsqu'il existe une erreur expérimentale non nulle, l'équation de variance fait apparaître un nouveau terme appelé communément variance résiduelle (SCE_r) :

$$SCE_t = \sum SCE_x + SCE_r$$

C'est à cette variance résiduelle SCE_r que les SCE_x sont comparés afin de déterminer les caractères significatifs des facteurs et des interactions x . La variance résiduelle est un point de comparaison. Elle doit traduire une variation des valeurs de réponse, dont l'amplitude est arbitrairement considérée comme faible. Tout facteur influent doit donc posséder des caractéristiques fortement différenciées de celles de cette composante.

Dans le cas des expérimentations réelles, la variation résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations d'expériences identiques. L'utilisation d'expériences virtuelles exclut donc cette possibilité [STEP 2007].

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

La variance résiduelle est le plus souvent calculée comme étant la somme des carrés des résidus, i.e. des écarts entre les réponses mesurées (y) et les réponses correspondantes, calculées grâce au modèle (y_{mod}) [SCHI 1998] .

$$SCE_r = \sum_{i=1}^N \left(y(iX) - y_{mod}(iX) \right)^2$$

Avec iX le vecteur des coordonnées du i ème point d'expérience du plan.

Le nombre de degrés de liberté ddlr associé vaut $N-p$. On comprend en effet que les résidus n'existent que grâce aux $N-p$ (>0) expériences réalisées en plus des p simulations absolument nécessaires au calcul des p coefficients du modèle.

On calcul alors un carré moyen résiduel tel que :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{1}{N-p} \sum_{i=1}^N \left(y(iX) - y_{mod}(iX) \right)^2$$

Calculer le SCE_r de cette façon permet, en définitive, de tester le caractère significatif des facteurs et des interactions et dans le même temps d'évaluer la qualité du modèle utilisé (y_{mod}) [STEP 2007].

Cette solution n'est pas applicable dans le cas de plans saturés. Dans ces cas précis, certains auteurs [DROE 1997] ,[GOUP 1996] et [SAPO 1990] proposent la construction de la variance résiduelle à partir des interactions dont les variances (carrés moyens) sont les plus faibles ; leurs valeurs devant être du même ordre de grandeur.

IV.6.4.3. Tableau d'analyse de la variance

Le tableau de variation donne un résumé des calculs effectués pour l'analyse de variance.

Tableau IV. 16 : Tableau d'analyse de variance de screening

Source de variation	ddl	Somme des carrés des écarts	Carrés moyens	F_{obs}	F_{ecrit}	Conclusion
Facteur 1	ddl_1	SCE_1	$CM_1 = SCE_1/ddl_1$	CM_1/CM_r	$F_{1-\alpha/2}(ddl_x: ddl_r)$	Source influente ? $F_{obs} > F_{ecrit} ?$
...		
Facteur k	ddl_k	SCE_k	$CM_k = SCE_k/ddl_k$	CM_k/CM_r		
Interaction fg ...	ddl_{fg}	SCE_{fg}	$CM_{fg} = SCE_{fg}/ddl_{fg}$	CM_{fg}/CM_r		

CHAPITRE (IV) : MATERIAUX MATERIELS ET ESSAIS

Variation résiduelle	ddl_r	SCE_r	$CM_r = SCE_r/ddl_r$			
Totaux	ddl_t	SCE_t				

Le tableau d'analyse de régression permet d'établir le coefficient de détermination R^2 à partir de la relation suivante :

$$R^2 = \frac{SCM}{SCT} = 1 - \frac{SCE}{SCT}$$

Ce coefficient traduit la contribution du modèle dans la restitution de la variation de la réponse observée. Par définition, le coefficient de détermination appartient à l'intervalle $[0, 1]$.

En présence de plusieurs variables explicatives, ce qui est généralement le cas dans l'analyse des résultats d'essais, il faut impérativement éviter d'utiliser le coefficient de détermination R^2 pour estimer la qualité descriptive du modèle. Il faut recourir à l'utilisation du coefficient de détermination ajusté $R^2_{ajusté}$:

$$R^2_{ajusté} = 1 - \frac{\frac{SCE}{N-p}}{\frac{SCT}{N-1}}$$

Si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du système, le coefficient R^2 sera toujours égal à 1. C'est pour éviter cela que le coefficient de détermination R^2 ajusté a été introduit. Ce coefficient est défini comme la différence à 1 du rapport entre le carré moyen des écarts des résidus et le carré moyen des écarts expérimentaux.

Plus les valeurs de R^2 et R^2 ajusté sont proches de 100%, plus la qualité descriptive du modèle est satisfaisante [GOUP 1996].

IV.7. Présentation de JMP

Le logiciel JMP est un logiciel de statistiques mis au point par la division JMP de l'institut SAS. En 1989, SAS a lancé la première version du logiciel de découverte statistique JMP, destiné à la visualisation et à l'analyse interactive des données sur le poste de travail.

JMP est utilisé dans des applications telles que le plan d'expérience, Six Sigma, le contrôle de qualité, l'ingénierie, la conception d'expériences et la recherche scientifique.

IV.8. Conclusion

Cette étude nous a permis de mener une caractérisation mécanique et physico-chimique des différents granulats utilisés.

Le programme expérimental a pour objectif d'étudier l'influence macroscopique, mésoscopique et microscopique des caractéristiques des granulats sur le comportement des bétons soumis à haute température. Pour cela, nous nous sommes donc appuyés sur des formulations en ne modifiant que le type de granulats.

PARTIE III

RESULTATS ET DISCUSSION

**CHAPITRE (V) : Effet de la nature
minéralogique des granulats sur le
comportement de béton soumis à
haute température**

V.1.Introduction

Ce chapitre porte sur l'étude de l'influence de la composition minéralogique des granulats sur le comportement de béton à haute température. 5 types de granulats de différentes natures minéralogiques sont testés. Les granulats étudiés sont ceux présentés au chapitre 2. Pour chaque type de granulat, nous avons déterminé l'effet des sollicitations thermiques sur les comportements physico-mécaniques de béton confectionné à base de différents types de granulats.

Pour chaque nature de granulat, nous avons réalisé sur le béton les essais suivants :

- Des essais mécaniques (résistance mécanique à la compression et à la flexion)
- Des essais physiques (perte de masse et absorption capillaire).

Une corrélation entre la perte de masse des granulats et des bétons a été effectuée afin de voir l'effet de ces granulats sur le comportement de béton vis-à-vis à la haute température.

L'objectif de cette partie expérimentale est de contribuer à la compréhension de l'influence des modifications induites sur les granulats sous une sollicitation thermique (400, 550, 600 et 800°C) sur le comportement physico-mécanique du béton.

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

V.2. Résistance à la compression

Les résultats de la résistance en compression résiduelle et relative (en pourcentage et normalisée par rapport à la valeur initiale obtenue à la température ambiante) pour les 5 types de bétons étudiés sont présents dans tableau V.1.

Tableau V. 1: Résistances résiduelles et relatives en compression du béton.

		G1	G2	G3	G4	G5
Avant l'échauffement	Rc (MPa)	34,58	38,24	32,12	34,17	33,61
	Écart type	0,58	1,18	0,94	1,36	0,62
	Rr (%)	100	100	100	100	100
400°C	Rc (MPa)	34,27	38,14	28,74	33,72	40,72
	Écart type	2,38	2,37	1,92	1,57	1,97
	Rr (%)	99,09	99,72	89,49	98,67	121,16
550°C	Rc (MPa)	30,03	33,93	21,59	27,01	28,75
	Écart type	1,80	1,00	0,48	0,96	4,04
	Rr (%)	86,83	88,71	67,21	79,05	85,53
650°C	Rc (MPa)	29,53	21,96	22,40	24,08	23,63
	Écart type	2,40	1,41	0,65	2,37	1,29
	Rr (%)	85,39	57,41	69,73	70,46	70,31
800°C	Rc (MPa)	19,74	11,70	11,80	17,56	10,51
	Écart type	2,00	0,95	1,83	2,03	2,42
	Rr (%)	57,08	30,58	36,74	51,39	31,27

$$Rr = (Rc(T) / Rc25) \times 100\% : \text{résistance résiduelle relative en compression}$$

La figure V.1 montre l'évolution de la résistance résiduelle (1) et la résistance résiduelle relative (2) en compression en fonction de la température et du type de granulats.

D'après la figure V.1, on peut distinguer deux plages ; la première est comprise entre la température ambiante (25°C) et 400°C, la deuxième varie entre 400°C à 800°C.

Dans la première plage, on peut noter une légère diminution de résistance à la compression comprise entre 0.28% et 1.33 % pour les mélanges G1, G2 et G4. Pour le mélange G3 la perte est égal à 10.52 %, par contre on peut observer un gain de résistance de 21.16% pour le mélange G5 (béton avec les granulats siliceux); cette augmentation a été expliquée par plusieurs hypothèse; selon [DIAS 1990] le départ de l'eau favorise une augmentation des forces de liaison

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

entre les hydrates ; ce qui justifie le gain de la résistance en compression observé; d'autre part, le départ de l'eau attribue une augmentation des forces entre les particules du gel de C-S-H (forces de Van Der Waals) ce qui explique encore le gain de résistance selon [BEHN 2008] . Les travaux menés par [KALI 2001] ont montrés que la vapeur d'eau participe à l'établissement des pressions internes qui jouent un rôle de précontrainte et par ceci aide à une augmentation de la résistance à la compression aux alentours de 400°C.

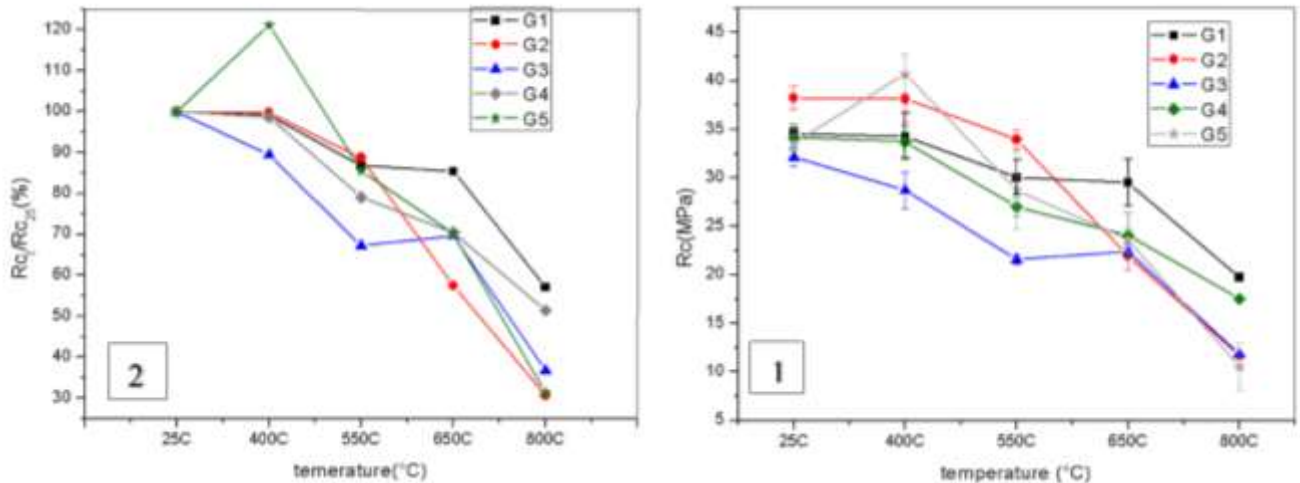
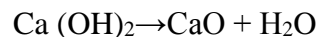


Figure V. 1: Évolution de la résistance en compression des bétons en fonction de la température de chauffage, 1) valeur de résistance résiduelle relative ; 2) valeur de résistance résiduelle.

Au-delà de 400°C, le rapport de la résistance mécanique à la compression en fonction de la température est quasi linéaire ;

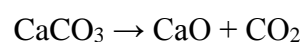
Cette diminution est due principalement à la décomposition de la portlandite en eau et en chaux libre [NOUM, 1995] ; [ALAR 2005] ; [MESS 2015] ; Selon la réaction suivante :



Ce qui provoque pour tous les mélanges une augmentation de la porosité et par conséquence une diminution de la résistance mécanique à la compression.

Entre 550°C et 650°C le G5 (béton avec les granulats siliceux) ; la résistance à la compression décroît plus rapidement ; ça peut être expliquée par le clivage des silices et aussi par la transformation du quartz α en quartz β à 573°C accompagnée par une augmentation du volume des granulats siliceux.

Pour le mélange G1 ; on peut observer, entre 650 et 800°C, une perte de résistance la plus importante pour les granulats calcaires ; due à la décomposition endothermique du calcaire. L'équation de cette décomposition est présentée ci-dessous :



EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

Les mêmes observations ont été obtenue par [Kodu 2003], [Xiao 2006], [Ario 2007], [Alon 2004].

V.3. Résistance résiduelle en flexion

Le béton n'est pas normalement conçu pour résister à des efforts de flexion, mais ce type d'effort entraîne des fissures dans la structure du béton ; alors la connaissance de la résistance à la flexion permet d'estimer la charge qui entraînera ces fissurations.

Le tableau V.2 présente les résistances résiduelles en flexion résiduelle et relative (en pourcentage et normalisée par rapport à la valeur initiale obtenue à la température ambiante) pour les 5 types de bétons étudiés :

Tableau V. 2: Résistances résiduelles à la flexion des bétons étudiés.

		G1	G2	G3	G4	G5
Avant L'échauffement	R_f (MPa)	7,20	8,06	7,38	8,33	6,33
	Écart type	0,05	0,28	0,33	0,21	0,07
	R_{fr} (%)	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
400°C	R_f (MPa)	6,49	7,07	4,78	5,72	5,75
	Écart type	0,45	0,14	0,18	0,41	0,27
	R_{fr} (%)	90,04	87,73	64,81	68,69	90,93
550°C	R_f (MPa)	6,28	6,39	4,65	5,30	4,23
	Écart type	0,11	0,41	0,38	0,09	0,79
	R_{fr} (%)	87,21	79,29	63,02	63,57	66,84
650°C	R_f (MPa)	5,38	4,45	3,60	4,01	2,83
	Écart type	0,31	0,23	0,17	0,13	0,20
	R_{fr} (%)	74,68	55,22	48,80	48,13	44,67
800°C	R_f (MPa)	3,88	2,23	1,97	3,40	1,09
	Écart type	0,63	0,13	0,09	0,42	0,06
	R_{fr} (%)	53,83	27,59	26,71	40,79	17,25

$R_{fr} = (R_f(T) / R_{c25}) \times 100\%$: résistance résiduelle relative en flexion.

D'après la figure V.2, la résistance à la flexion diminue linéairement avec l'augmentation de la température pour tous les mélanges, cette relation est due principalement aux réactions et transformations chimique qui se déroule au sein du béton.

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

À 400°C ; nous pouvons observer que la résistance en flexion des bétons G1, G2 et G5 (la diminution de résistances est l'ordre de 10%) est meilleur que celle des bétons G3 et G4 (la diminution est de l'ordre de 35%).

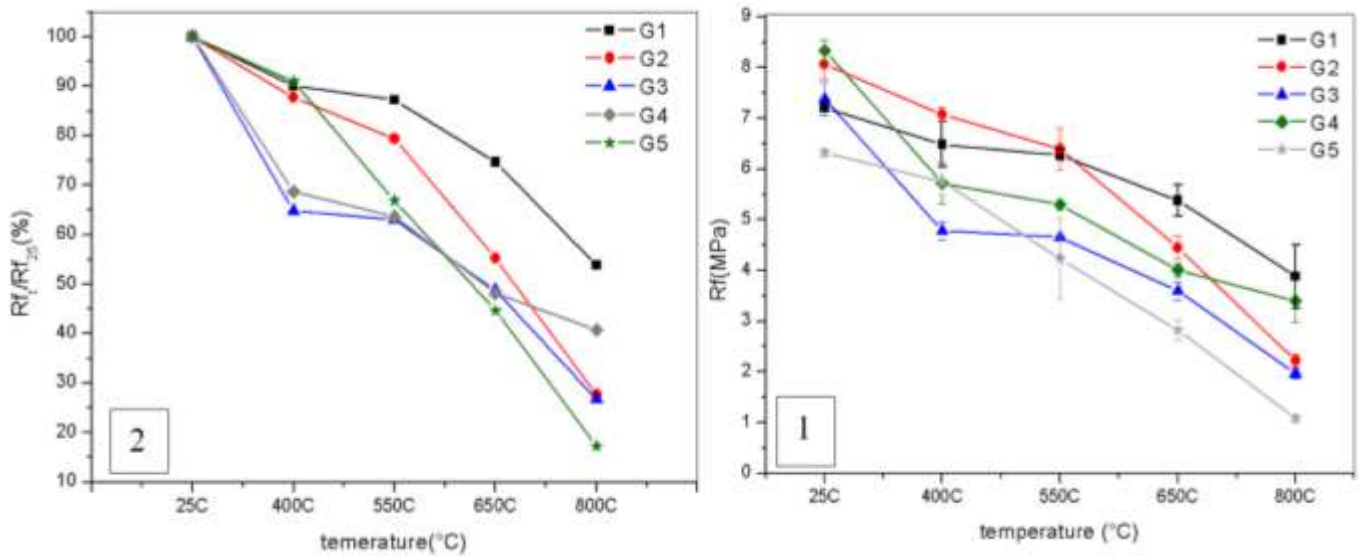


Figure V. 2: Évolution de la résistance en flexion des bétons en fonction de la température de chauffage, 1) valeur de la résistance résiduelle relative, 2) valeur de la résistance résiduelle.

De 400 à 650°C, le béton de granulat siliceux (G5) ; montre une accélération de la perte de résistance en flexion (45% environ de sa résistance initiale) par rapport aux autres bétons, cette diminution peut être expliquée par la fissuration provoquée par l'augmentation du volume total des granulats siliceux avec la transformation du quartz α en quartz β à 573°C.

À 800°C, la résistance en flexion du G5 (le béton de granulat siliceux) n'est plus égale qu'à 17.25% de sa résistance initiale. Les G2 et G3 ont une perte d'environ 27 %, par contre les mélanges G1 et G4 présente la meilleure résistance en flexion qui est supérieur à 40 % pour le G4 et à 53 % pour le G1.

V.4. La perte de masse des bétons :

Durant le chauffage, des transformations physico-chimiques au sein de béton provoquent une perte de masse, Les valeurs de la perte de masse et de l'écart type pour les 5 types de granulats sont listées dans le tableau V.3.

Tableau V. 3 : Valeurs de la perte de masse moyenne et de l'écart type pour les bétons soumis à haute température.

		G1	G2	G3	G4	G5
400°C	Perte de masse %	1,47	1,58	1,32	1,55	0,90
	Écart type	0,01	0,14	0,08	0,04	0,37

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

550°C	Perte de masse %	2,33	2,64	2,58	2,15	2,59
	Écart type	0,01	0,03	0,01	0,02	0,67
650°C	Perte de masse %	2,74	2,88	2,70	2,64	2,91
	Écart type	0,27	0,18	0,01	0,01	0,01
800°C	Perte de masse %	5,08	6,99	5,24	3,59	6,50
	Écart type	0,32	0,17	0,07	0,12	0,35

La figure V.3 présente la perte de masse des bétons sous l'effet de la température pour les 5 bétons confectionnés.

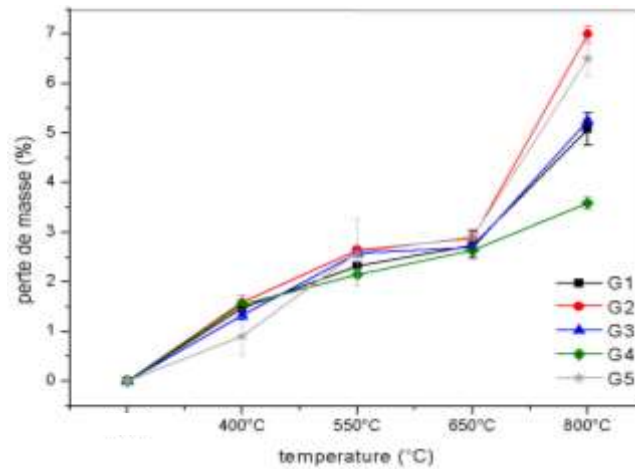


Figure V. 3: Évolution de la perte de masse des bétons en fonction de la température de chauffage

Jusqu'à 400°C, la perte de masse est très similaire pour tous les bétons d'environ 1.5% sauf pour le béton G5 (béton avec des granulats siliceux) qui présente une perte de masse de l'ordre de 0.9% ; cela peut être lié au départ de l'eau adsorbée ainsi que l'eau structurale des groupes Silanol (Si-OH) [BROD 2010].

Entre 550°C et 800°C, la perte de masse augmente rapidement pour tous les mélanges, Cette perte est due à la décarbonatation des granulats calcaire (pour les bétons confectionnés avec des granulats calcaire), le CO₂ et d'autres gaz s'échappant du béton pendant l'échauffement [ROBE 2009].

V.5. La perte de masse des granulats :

Les valeurs des pertes de masse sont mesurées sur au moins 10 grains de graviers intacts soumis à haute température ; Les valeurs moyennes de la perte de masse et de l'écart type des différents types de granulats sont regroupées dans le Tableau V.4.

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

Tableau V. 4 : Pertes de masse des différents types de granulats.

		G1	G2	G3	G4	G5
400°C	Perte de masse %	0,43	0,66	0,12	0,08	0,51
	Écart type	0,05	0,08	0,03	0,03	0,05
550°C	Perte de masse %	0,69	1,00	0,26	0,09	0,76
	Écart type	0,07	0,09	0,03	0,02	0,081
650°C	Perte de masse %	1,11	1,70	0,84	0,42	1,21
	Écart type	0,08	0,017	0,017	0,015	0,049
800°C	Perte de masse %	12,49	31,60	14,59	9,58	24,59
	Écart type	0.308	0.500	0.904	0.349	0.573

Les variations des pertes de masse pour les 5 types de granulats étudiées ont été rassemblées sur la figure V.4.

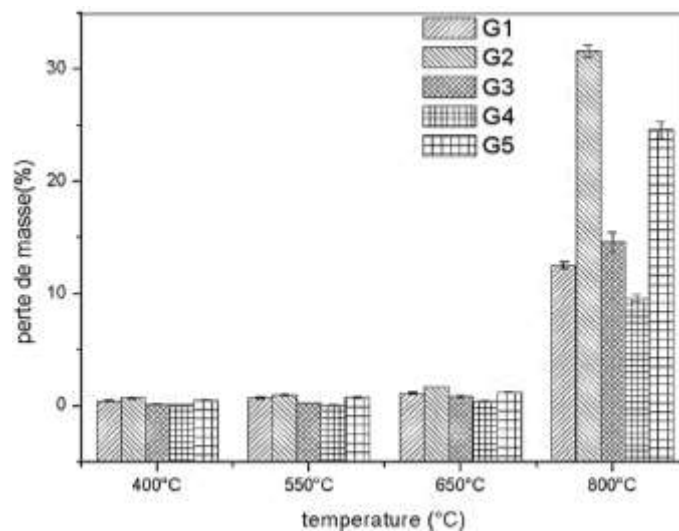


Figure V. 4: Évolution de la perte de masse des granulats en fonction de la température de chauffage.

À 400°C, les granulats siliceux (G5) et les granulats silico-calcaire (G2) (0.51% et 0.66% respectivement) présente une perte de masse élevée par rapport aux autres types de granulats calcaire (0.41 pour G1, 0.12 pour G3 et 0.08 pour G4). Cette perte est due principalement aux structures plus poreuses des carbonates des granulats silico-calcaire par rapport aux autres types de granulats.

À 550°C, les granulats calcaire (G1, G2 et G4) présente une perte de masse plus faible (0.69%, 0.26% et 0.09% respectivement) que la perte de masse des granulats siliceux et silico-calcaire. Cette dernière présente la plus grande perte (1% de leur masse initiale).

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

Entre 650°C et 800°C, une perte de masse considérable pour tous les types de granulats due à la décarbonatation des calcaires ; la calcite (CaCO_3) se transformant en chaux vive (CaO) suite au départ du CO_2 pour les granulats calcaire et silico calcaire.

V.6. Corrélation entre la perte de masse de béton et les granulats :

La figure V.5 représente la corrélation entre la perte de masse du béton et celle des granulats. Les résultats expérimentaux montrent que la perte de masse de béton augmente avec la perte de masse des granulats (%). Une bonne dispersion a été remarquée avec un coefficient de corrélation R^2 égale à 0.90.

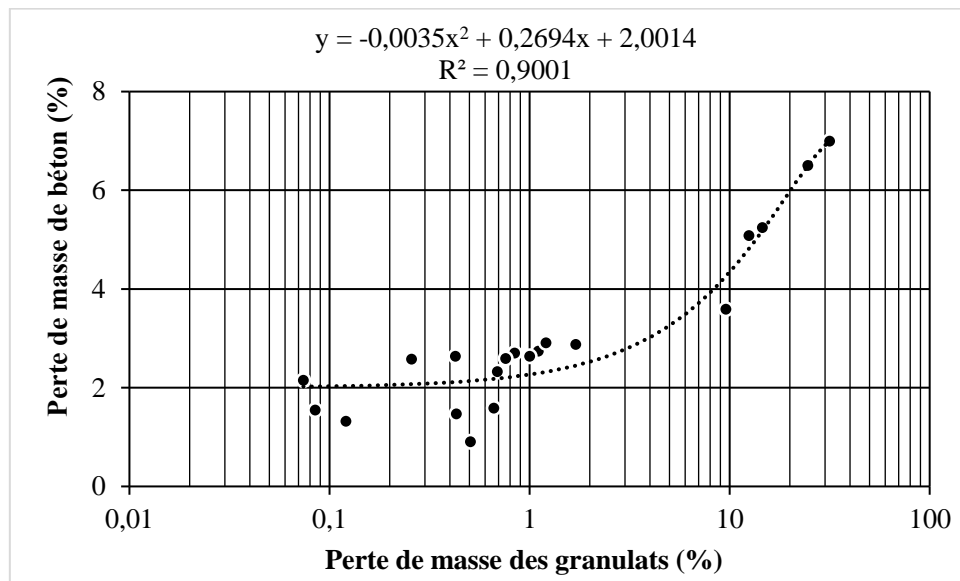


Figure V. 5 : Corrélation entre la perte de masse de béton (%) et la perte de masse des granulats.

La corrélation est polynomiale de type :

$$\text{Perte de masse de béton} = a (\text{Perte de masse de granulats})^2 + b (\text{Perte de masse de granulats}) + c.$$

La corrélation proposée à partir de la présente étude est de la forme :

$$Y = -0,0035\log^2x + 0,2694\logx + 2,0014$$
$$R^2 = 0,9001$$

D'après cette corrélation on peut voir l'effet de la perte de masse des granulats sur la perte de masse des bétons et par conséquent le comportement des bétons à haute température.

V.7. L'absorption capillaire :

La cinétique d'absorption d'eau est présentée par les variations de la quantité d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps. Plus le réseau poreux est fin, plus le coefficient

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

d'absorption est faible. Les figure V.6 présentent les résultats de la mesure du taux d'absorption d'eau par capillarité des bétons étudiés et soumis au différent cycles de chauffage refroidissement en fonction de la racine carrée du temps.

Pour tous les mélanges, l'eau absorbée accroit rapidement pendant les premiers instants.

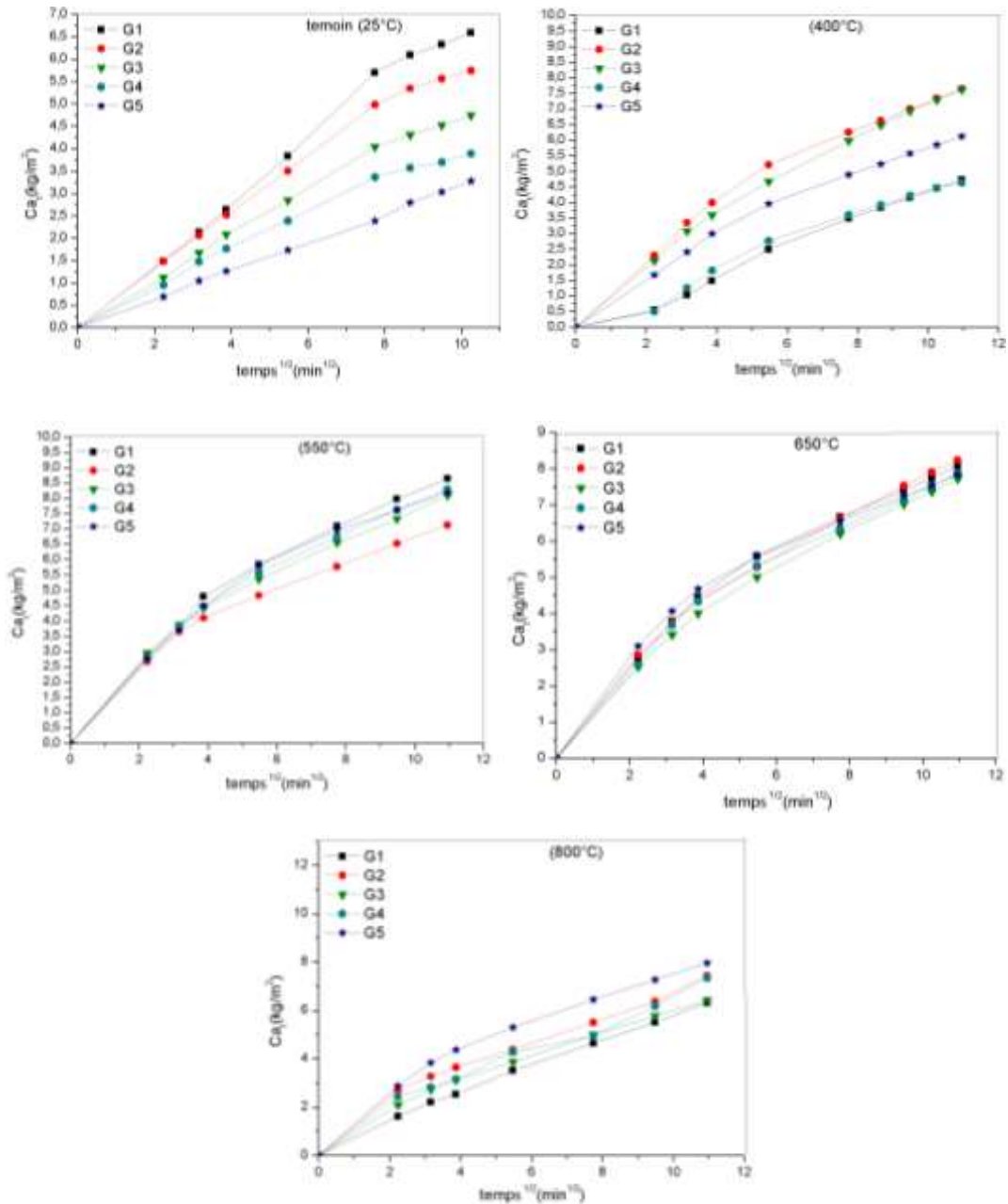


Figure V. 6 : Variation du taux d'absorption en fonction de la racine carree du temps pour les différents mélanges aux différent cycles de températures.

D'après la figure V.6 (témoin 25°C), Il est clair que les 5 types des bétons étudiés présentes une variation linéaire du taux d'absorption en fonction de la racine carree du temps ; ceci signifie que ces bétons présentent le même type de pores : selon la pente de l'absorption (faible ou élevée) ; on peut déduire la taille des pores (grands ou petit).

EFFET DE LA NATURE MINERALOGIQUE DES GRANULATS

L'absorption capillaire de béton (G5) (à base des granulats siliceuse) est la plus faible en raison de la faible absorption des granulats siliceux dus à la nature vitreuse de la silice.

Par contre ; on remarque que le mélange (G1) (à base des granulats calcaire) présente une forte absorption capillaire à cause de la structure poreuse des granulats calcaires.

Après l'exposition des éprouvettes à haute température, on a mesuré le taux d'absorption en fonction de la racine carre du temps. Nous remarquons que l'augmentation de température provoque un accroissement de l'absorption capillaire des différents mélanges étudiés.

Tableau V. 5 : Variation du coefficient d'absorption de différents mélanges en fonction des différents cycles de température.

	G1	G2	G3	G4	G5
25°C	1,46241	2,00963	1,8117	1,45683	1,25771
400°C	1,89616	2,5259	2,45548	2,53028	2,1295
550°C	2,31479	2,68002	3,02704	2,72996	2,37873
650°C	2,6239	3,10688	3,08378	3,00302	3,08378
800°C	2,56167	2,64443	2,48281	3,13199	3,00875

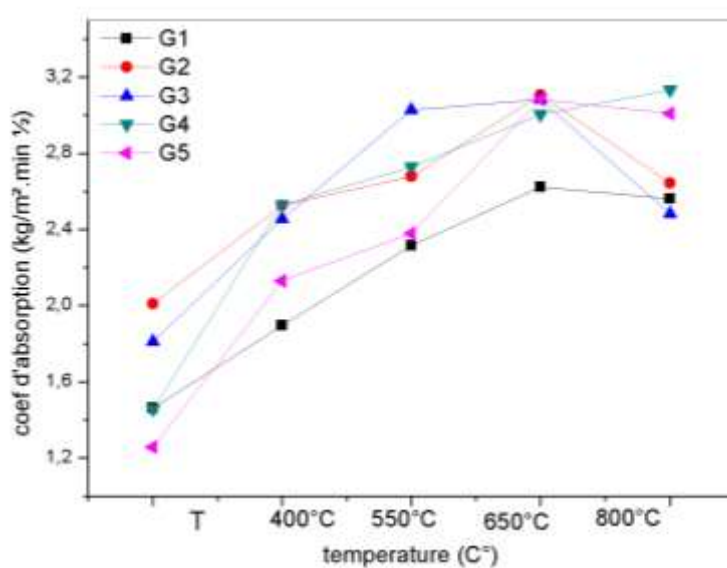


Figure V. 7: Variation du coefficient d'absorption de différents mélanges en fonction des différents cycles de température.

Le coefficient d'absorption capillaire (figure V.7) est caractérisé par la partie avec une régression linéaire de chaque courbe du taux d'absorption en fonction de la racine carre du temps.

Par comparaison entre les résultats des différentes températures, nous pouvons constater l'augmentation de la valeur des coefficients capillaire avec l'augmentation de la température. À 400°C, une augmentation majeure est remarquée pour le béton G5 (145.19%). Entre 400°C et

EFFET DE LA NATURE MINÉRALOGIQUE DES GRANULATS

650°C, nous pouvons noter une augmentation de 106.13% pour le G5 ; 54.60% pour le G2. Pour les G1 et G3, la diminution est comprise entre 79.42% et 70,21%.

La diminution de coefficient d'absorption capillaire à 800°C est due à l'augmentation de la section des pores capillaire qui induit une diminution de l'ascension d'eau.

Il est bien clair que la structure poreuse de béton soumis à haute température est influencée par la nature minéralogique des granulats ; Ces différences sont dues principalement à la dégradation de la pâte de ciment et aussi au changement de la structure des granulats provoqué par des réactions chimiques sous haute température.

**CHAPITRE (VI) : Effet de la
composition chimique des granulats
sur le comportement physique et
mécanique d'un béton soumis aux
hautes températures**

VI.1. Introduction

De nombreux travaux ont permis l'analyser de l'effet des granulats sur le comportement d'un béton soumis aux hautes températures. Toutefois moins d'études ont été réalisés sur l'effet de la composition chimique des granulats sur le comportement physique et mécanique de béton.

Les différents types de bétons testés sont confectionnés avec une substitution de deux types de granulats ; le premier contient un taux élevé de calcaire (CaO) et le second contient un taux élevé de silice (SiO₂).

Onze mélanges ont été confectionnés avec les dépenses en matériaux présentés dans la deuxième partie selon la méthode de Dreux-Gorisse.

Dans ce chapitre on a utilisé la méthode de plan d'expérience 'méthode de surface de réponse' afin de :

- Déterminer le mélange le plus stable sous haute température du point de vue mécanique (résistance en compression et flexion) et physique (perte de masse et absorption capillaire).
- Extraction des modèles qui gèrent les réponses en fonction de la température et du taux de SiO₂ ou CaO présents dans les granulats.

L'analyse de variance a été utilisée pour déterminer la significativité des modèles.

IV.1. Matrice d'expérience :

Dans ce chapitre, nous avons pris en considération deux facteurs qui sont le pourcentage de CaO (CaO%) dans les granulats utilisés pour la confection de béton soumis à haute température ; le deuxième facteur est la température utilisée pour le traitement thermique des bétons.

Quatre réponses ont été étudiées dans cette partie afin de bien comprendre les mécanismes de dégradation de béton sous haute température, ces réponses sont l'évolution de la résistance mécanique à la compression et à la flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire.

Le tableau VI.1 présente la matrice d'expériences et les résultats expérimentaux. Quatre réponses sont obtenues avant et après le traitement thermique aux différents cycles de température des différents bétons confectionnés.

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Tableau VI. 1: La matrice d'expériences.

CaO (%)	Température (°C)	Rc (%)	Rf (%)	Perte de masse (%)	Coef d'absorption (%)
100	400	98,54	63,869	49,197	87,624
100	550	79,07	54,237	53,833	116,83
100	650	70,46	48,132	54,67	119,31
100	800	51,39	40,798	58,417	289,6
90	400	87,49	63,674	44,867	87,009
90	550	63,02	54,695	51,31	37,462
90	650	60,87	47,557	51,613	61,631
90	800	28,4	20,606	61,18	154,08
80	400	94,73	78,628	43,93	43,5
80	550	74,02	64,33	50,535	103,5
80	650	61,58	56,283	53,373	162
80	800	36,07	28,892	63,033	212,5
70	400	92,42	90,449	48,197	29,279
70	550	66,64	57,421	52,217	42,342
70	650	63,72	52,779	53,63	64,865
70	800	35,33	28,336	64,603	84,234
60	400	97,7	87,264	43,957	33,921
60	550	79,06	66,228	49,693	48,458
60	650	66,69	60,232	50,137	57,709
60	800	37,73	31,017	62,783	21,145
50	400	97,5	87,258	44,133	23,59
50	550	74,39	64,776	50,897	31,282
50	650	66,15	46,536	52,42	69,231
50	800	26,21	25,262	67,15	108,72
40	400	98,11	90,569	43,49	35,644
40	550	74,73	65,527	49,28	30,693
40	650	60,17	49,934	44,7	67,822
40	800	33,92	24,347	63,763	82,673
30	400	109,47	92,879	44,193	3,0534
30	550	83,24	65,737	49,74	43,893
30	650	64,03	45,135	52,44	66,794
30	800	23,62	17,576	72,673	308,4
20	400	116,2	107,42	48,253	-13,68
20	550	84,03	81,397	53,027	21,581
20	650	70,3	67,377	58,43	37,69
20	800	30,35	21,007	75,363	61,094
10	400	125,29	93,319	49,137	30,195
10	550	102,73	76,015	55,69	18,182
10	650	73,22	47,379	56,63	38,312
10	800	25,69	21,62	82,157	174,68
0	400	121,16	90,935	43	41,553
0	550	85,53	66,84	48,667	47,945
0	650	70,31	44,671	47,333	47,945
0	800	31,27	17,253	71,333	55,708

VI.2. Résistance mécanique à la compression :

La figure VI.1 regroupe les résistances à la compression obtenues à 7 et 28 jours pour l'ensemble des bétons testés. D'après cette figure, on peut remarquer une augmentation presque similaire de la résistance à la compression entre 7 et 28 jours pour tous les mélanges. Cela peut montrer que la cinétique d'hydratation des mélanges étudié n'est influencé par le types d'agrégats (soit silice soit calcaire).

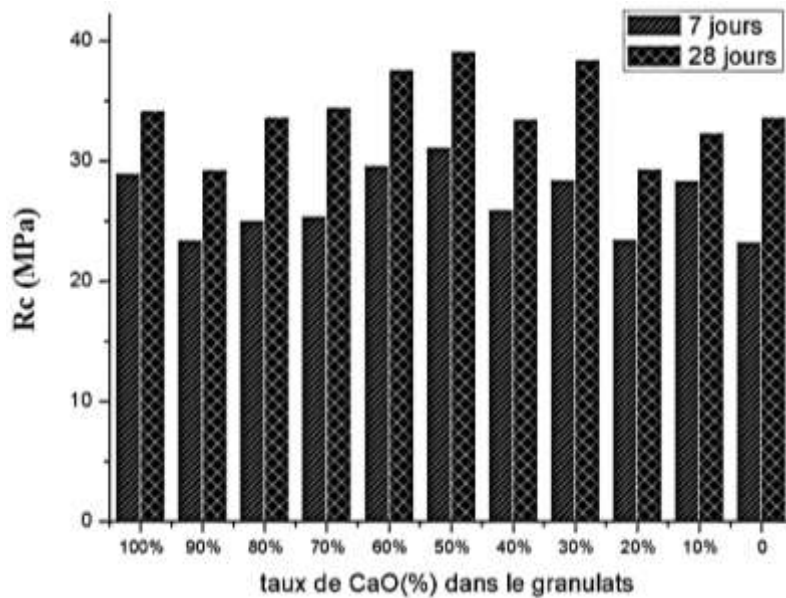


Figure VI. 1 : Résistance en compression a (7et 28 jours)

A 28 jours, la résistance à la compression varie avec la variation des types de granulats, selon la substitution de granulats riche aux SiO_2 par celle aux CaO, est comme suite :

- 1- Le mélange avec 50% CaO + 50% SiO_2 présente la valeur optimale de la résistance à la compression.
- 2- Le mélange confectionné entièrement avec des granulats riches en CaO est plus résistant à la compression que celui confectionné totalement avec des granulats riches en SiO_2 .

Cette variation est due principalement aux :

- 1- La dureté des granulats comme le montre l'essai de los Anglos (les granulats riches aux Cao est moins dure avec 28.19% que celle riche aux SiO_2).
- 2- L'activité chimique des granulats riche en CaO qui améliore la résistance de la zone de transition entre la pâte de ciment et les grains des granulats. Par conter la surface lisse des granulats riche en SiO_2 diminue la cohésion entre ces granulats et la pâte de ciment qui l'enveloppe [AKCA 2004].

VI.3. Modélisation statistique de la résistance en compression

Lorsque l'on trace les valeurs observées du modèle quadratique en fonction des valeurs prévues (c'est-à-dire la relation entre la zone prévue et la zone réellement mesuré) (Figure VI.2), On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable.

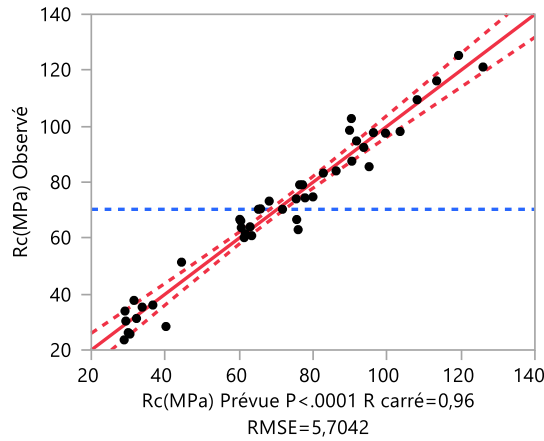


Figure VI. 2 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Le tableau VI.2 regroupe les résultats de l'ajustement de module de la résistance en compression en fonction de la température et la composition chimique des granulats.

D'après les résultats de l'ajustement on constate que La qualité descriptive du modèle mathématique est bonne car les valeurs de (R^2 et R^2 ajusté) sont porche de 1.

Tableau VI. 2 : Résumé de l'ajustement

R^2	0,963
R^2 ajusté	0,96
Racine de l'erreur quadratique moyenne	5,70
Moyenne de la réponse	70,28
Observations (ou sommes pondérées)	44

Les résultats de l'analyse de variance présentés dans le Tableau VI.3 montrent que le modèle quadratique utilise est significatives (la valeur de Prob. > F est inferieur a 0.05).

Tableau VI. 3: Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	30881,686	6176,34	189,8190
Résidus	38	1236,445	32,54	Prob. > F
Total	43	32118,132		<,0001*

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Tableau VI. 4 : Estimations des coefficients triés.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
CaO(%)	-1,176831	0,150825	-7,80	<,0001*
CaO(%)*température (C°)	0,0012071	0,000187	6,47	<,0001*
CaO(%)*CaO(%)	0,0033293	0,000974	3,42	0,0015*
température (C°) *température (C°)	-0,000116	4,586e-5	-2,52	0,0160*
température (C°)	-0,095619	0,056132	-1,70	0,0966

D'après le tableau VI.4 d'estimation de coefficients triés ; le pourcentage de (CaO) et la température (C°) * CaO(%) sont beaucoup plus importants que les effets du pourcentage de (CaO) au carré et la température au carré. En outre, on note la faible importance de l'effet de la température. Pour simplifier le modèle les termes relatifs aux effets quadratiques et d'interaction seront éliminés. Donc la réponse de résistance mécanique à la compression en fonction de pourcentage (CaO) et la température (C°) peut se résumer dans le modèle empirique suivant :

$$\text{Résistance en compression} = 182,7044 + (-1,1768 * \text{CaO}) + (-0,0956 * \text{température}) + (\text{CaO} * [\text{température} * 0,0012]) + (\text{CaO} * [\text{CaO} * 0,0033]) \dots 2.1$$

Nous pouvons noter à nouveau dans l'équation 2.1 le rôle absolument majeur du pourcentage (CaO) dans la variation de la résistance à la compression.

La figure VI.3 représente l'évolution des résistances résiduelles à la compression en fonction de la température de chauffage.

D'après cette figure VI.3, on peut remarquer clairement que la composition chimique influe fortement sur la résistance mécanique à la compression.

À 400C°, trois phases peuvent être distinguées :

- Une augmentation de la résistance en compression pour les mélanges (0%CaO-100%SiO₂), (10%CaO-90% SiO₂), (20%CaO-80% SiO₂) et (30%CaO-70% SiO₂).
- Un maintien de la résistance à la compression pour les mélanges (40% CaO), (50% CaO) et (60% CaO). Ceci rejoint les observations faites par d'autres études comme [Phan 2003], [Savv 2005], [Kane 2007] et [XING 2011].
- Une diminution de la résistance à la compression pour les mélanges (70% CaO), (80% CaO), (90% CaO) et (100% CaO).

À 550C°, une diminution presque similaire de la résistance à la compression pour tous les mélanges. Par ailleurs à 650 C° les mélanges à faible teneur en CaO (0%,10%,20%) présente une meilleure résistance. Sa peut être expliquée par l'écaillage et l'éclatement des silice et aussi par transformation du quartz α en quartz β à 573°C.

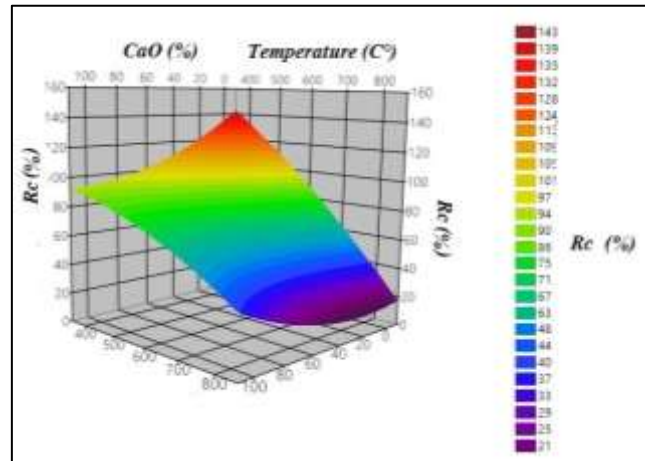


Figure VI. 3: L'évolution des résistances résiduelles a la compression en fonction de la température de chauffage.

À 800C°, tous les mélanges présentes une perte entre (65%) et (75%) de leur résistance initiale sauf le mélange (100% Cao) qui perd seulement 50% de sa résistance.

VI.4. Résistance mécanique à la flexion :

Le béton n'est pas normalement conçu pour résister à des efforts de flexion, mais ce type d'effort entraine des fissures dans la structure de béton alors que la connaissance de la résistance à la flexion permet d'estimer la charge qui entraînera ces fissurations. La figure VI.4 présente les résistances à la flexion des bétons avant et le traitement thermique. (7 et 14 jours).

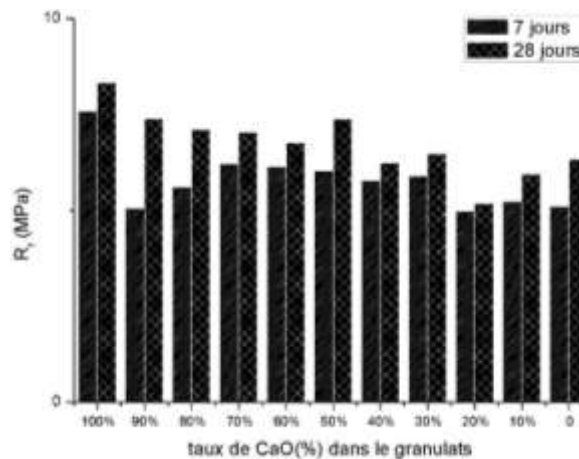


Figure VI. 4: Résistance en flexion (7et 28 jours).

D'après la figure VI.4 on peut remarquer que le mélange (100% CaO) présente la meilleure résistance à la flexion ; par ailleurs une augmentation presque similaire de la résistance à la flexion entre 7 et 28 jours pour tous les mélanges a été remarquée.

VI.5. Modélisation statistique de résistance en flexion :

D'après le graphe des valeurs observées en fonction des valeurs prévues, on peut observer que tous les points sont proche à la première bissectrice ; cette dispersion indique la bonne qualité de modèle utilisé.

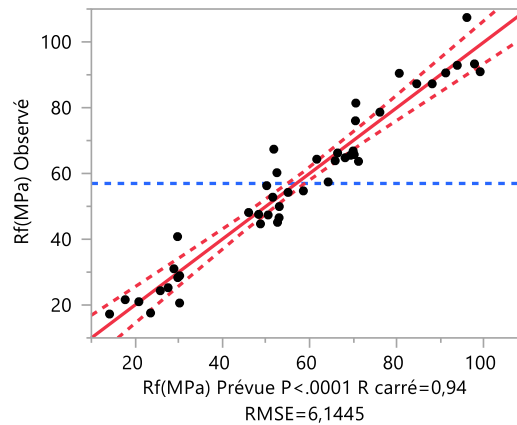


Figure VI. 5: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

D'après le tableau VI.5 d'ajustement du le modèle de résistance à la flexion en fonction de pourcentage de CaO et de la température on peut observer que les valeurs des deux coefficients R carré et R carré ajusté assez proche de 1 cela indique la qualité descriptive de modèle mathématiques.

Tableau VI. 5: Résumé de l'ajustement.

R carré	0,94
R carré ajusté	0,93
Racine de l'erreur quadratique moyenne	6,14
Moyenne de la réponse	56,96
Observations (ou sommes pondérées)	44

Le tableau VI.6 pesante l'analyse de la variance de modèle quadratique utilise pour la repense de résistance à la flexion en fonction de pourcentage de CaO et la température ; on constate que le modelé est significatif car la valeur de Prob. > F est inferieur a 0.05

Tableau VI. 6 : Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	23394,72	4678,94	123,93
Résidus	38	1434,67	37,75	Prob. > F
Total	43	24829,38		<,0001*

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Tableau VI. 7: Estimation des coefficients triés.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
CaO(%)*température (C°)	0,0012201	0,000201	6,07	<,0001*
CaO(%)	-0,595479	0,162466	-3,67	0,0008*
CaO(%)*CaO(%)	-0,002248	0,001049	-2,14	0,0386*
Température (C°)	-0,124683	0,060464	-2,06	0,0461*
Température (C°)*température (C°)	-0,000073	4,94e-5	-1,48	0,1476

Comme on peut le remarquer dans le tableau VI.7 l'interaction de taux de CaO (%) et la température (°C) et le coefficient de CaO (%) sont le plus influant sur la réponse de résistance à la flexion. Tous les autres coefficients ont des valeurs de Prob inférieur à 0,05 sauf l'interaction de température au carré. Afin de simplifier le modèle nous allons donc éliminer ce terme de l'équation. Donc la réponse de résistance à la flexion. Peut se résumer dans le modèle empirique suivant :

$$\text{Résistance en flexion} = 160,6460 + (-0,5955 * \text{CaO}) + (-0,1247 * \text{température}) + (\text{CaO} * [\text{température} * 0,0012]) + (\text{CaO} * [\text{CaO} * -0,0022]) \dots 2.2$$

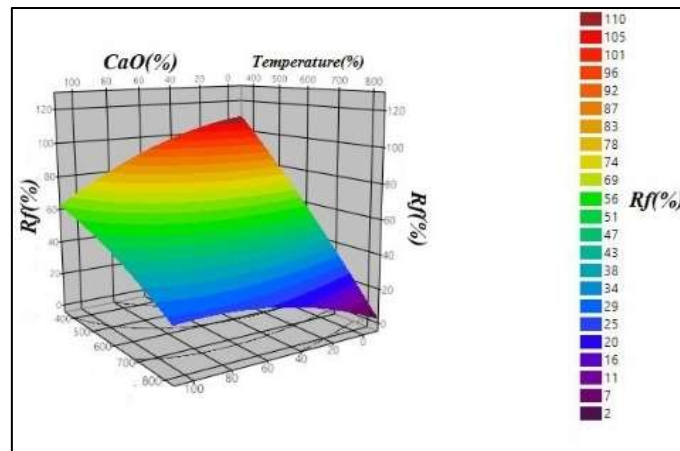


Figure VI. 6: L'évolution des résistances résiduelles à la flexion en fonction de la température de chauffage.

A partir de la figure VI.6, on observe l'évolution de la résistance à la flexion des mélanges confectionnés après les différents cycles thermiques. La résistance à la flexion décroît régulièrement avec l'augmentation de la température de chauffage.

De 400°C jusqu'à 650°C les mélanges avec des granulats à faible teneur en CaO présente une meilleure résistance en flexion ; ça veut dire d'autre façon que l'augmentation de la teneur en SiO₂ provoque une augmentation importante de la résistance à la flexion.

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Au-delà de 650°C une relation inversement proportionnelle entre le taux de CaO et la résistance à la flexion.

Comme la résistance à la compression la résistance à la flexion variée avec le pourcentage de SiO₂ et Cao présent dans les granulats utilisée.

VI.6. Modélisation statistique de la perte de masse :

L'évolution de la perte de masse des éprouvettes de béton en fonction de la température est obtenue par une moyenne de 3 éprouvettes intactes.

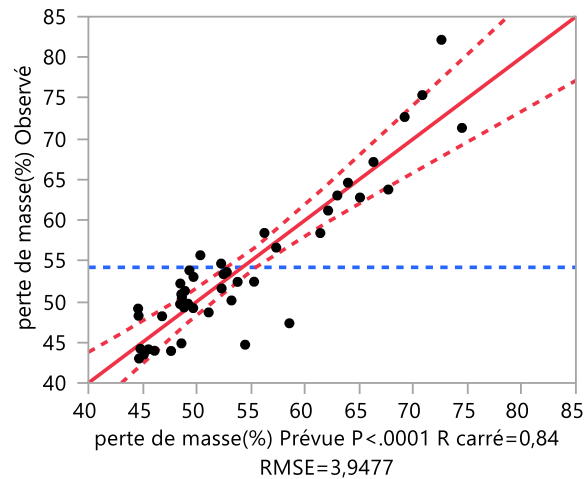


Figure VI. 7: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Le nuage de points présenté dans le graphe VI.2 indique les valeurs observées en fonction des valeurs prévues de la perte de masse. On peut noter une large dispersion avec un coefficient de corrélation R^2 égale à 0.84. Les valeurs de R carré et R carré ajusté signaler dans le tableau VI.8 indique que la qualité descriptive du modèle mathématique est bonne.

Tableau VI. 8 : Résumé de l'ajustement.

R carré	0,84
R carré ajusté	0,82
Racine de l'erreur quadratique moyenne	3,95
Moyenne de la réponse	54,21
Observations (ou sommes pondérées)	44

Tableau VI. 9: Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	3046,15	609,23	39,09
Résidus	38	592,19	15,58	Prob. > F
Total	43	3638,35		<,0001*

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Le Tableau VI.9 résume l'analyse de la variance du model quadratique de la perte de masse en fonction du pourcentage (CaO) et de la température (C°). D'après ces résultats d'analyse de la variance, on constate que le modèle quadratique utilisé est significatif (la valeur de Prob. > F est inferieur a 0.05).

Tableau VI. 10: Estimations des coefficients triés.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température (C°)*température (C°)	0,0001267	3,174e-5	3,99	0,0003*
CaO(%)*température (C°)	-0,000452	0,000129	-3,50	0,0012*
température (C°)	-0,077553	0,038847	-2,00	0,0531
CaO(%)	0,1654775	0,10438	1,59	0,1212
CaO(%)*CaO(%)	0,0006524	0,000674	0,97	0,3391

D'après le tableau VI.10, On remarque que l'effet de l'interaction de la température au carré et du pourcentage de (CaO) multiplié par la température (Prob <0.05) sont beaucoup plus importants que les autres effets ; Cette importance est confirmée par l'élimination de ces effets d'expression de la prévision de la perte de masse en fonction du pourcentage (CaO) et de la température (C°). Afin de simplifier le modèle et la réponse de la perte de masse, on peut le résumer dans l'équation suivante :

$$\text{Perte de masse} = 55,4237 + (0,1656 * \text{CaO}) + (-0,0775 * \text{température}) + (\text{CaO} * [\text{température} * -0,0004]) + (\text{CaO} * [\text{CaO} * 0,0006]) + (\text{température} * [\text{température} * 0,0001])$$

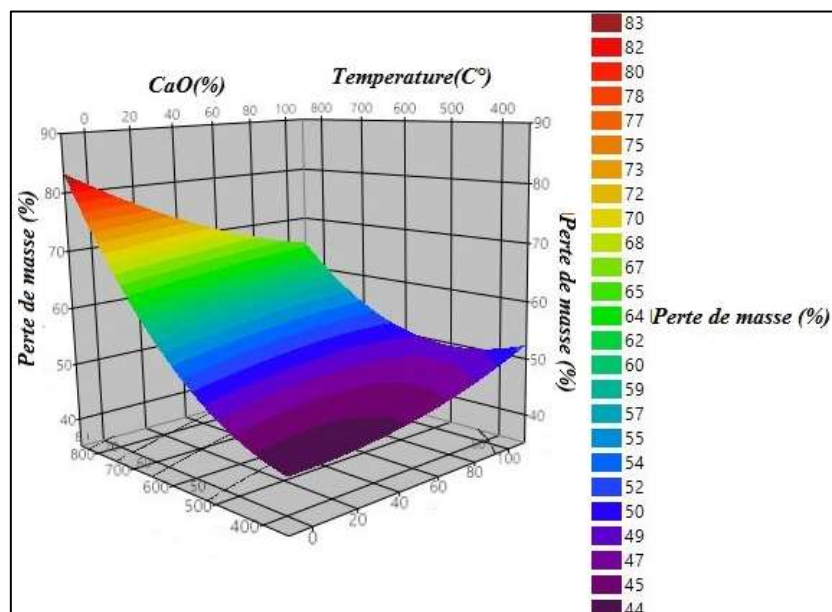


Figure VI. 8: Évolution de la perte de masse en fonction de la température de chauffage.

La figure VI.8 représente l'évolution de la perte de masse en fonction de la température de chauffage.

La perte de masse augmente proportionnellement avec la température. A 400 C, la perte de masse augmente quand le pourcentage de CaO est élevé, Par contre à 800°C, les bétons confectionnés avec des granulats de faible pourcentage en CaO présentent une grande perte de masse par rapport à ceux riches en CaO.

VI.7. Modélisation statistique de l'absorption capillaire :

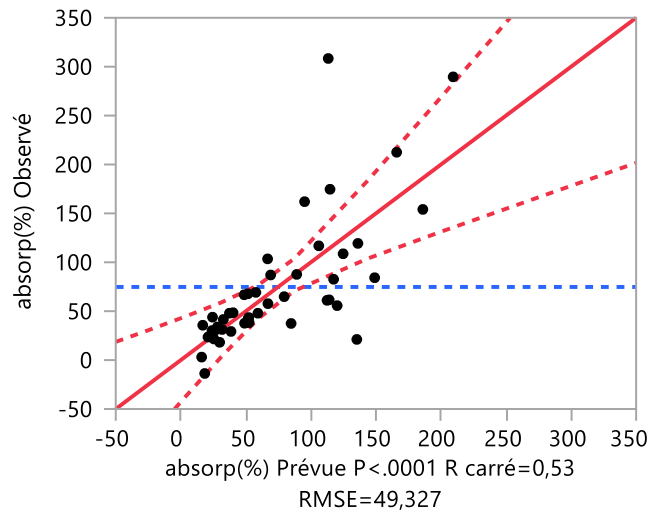


Figure VI. 9: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

D'après la figure VI.9, on peut noter que certains points sont loin par rapport à la première bissectrice qui n'est pas souhaitable. Cette dispersion provoque une faible valeur de R carré 0.53 et R carré ajusté 0.46 (tableau VI.11).

Cela produit une mauvaise qualité descriptive du modelé mathématique. Le tableau VI.11 présente le résumé de l'ajustement pour le modèle du coefficient d'absorption en fonction de la température et du pourcentage de CaO.

Tableau VI. 11: Résumé de l'ajustement.

R carré	0,53
R carré ajusté	0,47
Racine de l'erreur quadratique moyenne	49,33
Moyenne de la réponse	74,77
Observations (ou sommes pondérées)	44

EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES GRANULATS

Tableau VI. 12: Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	104472,05	20894,4	8,5872
Résidus	38	92461,22	2433,2	Prob. > F
Total	43	196933,27	/	<,0001*

Les résultats de l'analyse de variance présentés dans le Tableau VI.12 montrent que le modèle quadratique du coefficient d'absorption en fonction de la température et du pourcentage de CaO est significatif (la valeur de Prob. > F est inférieure à 0.05).

Tableau VI. 13: Estimations des coefficients triés.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
CaO(%)*CaO(%)	0,0159991	0,00842	1,90	0,0650
température (C°)*température (C°)	0,0007504	0,000397	1,89	0,0661
température (C°)	-0,68176	0,485403	-1,40	0,1683
CaO(%)	-1,364104	1,304268	-1,05	0,3022
CaO(%)*température (C°)	0,00082	0,001613	0,51	0,6142

Le tableau VI.13 présente l'estimation des coefficients triés qui influence sur la repense étudiée, on peut constater que :

Tous les coefficients ont une faible importance qui confirme la faible valeur de R carré et R carré ajusté.

Le pourcentage du (CaO) au carré et la température (C°) au carré est beaucoup plus importante que les autres effets.

La figure VI.10 représente l'évolution de l'absorption capillaire en fonction de la température de chauffage et le pourcentage du CaO.

L'absorption capillaire augmente avec l'augmentation de la température à 400C° trois phases peut être distingué :

- De 0 à 20% de CaO, une diminution de l'absorption capillaire confirme l'évolution de la perte de masse et de la résistance mécanique.
- De 40 à 60 % de CaO, une stabilisation d'absorption capillaire est remarquée.
- Au de la 60% de CaO, une augmentation de l'absorption capillaire jusqu'à leur valeur maximale à 100% de CaO.

Une variation similaire a été observée pour les autres paliers de température.

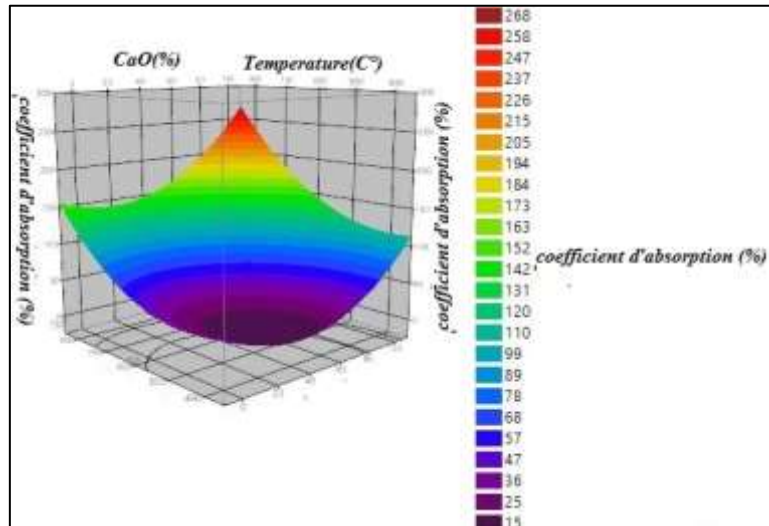


Figure VI. 10: Évolution de l'absorption capillaire en fonction de la température de chauffage et le pourcentage de CaO.

**CHAPITRE (VII) : L'effet des
paramètres morphologiques sur le
comportement de béton soumis à
haute températures**

VII.1. Introduction

Dans cette partie ; nous allons étudier statistiquement l'effet des paramètres morphologiques des granulats sur la résistance mécanique des bétons étudiés sous haute température. Le tableau VII.1 présent les paramètres morphologiques des granulats calculés dans le chapitre 2.

Tableau VII. 1: Les paramètres morphologiques des granulats.

	G1	G2	G3	G4	G5
Circularité	0,7440	0,7576	0,7311	0,7166	0,7603
Facteur d'aspect	1,4402	1,4127	1,4534	1,4216	1,4457
Convexité	0,9774	0,9791	0,9651	0,9685	0,9677

On peut remarquer que les valeurs des trois paramètres morphologiques des granulats sont très proches ; pour la circularité les valeurs sont comprises entre 0.7166 et 0.7603 ou les granulats roulés (G5) dont la forme des grains se rapproche le plus de celle d'une sphère présente la plus grande circularité. Pour le facteur d'aspect les valeurs sont comprises entre (1,4127 et 1,4534) et entre (0,9651 et 0,9791) pour la convexité. Une analyse statistique de l'effet de la morphologie des granulats sur la résistance mécanique à la compression a été étudiée selon le plan d'expérience (partie 2 méthode de surface de réponse), Les bornes utilisées pour chacun des 4 facteurs étudiés sont rappelés dans le tableau VII.2.

Tableau VII. 2: Bornes des facteurs utilisés pour la surface de réponse.

Facteurs	Limite inferieur	Limite supérieur
Température °C	400	800
Circularité	0,7166	0,7603
Facture d'aspect	1,4126	1,4456
Convexité	0,9650	0,9791

Il est à noter que les trois paramètres morphologiques sont des facteurs non contrôlables parce qu'ils résultent de l'analyse morphologique des granulats.

La matrice d'expériences tableau VII.3 est fournie avec les résultats expérimentaux de la résistance mécanique résiduelle en compression obtenus avant et après le traitement thermique aux différents cycles de température.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 3: Matrice d'expériences.

	Facteurs				Réponses			
	Température C°	Circularité	Facteur d'aspect	Convexité	RC (%)	Rf (%)	Perte de masse (%)	Coefficient Absorption (%)
1	400	0,7166	1,421606	0,968547	98,67	68,69	8,610000	2,53028
2	550	0,7166	1,421606	0,968547	79,05	63,57	12,053333	2,72996
3	650	0,7166	1,421606	0,968547	70,46	48,13	14,530000	3,00302
4	800	0,7166	1,421606	0,968547	51,39	40,79	19,583333	3,13199
5	400	0,7440	1,440203	0,977357	99,09	90,04	8,000000	1,89616
6	550	0,7440	1,440203	0,977357	86,83	87,21	13,333333	2,31479
7	650	0,7440	1,440203	0,977357	85,39	74,68	15,000000	2,6239
8	800	0,7440	1,440203	0,977357	57,076	53,83	28,000000	2,56167
9	400	0,7576	1,412652	0,979109	99,72	87,73	9,0000000	2,5259
10	550	0,7576	1,412652	0,979109	88,71	79,29	10,333333	2,68002
11	650	0,7576	1,412652	0,979109	57,41	55,22	16,333333	3,10688
12	800	0,7576	1,412652	0,979109	53,27	49,96	39,333333	2,64443
13	400	0,7603	1,445677	0,967655	121,16	90,93	12,666667	2,1295
14	550	0,7603	1,445677	0,967655	85,53	66,83	14,333333	2,37873
15	650	0,7603	1,445677	0,967655	70,31	44,67	27,00000	3,08378
16	800	0,7603	1,445677	0,967655	44,47	38,62	34,666667	3,00875
17	400	0,7311	1,453419	0,965055	89,48	64,81	7,3333333	2,45548
18	550	0,7311	1,453419	0,965055	67,20	63,02	14,000000	3,02704
19	650	0,7311	1,453419	0,965055	69,90	48,79	15,000000	3,08378
20	800	0,7311	1,453419	0,965055	62,74	54,74	29,00000	2,48281

VII.2. Analyse statistique du modèle

Lorsque l'on trace les valeurs observées de modèle quadratique en fonction des valeurs prévues de 4 réponses (Figure VII. 1) résistance mécanique en compression et en flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire.

On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable.

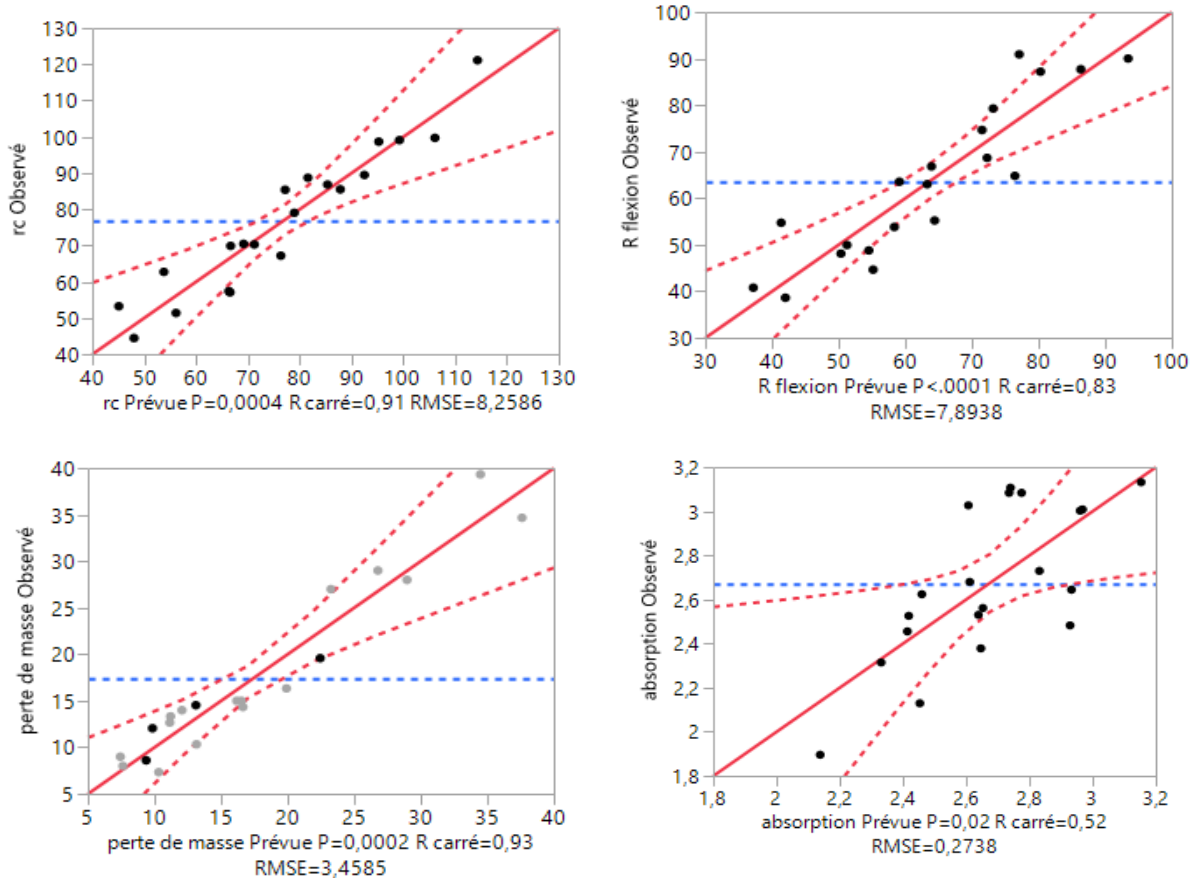


Figure VII. 1: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Les valeurs de R^2 et $R^2_{ajusté}$ sont très proche de 1 ce qui est souhaitable, pour les 3 réponses (résistance mécanique en compression ($R^2 = 0,91$ et $R^2_{ajusté} = 0,83$)), (résistance mécanique en flexion ($R^2 = 0,83$ et $R^2_{ajusté} = 0,78$)) et (la perte de masse ($R^2 = 0,93$ et $R^2_{ajusté} = 0,86$)), Ces valeurs traduisent la bonne qualité descriptive des tris modèles.

Par contre, les valeurs de R^2 et $R^2_{ajusté}$ sont très faibles pour le modèle de coefficient d'absorption capillaire ($R^2 = 0,52$ et $R^2_{ajusté} = 0,39$), Ces valeurs traduisent une mauvaise qualité descriptive de ce modèle.

L'ajustement des 4 paramètres ont été résumé dans le tableau VII.4.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 4: Résumé de l'ajustement.

	RC	RF	Perte de masse	Coefficient d'absorption
R carré	0,91	0,83	0,93	0,52
R carré ajusté	0,83	0,78	0,86	0,39
Racine de l'erreur quadratique moyenne	8,26	7,79	3,46	0,26
Moyenne de la réponse	76,90	63,58	17,40	2,67
Observations (Ou sommes pondérées)	20	20	20	20

VII.3. Analyse de la variance

D'après le tableau VII.5 nous obtenons une valeur très faible de *Prob* ce qui conforte l'hypothèse de l'utilisation des modèles quadratiques pour modéliser les réponses de la résistance mécanique en compression et à la flexion.

Par contre, on utilise le modèle linéaire d'absorption capillaire et la perte de masse.

Tableau VII. 5: Analyse de la variance.

		Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F	Prob. > F
RC	Modèle	9	6773,94	752,66	11,035	0,0004
	Résidus	10	682,05	68,205	/	/
	Total	19	7455,99	/	/	/
RF	Modèle	4	4449,38	1112,35	17,85	0,001
	Résidus	15	934,68	62,31	/	/
	Total	19	5384,06	/	/	/
Perte de masse	Modèle	9	1500,29	166,7	13,94	0,0002
	Résidus	10	119,61	11,96	/	/
	Total	19	1619,9	/	/	/
Absorption capillaire	Modèle	9	1,22	0,3	4,6	0,02
	Résidus	10	1,22	0,07	/	/
	Total	19	2,34	/	/	/

Les modèles mathématiques de la résistance mécanique en compression et en flexion, perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire (quadratique pour les trois premiers et linéaire pour le dernier) en fonction des 3 paramètres morphologiques et la température est déterminé par l'équation 1, 2, 3, et 4 :

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

$$\text{Résistance à la compression} = (-42969.9690) + (63772.9164 * \text{Cir}) + (44891.2308 * \text{Con}) + (-1033.2193 * \text{FA}) + (-6.3475 * \text{T}) + (\text{Cir} * \text{Con} * -64247.7729) + (\text{Cir} * \text{T} * -2.3991) + (\text{Con} * \text{T} * 5.6158) + (\text{FA} * \text{T} * 1.7428) + (\text{T} * \text{T} * 0.00004). \dots\dots 1$$

$$\text{Perte de masse} = (-2791.0089) + (4116.3683 * \text{Cir}) + (3088.0369 * \text{Con}) + (29.1423 * \text{FA}) + (-0.5484 * \text{T}) + (\text{Cir} * \text{Con} * -4548.6636) + (\text{Cir} * \text{tem} * 0.8267) + (\text{Con} * \text{T} * 0.004) + (\text{FA} * \text{T} * -0.1103) + (\text{T}^2 * 0.0001) \dots\dots\dots 2$$

$$\text{Résistance à la flexion} = (-2106.06) + (-45.81 * \text{Cir}) + (1805.42 * \text{Con}) + (350.04 * \text{FA}) + (-0.088 * \text{T}) \dots\dots\dots 3$$

$$\text{Coefficients d'absorption} = (-53.28) + (1.50 * \text{Cir}) - (36.65 * \text{Con}) + (11.77 * \text{FA}) + (-0.0012 * \text{T}) \dots\dots\dots 4$$

Tableau VII. 6: Tests des effets pour la réponse de résistance mécanique à la compression.

Terme RC	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Circularité*température	-2,3992	0,932078	-2,57	0,0277*
Convexité* température	5,6158853	3,43688	1,63	0,1333
Circularité	63772,916	40529,21	1,57	0,1467
Facteur d'aspect * température	1,742862	1,132859	1,54	0,1550
Circularité * Convexité	-64247,77	41799,87	-1,54	0,1553
Température	-6,34751	4,267377	-1,49	0,1677
Facteur d'aspect	-1033,219	704,0786	-1,47	0,1730
Convexité	44891,231	31212,71	1,44	0,1809
Température* température	4,337e-5	9,849e-5	0,44	0,6691

Tableau VII. 7: Tests des effets pour la réponse de coefficient d'absorption.

Terme coef	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Température	0,0012871	0,00042	3,06	0,0079*
Convexité	-36,65251	16,60806	-2,21	0,0433*
Facteur d'aspect	-11,77005	5,474323	-2,15	0,0483*
Circularité	1,4958498	4,504087	0,33	0,7444

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 8: Tests des effets pour la réponse de résistance mécanique à la flexion.

Terme rf	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Température	-0,0877	0,012109	-7,24	<,0001*
Convexité	1805,4203	478,8751	3,77	0,0019*
Facteur d'aspect	350,04132	157,8461	2,22	0,0424*
Circularité	-45,81348	129,8704	-0,35	0,7292

Tableau VII. 9: Tests des effets pour la réponse de perte de masse.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Circularité*température	0,0001181	4,125e-5	2,86	0,0169*
Circularité*température	0,8267249	0,390334	2,12	0,0602
Température	-0,548434	1,787083	-0,31	0,7652
Circularité*Convexité	-4548,664	17504,86	-0,26	0,8002
Circularité	4116,3683	16972,73	0,24	0,8133
Convexité	3088,0369	13071,19	0,24	0,8180
Facteur d'aspect * température	-0,110399	0,474416	-0,23	0,8207
Facteur d'aspect	29,142322	294,8525	0,10	0,9232
Convexité* température	0,0040926	1,439289	0,00	0,9978

L'analyse de l'effet des 4 modèles pour les réponses étudiées montre qu'au minimum un effet influe fortement sur la réponse. En effet, nous remarquons que :

Pour la résistance mécanique en compression, l'interaction de la circularité de l'agrégat et la température est la plus significatif ; En effet, les valeurs de **Prob** de coefficient (Circularité*température) est inférieure à 0,05. Les autres termes des modèles qui correspondent à chacun de ces effets présentent des valeurs de **Prob** qui sont supérieures à 0,05 ne sont pas significatifs. Pour la résistance mécanique en flexion, les effets linéaires de la Température, la convexité et le Facteur d'aspect sont significatifs. Par contre la circularité n'est pas significative car la valeur de **Prob** est supérieure à 0,05. Pour la perte de masse, l'interaction (circularité*température) est significative (prob <0.05) Toutefois, les autres coefficients correspondant aux effets quadratiques et aux effets d'interaction sont supérieurs à 0,05. Pour le coefficient d'absorption, le tableau VII.7 montre un effet linéaire de la température, la convexité et le facteur d'aspect. En effet, nous remarquons que le coefficient de régression de l'effet linéaire de la température et les deux coefficients morphologique (convexité et le facteur d'aspect) présentes des valeurs de **prob** inférieure à 0,05 ; la circularité a une valeur de **prob** supérieures à 0,05.

VII.4. L'effet direct des variables :

VII.4.1. La circularité :

Lorsque l'on trace les valeurs observées associée aux quatre modèles en fonction des valeurs prévues de la résistance mécanique en compression et en flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire en fonction de la température et la circularité des grains (Figure VII.2) ; on constate que les valeurs prévues sont proche aux celle observés pour la résistance en compression et la perte de masse. Cela traduit les valeurs élevées des coefficients de régression associée aux modèles ($R^2 = 0.85$ et 0.91) successivement (tableau VII.10) résistance mécanique en flexion et le coefficient d'absorption capillaire ($R^2 = 0.78$ et 0.59) successivement. Ces valeurs traduisent une mauvaise qualité descriptive de ce modèle. On regroupe dans le tableau VII.10 les différentes valeurs de ces coefficients.

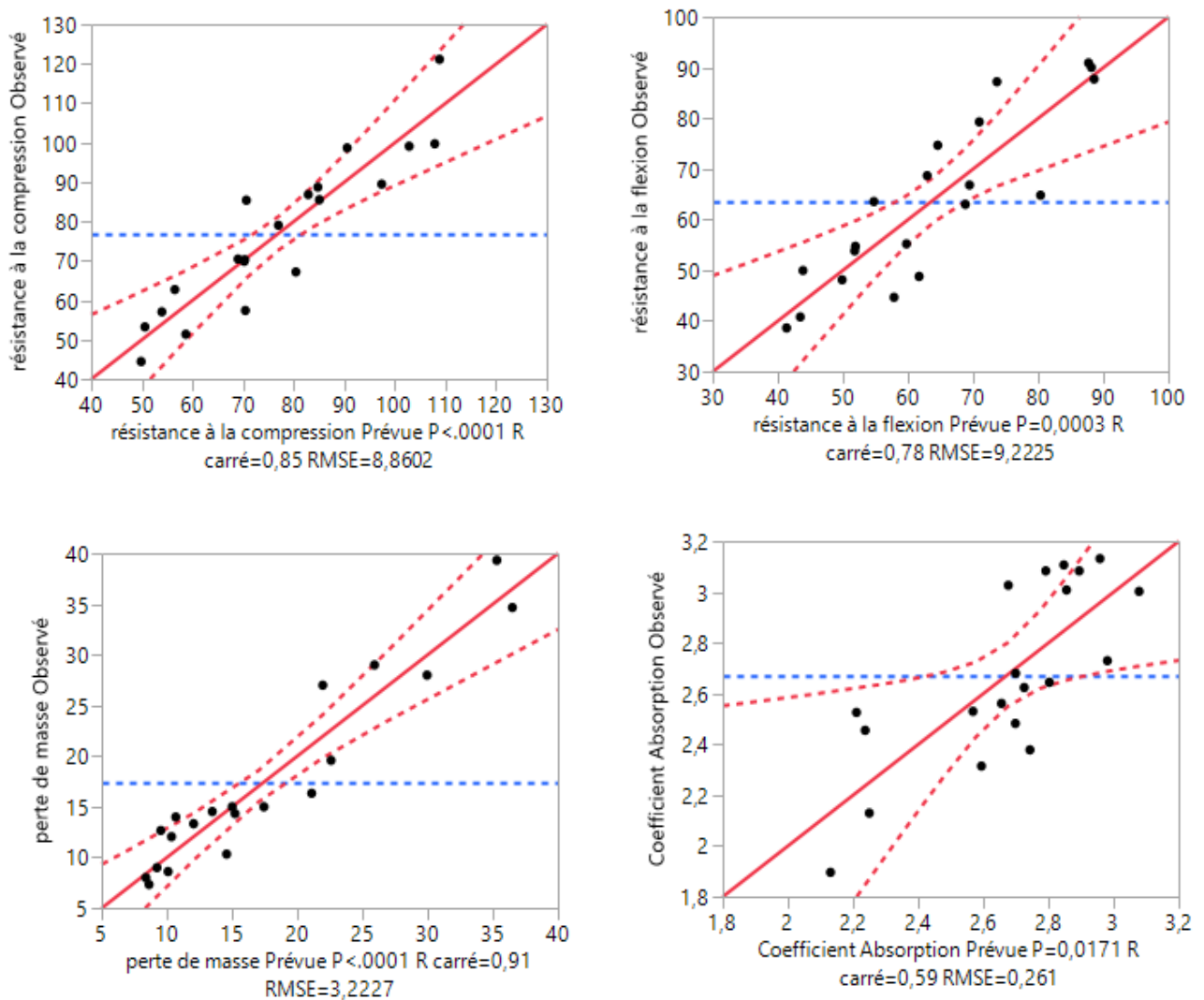


Figure VII. 2 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 10: Résumé de l'ajustement.

	RC	RF	Perte de masse	Coefficient d'absorption
R carré	0,85	0,78	0,91	0,59
R carré ajusté	0,80	0,70	0,89	0,44
Racine de l'erreur quadratique moyenne	8,86	7,79	3,46	0,26
Moyenne de la réponse	76,90	63,58	17,40	2,67
Observations (ou sommes pondérées)	20	20	20	20

VII.4.1.1. Analyse de la variance

D'après le tableau VII.11, on peut constater que les modèles mathématiques ont une qualité satisfaisante pour toutes les réponses, la valeur très faible de **Prob** (<,0001 pour la résistance en compression et la perte de masse ; 0.0003 pour la résistance en flexion et 0.0171 pour le coefficient d'adsorption capillaire) ce qui conforte l'hypothèse de l'utilisation des modèles linéaires pour modéliser les quatre réponses étudiées.

Tableau VII. 11: Analyse de la variance.

		Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F	Prob. > F
RC	Modèle	5	6356,94	1271,39	16,1952	<,0001*
	Résidus	14	1099,05	78,5	/	/
	Total	19	7455,99		/	/
RF	Modèle	4	4193,52	838,705	9,861	0,0003*
	Résidus	15	1190,77	85,055	/	/
	Total	19	5384,29	/	/	/
Perte de masse	Modèle	5	1474,5	294,9	13,94	<,0001*
	Résidus	14	145,4	10,386	/	/
	Total	19	1619,9	/	/	/
Absorption capillaire	Modèle	5	1.39	0,27	4.6	0,0171
	Résidus	14	0.95	0,07	/	/
	Total	19	2,34	/	/	/

Les modèles mathématiques de 4 modelés de résistance mécanique en compression et en flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire en fonction de la circularité des grains de granulats utilisées dans la confection des bétons et la température est déterminé par l'équation 5,6,7, et 8 :

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Résistance en compression= $-1607.75+(0.98* \text{température}) +(3751.26* \text{Circularité})+(\text{température}*[\text{Circularité}*-1.55])+(\text{température}*[\text{température}*0.00004])+(\text{Circularité}*[\text{Circularité}*-1838.45])$ 5

Résistance en flexion= $-12573.49+(1.03* \text{température}) +(33212.76* \text{Circularité})+(\text{température}*[\text{Circularité}*-1.54])+(\text{température}*[\text{température}*0.00002])+(\text{Circularité}*[\text{Circularité}*-21687.53])$ 6

Perte de masse= $1935.62+(-0.70* \text{température}) +(-4826.97* \text{Circularité})+(\text{température}*[\text{Circularité}*0.83])+(\text{température}*[\text{température}*0.0001])+(\text{Circularité}*[\text{Circularité}*3035.49])$ 7

Coefficient d'absorption = $298.73+(0.0006 \text{température}) + (-798.53* \text{Circularité}) + (\text{température}*[\text{Circularité}*0.012])+(\text{température}*[\text{température}* -0.000007]) + (\text{Circularité}*[\text{Circularité}*532.40])$ 8

A partir des résultats obtenus, on a réalisé des analyses sur les effets qui peuvent influencer les réponses. Cette analyse permet d'identifier les facteurs et les interactions ayant une influence statistiquement significative sur les variations des réponses étudiées en fonction de la circularité des grains et de la température.

Tableau VII. 12: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.

Terme RC	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*Circularité	-1,547181	0,828292	-1,87	0,0428
Température	0,9769474	0,627618	1,56	0,1419
température*température	4,337e-5	0,000106	0,41	0,6877
Circularité	3751,2567	14805,61	0,25	0,8037
Circularité*Circularité	-1838,447	10009,16	-0,18	0,8569

Tableau VII. 13: Tests des effets pour la réponse de coefficient de l'absorption capillaire.

Terme absor	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*température	-7,106e-6	3,113e-6	-2,28	0,0386*
Circularité	-798,5278	436,1544	-1,83	0,0885
Circularité*Circularité	532,3974	294,857	1,81	0,0925
température*Circularité	0,0123472	0,0244	0,51	0,6207
température	0,0006542	0,018489	0,04	0,9723

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 14: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.

Terme masse	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Température	-0,703526	0,22828	-3,08	0,0081*
température*température	0,0001181	3,843e-5	3,07	0,0083*
température*Circularité	0,8276376	0,30127	2,75	0,0157*
Circularité	-4826,974	5385,169	-0,90	0,3852
Circularité*Circularité	3035,4909	3640,58	0,83	0,4184

Tableau VII. 15: Tests des effets pour la réponse de la résistance en flexion.

Terme RF	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Circularité	33212,762	15410,97	2,16	0,0490*
Circularité*Circularité	-21687,53	10418,4	-2,08	0,0562
température*Circularité	-1,538271	0,862158	-1,78	0,0961
Température	1,0256354	0,65328	1,57	0,1387
température*température	2,328e-5	0,00011	0,21	0,8354

D'après les tableaux VII.12 ; VII.13 ; VII.14 et VII.15 de l'analyse des effets des 4 modèles, il est bien clair qu'au minimum un effet influe fortement sur la réponse. En effet, nous remarquons que :

Le modèle de la perte de masse présente des effets significatifs les plus nombreux (un paramètre 'la température' et deux interactions température au carré et la circularité*la température)

Pour la résistance en flexion, la circularité est l'effet le plus influant, en effet L'interaction de la température au carré a une influence statistiquement significative sur le modèle d'absorption capillaire.

VII.4.1.2. Représentation graphique de la surface de réponse

D'après la figure VII.3 on peut tirer les conclusions suivantes :

- L'augmentation de la température provoque une diminution de la résistance à la compression.
- La circularité influe fortement sur la résistance mécanique à la compression et à la flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

- Avec l'augmentation de la circularité, on peut constater une relation proportionnelle à la résistance à la compression à 400°C, et inversement proportionnelle à 800°C.
- Pour la réponse de la perte de masse, on peut remarquer qu'avec l'augmentation de la circularité, la perte de masse s'accroît. Cette augmentation confirme les pertes de la résistance observées pour les granulats avec des valeurs de circularité plus élevées.
- En effet, l'augmentation de la circularité jusqu'à 0.74 provoque une augmentation de la résistance en flexion puis une diminution a été remarquée au-delà de cette valeur.
- Pour l'absorption capillaires, le béton présente une relation proportionnelle entre le coefficient d'absorption et l'augmentation de température jusqu'à 650°C
- Entre 650°C et 800°C, on peut remarquer une diminution du coefficient d'absorption due principalement à l'augmentation de la taille des pores ce qui provoque une diminution de pression d'absorption.
- Au-delà de 400°C, l'augmentation de la circularité des granulats jusqu'à 0.74 provoque une diminution du coefficient d'absorption capillaires puis on peut remarquer une augmentation de ce dernier.

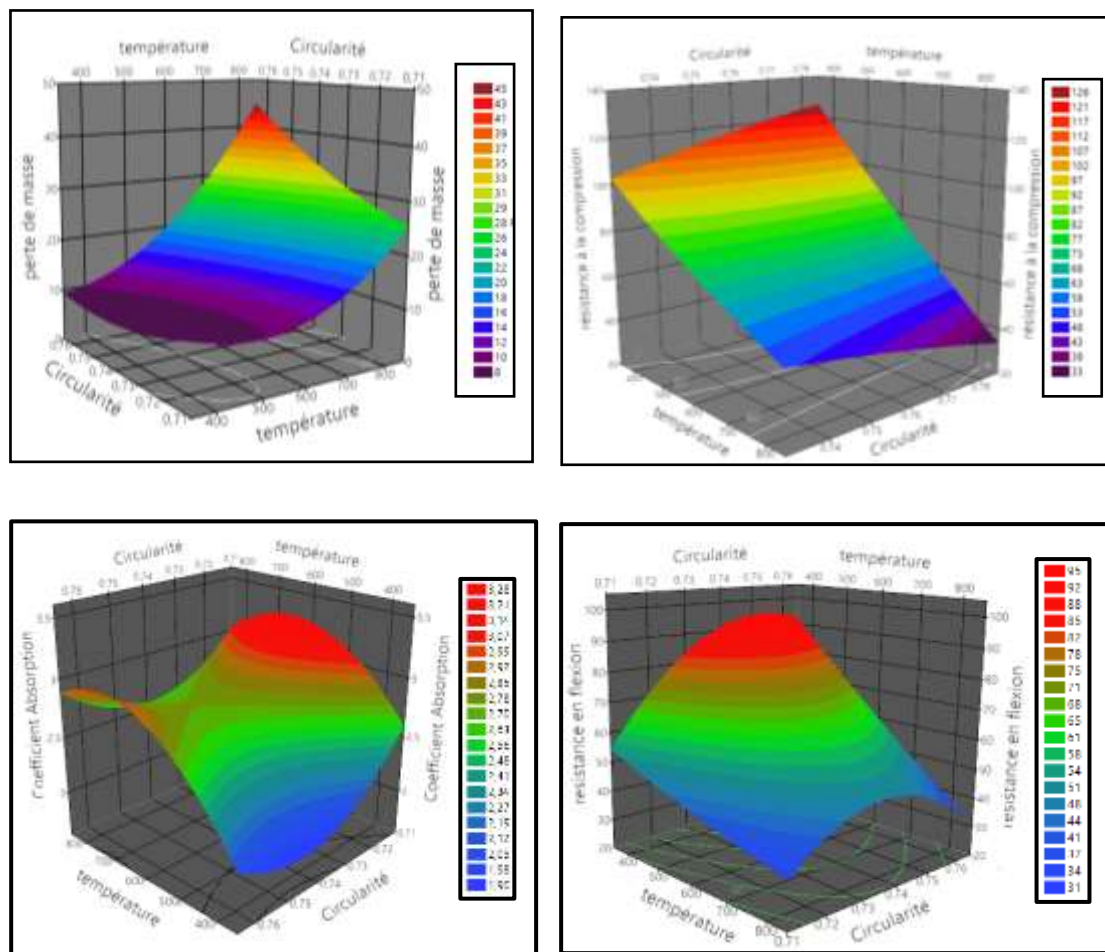


Figure VII. 3: Représentation graphique de surface de réponse

VII.4.2. La convexité :

Les valeurs élevées des coefficients de régression $R^2 = (0.83, 0.79 \text{ et } 0.78)$ associées aux modèles de la résistance mécanique à la compression, perte de masse et résistance mécanique à la flexion en fonction de la convexité des granulats et la température se traduit par les graphiques d'adéquation, fournis dans la figures VII.4, sur lesquels l'alignement des nuages de points est très proche de la première bissectrice.

Par contre, on peut remarquer une faible valeur du coefficient de régression $R^2 = 0.52$ associées aux modèles du coefficient d'absorption figureVII.4. Ces valeurs traduisent une mauvaise qualité descriptive de ce modèle ; l'ajustement des 4 modèles ont été résumés dans le tableau VII.16.

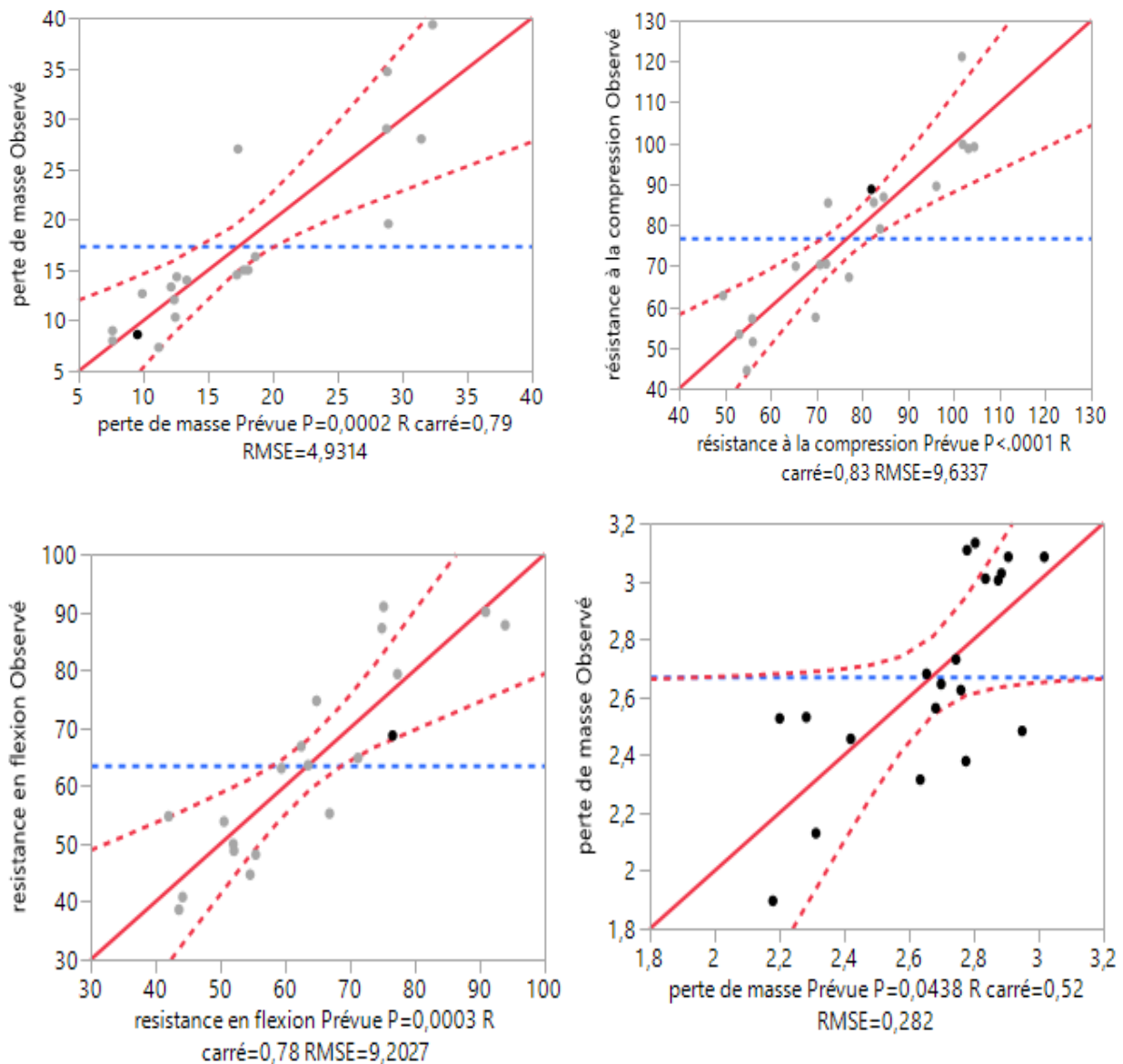


Figure VII. 4: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 16: Résumé de l'ajustement.

	RC	RF	Perte de masse	Coefficient d'absorption
R carré	0,83	0,78	0,79	0,52
R carré ajusté	0,76	0,70	0,71	0,39
Racine de l'erreur quadratique moyenne	9.63	9.20	4.93	0,26
Moyenne de la réponse	76,90	63,58	17,40	2,67
Observations (ou sommes pondérées)	20	20	20	20

VII.4.2.1. Analyse de la variance

D'après le tableau VII.17, nous obtenons des valeurs très faible de Prob pour la résistance mécanique à la compression, la perte de masse et la résistance mécanique à la flexion ; ce qui conforte l'hypothèse de l'utilisation de ces modèles pour modéliser les trois réponses. Pour le coefficient d'absorption, la valeur de Prob est moins faible que les autres réponses.

Tableau VII. 17: Analyse de la variance.

		Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F	Prob. > F
RC	Modèle	9	6156,68	1231,34	13.27	<,0001*
	Résidus	10	1299,31	92,81	/	/
	Total	19	7455,99	/	/	/
RF	Modèle	4	4198.63	839.72	9.91	0,0003
	Résidus	15	1185.66	84.69	/	/
	Total	19	5384.29	/	/	/
Perte de masse	Modèle	9	1279,44	255,889	10,5224	0,0002
	Résidus	10	340,46	24,318	/	/
	Total	19	1619,9	/	/	/
Absorption capillaire	Modèle	9	1.23	0,25	3.09	0,0438*
	Résidus	10	1.11	0,08	/	/
	Total	19	2,34	/	/	/

Les 4 modèles mathématiques présenter par les équations (9), (10) ,(11) et (12) permettent d'obtenir à partir des valeurs de la convexité des granulats utilisées et le degré de température, un nuage de point représentant la résistance à la compression, à la flexion ,la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire respectivement du béton chauffé.

La résistance en compression= $-143577+(0.21*\text{température}) + (295180.23*\text{convexité}) + (\text{température}*[\text{convexité}*-0.40])+(\text{température}*[\text{température} *0.00004])+(\text{convexité}*[\text{convexité}*-151537.48])\dots$ (9)

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

La résistance en flexion = $5382.31 + (2.08 * \text{température}) + (-13336.56 * \text{convexité}) + (\text{température} * [\text{convexité} * -2.26]) + (\text{température} * [\text{température} * 0.00002]) + (\text{convexité} * [\text{convexité} * 8156.15]) \dots(10)$

Perte de masse = $20054.09 + (-1.32 * \text{température}) + (-40488.80 * \text{convexité}) + (\text{température} * [\text{convexité} * 1.27]) + (\text{température} * [\text{température} * 0.0001]) + (\text{convexité} * [\text{convexité} * 20414.43]) \dots(11)$

Coefficient d'adsorption = $2135.71 + (0.015 * \text{température}) + (-4381.85 * \text{convexité}) + (\text{température} * [\text{convexité} * -0.0054]) + (\text{température} * [\text{température} * -0.000007]) + (\text{convexité} * [\text{convexité} * 2246.93]) \dots(12)$

Tableau VII. 18: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.

Terme rc	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Convexité	295180,23	283746,9	1,04	0,3158
convexité*convexité	-151537,5	145897,4	-1,04	0,3166
température*température	4,337e-5	0,000115	0,38	0,7115
température*convexité	-0,396611	2,635324	-0,15	0,8825
Température	0,2143883	2,564087	0,08	0,9345

Tableau VII. 19: Tests des effets pour la réponse du coefficient d'absorption capillaire.

Terme rf	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*convexité	-2,263559	2,517424	-0,90	0,3838
Température	2,0835104	2,449374	0,85	0,4093
température*température	2,328e-5	0,00011	0,21	0,8351
convexité*convexité	8156,1471	139370,1	0,06	0,9542
Convexité	-13336,56	271052,5	-0,05	0,9615

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 20: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.

Terme masse	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*température	0,0001181	5,881e-5	2,01	0,0644
Température	-1,319644	1,312525	-1,01	0,3318
température*convexité	1,2661895	1,348991	0,94	0,3638
Convexité	-40448,8	145246,6	-0,28	0,7847
convexité*convexité	20414,435	74683,1	0,27	0,7886

Tableau VII. 21: Tests des effets pour la réponse de l'absorption capillaire.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*température	-7,106e-6	3,363e-6	-2,11	0,0530
Convexité	-4381,847	8306,508	-0,53	0,6061
convexité*convexité	2246,9285	4271,052	0,53	0,6071
Température	0,0150788	0,075062	0,20	0,8437
température*convexité	-0,005418	0,077147	-0,07	0,9450

D'après les tableaux VII.18 ; VII.19 ; VII.20 et VII.21 de l'analyse des effets des 4 modèles, il est bien clair qu'aucun effet influé fortement sur la réponse (toutes les valeurs sont supérieures à 0.05).

VII.4.2.2. Représentation graphique de surface de réponse

La figure VII.5 représente les surfaces de réponse associée aux modèles de la résistance mécanique à la compression, à la flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire en fonction de la convexité et la température.

D'après la figure VII.5 on peut tirer les conclusions suivantes :

L'augmentation de la température provoque un accroissement de la perte de masse avec une diminution de la résistance à la flexion et à la compression. Pour le coefficient d'absorption capillaire, l'augmentation de la température jusqu'à 650°C provoque une augmentation du coefficient d'absorption capillaire ; au-delà de cette température, on peut voire une diminution du coefficient d'absorption capillaires.

L'augmentation de la convexité jusqu'à 0.974 conduit une augmentation de la résistance en compression puis une diminution a été remarquée au-delà de cette valeur.

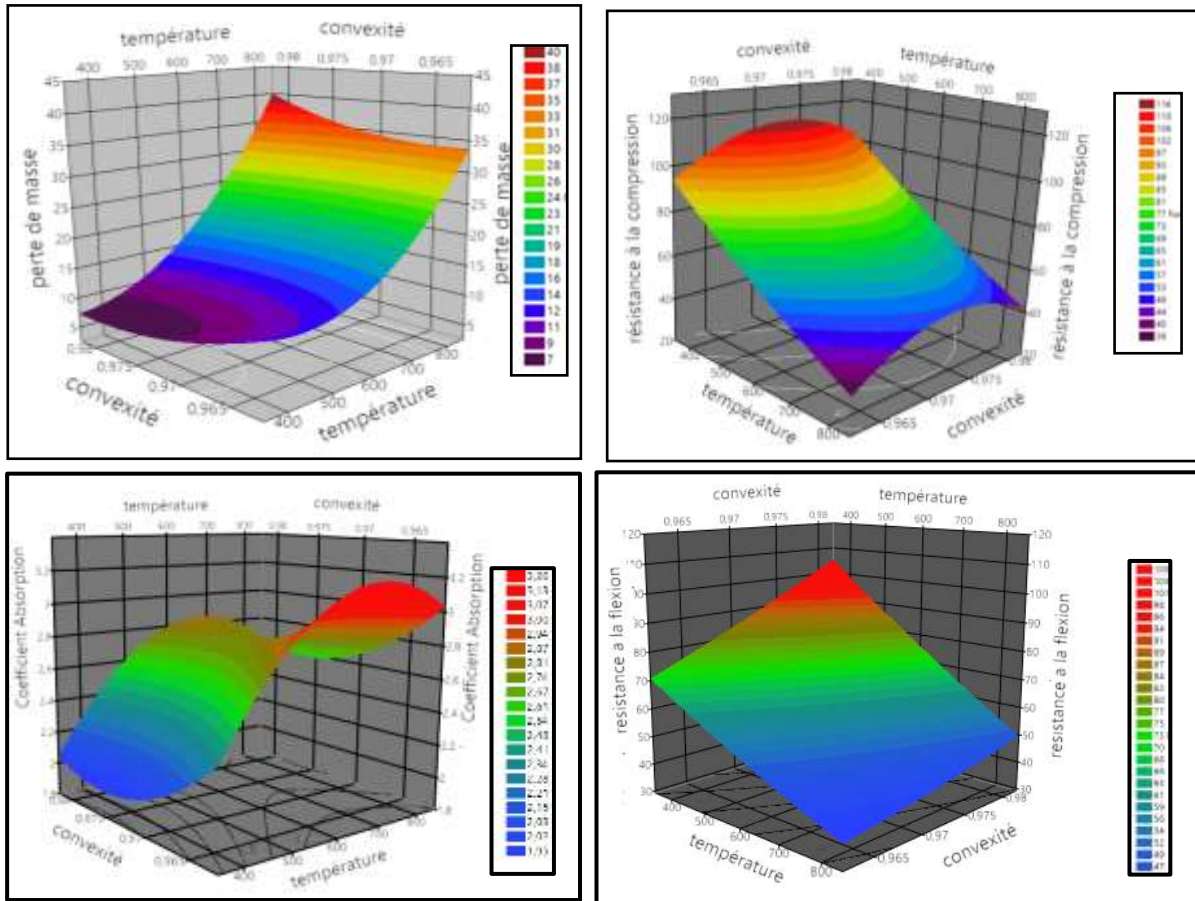


Figure VII. 5: Représentation graphique de surface de réponse

Donc, on peut dire que la valeur optimum de la connexité avec laquelle la résistance en compression est maximale est égal à 0.974.

Pour la résistance en flexion, on peut constater une relation proportionnelle à la convexité.

En effet, l'augmentation de la convexité provoque une augmentation proportionnelle de la perte de masse.

Pour la variation du coefficient d'absorption capillaire, on peut remarquer une diminution du coefficient d'absorption capillaire avec une valeur de la convexité allant jusqu'à 0.974, au-delà de cette valeur une augmentation légère a été remarquée.

VII.4.3. Le facteur d'aspect

D'après les graphes (figure VII.6) d'adéquation des quatre modelés associer au facteur d'aspect, il est bien clair que les valeurs preuves sont proche aux celles observés pour la résistance à la compression et la perte de masse ($R^2 = 0.83$ et 0.78) respectivement sa se traduit par la valeur élevée du coefficient de régression associée au modèle. Par contre, on peut observer un nuage de pion dispersé pour la résistance à la flexion et le coefficient d'absorption

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

capillaire avec des faibles valeurs de R carré et R carré ajusté (tableau VII.22) ($R^2=0.63$ et 0.55 respectivement)

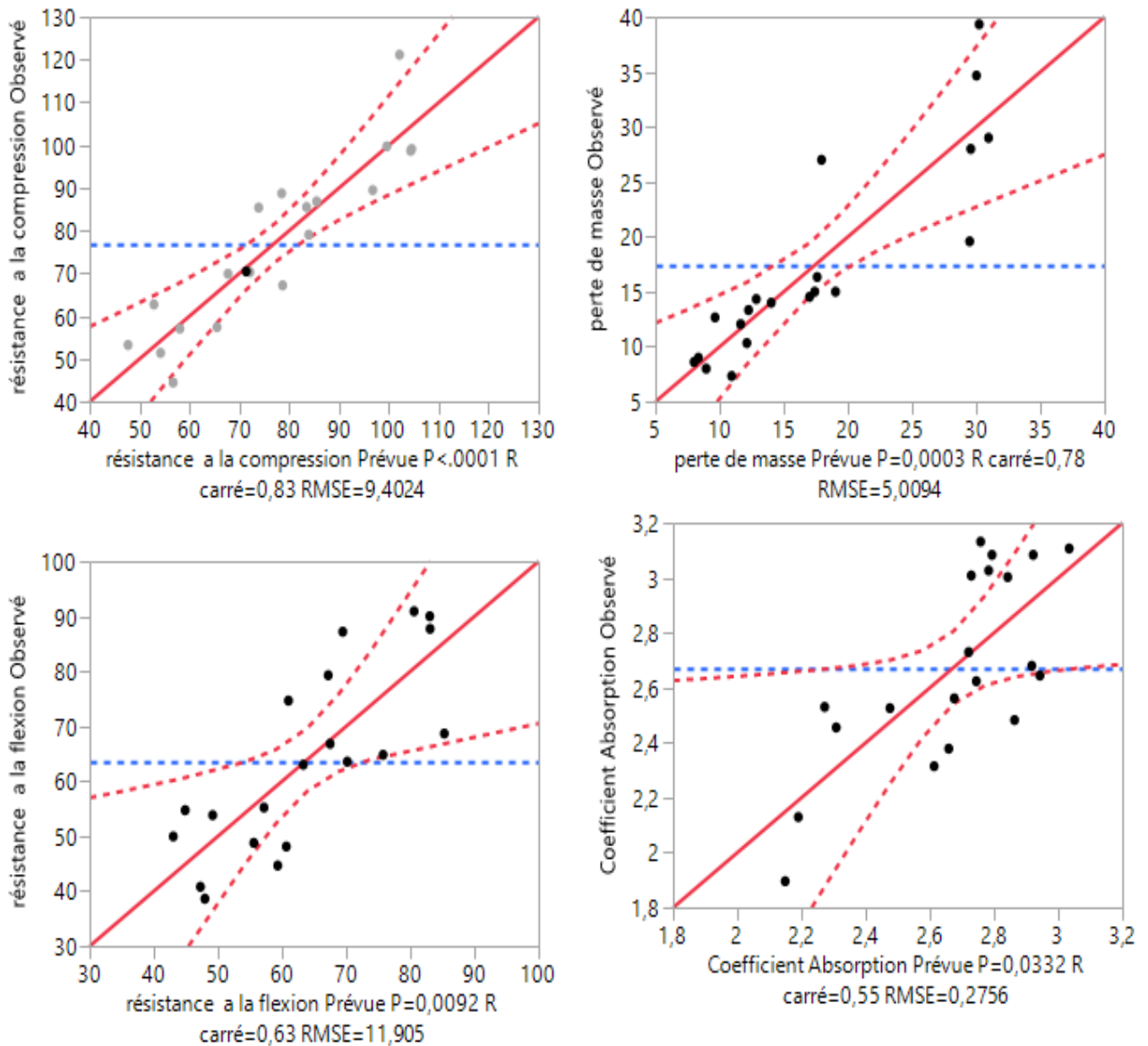


Figure VII. 6: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Tableau VII. 22 : Résumé de l'ajustement.

	RC	RF	Perte de masse	Coefficient d'absorption
R carré	0,83	0,63	0,78	0,55
R carré ajusté	0,77	0,50	0,71	0,0,38
Racine de l'erreur quadratique moyenne	9,40	11,90	5,01	0,27
Moyenne de la réponse	76,90	63,58	17,40	2,67
Observations (ou sommes pondérées)	20	20	20	20

VII.4.3.1. Analyse de la variance

D'après le tableau VII.23 qui présente l'analyse de la variance des quatre réponses étudiées, on peut remarquer des valeurs très faibles de **Prob** (0,0001 pour la résistance à la compression, 0,0003 pour la perte de masse, 0,0092 pour la résistance à la flexion et 0,0332 pour le coefficient d'adsorption capillaire) alors, on peut dire que les modèles mathématiques ont une qualité satisfaisante pour toutes les réponses.

Tableau VII. 23: Analyse de la variance.

		Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F	Prob. > F
RC	Modèle	9	6218,33	1243,67	14,068	0,0001*
	Résidus	10	1237,66	88,4	/	/
	Total	19	7455,99	/	/	/
RF	Modèle	4	3400,03	680.01	141.73	0,0092*
	Résidus	15	1984,26	141.73	/	/
	Total	19	5384,29	/	/	/
Perte de masse	Modèle	9	1268,59	253,72	10.11	0,0003
	Résidus	10	351,31	25,09	/	/
	Total	19	1619,9	/	/	/
Absorption capillaire	Modèle	9	1.27	0,26	3.36	0,0332
	Résidus	10	1.06	0,08	/	/
	Total	19	2,34	/	/	/

Les équations 13, 14, 15 et 16 présentent les modèles mathématiques des 4 réponses (résistance mécanique à la compression, à la flexion, la perte de masse et le coefficient d'absorption capillaire en fonction de la circularité des granulats et la température).

$$\text{Résistance en compression} = -38264.81 + (-0.87*\text{température}) + (53903.60*\text{facteur d'aspect}) + (\text{température}*\text{facteur d'aspect}*0.49) + (\text{température}*\text{température}*0.00004) + (\text{facteur d'aspect}*\text{facteur d'aspect}*-18900.15) \dots(13)$$

$$\text{Résistance en flexion} = -26837.08 + (-0.923*\text{température}) + (38037.53*\text{facteur d'aspect}) + (\text{température}*\text{facteur d'aspect}*0.56) + (\text{température}*\text{température}*0.00002) + (\text{facteur d'aspect}*\text{facteur d'aspect}*-13412.67) \dots(14)$$

$$\text{Absorption capillaire} = 1212.55 + (0.002*\text{température}) + (-1686.889*\text{facteur d'aspect}) + (\text{température}*\text{facteur d'aspect}*0.005) + (\text{température}*\text{température}*-0.000007) + (\text{facteur d'aspect}*\text{facteur d'aspect}*586.38) \dots(15)$$

$$\text{Perte de masse} = 6362.44 + (0.074*\text{température}) + (-8953.63*\text{facteur d'aspect}) + (\text{température}*\text{facteur d'aspect}*-0.11) + (\text{température}*\text{température}*0.0001) + (\text{facteur d'aspect}*\text{facteur d'aspect}*3162.07) \dots(16)$$

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Tableau VII. 24: Tests des effets pour la réponse de la résistance mécanique à la compression.

Terme RC	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
facteur d'aspect*facteur d'aspect	-18900,15	13896,8	-1,36	0,1953
facteur d'aspect	53903,604	39820,68	1,35	0,1973
Température	-0,87609	1,365946	-0,64	0,5316
température*facteur d'aspect	0,4914943	0,947386	0,52	0,6120
température*température	4,337e-5	0,000112	0,39	0,7047

Tableau VII. 25: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.

Terme masse	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*température	0,0001181	5,974e-5	1,98	0,0682
facteur d'aspect*facteur d'aspect	3162,0668	7403,879	0,43	0,6758
facteur d'aspect	-8953,632	21215,5	-0,42	0,6794
température*facteur d'aspect	-0,113826	0,504744	-0,23	0,8248
Température	0,0738228	0,727743	0,10	0,9206

Tableau VII. 26: Tests des effets pour la réponse de la résistance en flexion.

Terme rf	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
facteur d'aspect*facteur d'aspect	-13412,67	17595,96	-0,76	0,4586
facteur d'aspect	38037,53	50420,46	0,75	0,4631
Température	-0,922044	1,729544	-0,53	0,6023
température*facteur d'aspect	0,562068	1,199569	0,47	0,6466
température*température	2,328e-5	0,000142	0,16	0,8721

Tableau VII. 27: Tests des effets pour la réponse de Coefficient d'absorption capillaire.

Terme cof	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
température*température	-7,106e-6	3,286e-6	-2,16	0,0484*
facteur d'aspect	-1686,889	1167,121	-1,45	0,1704
facteur d'aspect*facteur d'aspect	586,37909	407,3072	1,44	0,1720
température*facteur d'aspect	0,0054441	0,027767	0,20	0,8474
Température	0,0020042	0,040035	0,05	0,9608

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Les tableaux VII.24 ; VII.25 ; VII. 26 et VII.27 présentent l'analyse des effets des 4 modèles étudiés, on peut voir nettement qu'aucun effet influe fortement sur les trois réponses (la résistance en compression, la résistance en flexion et la perte de masse) (tous les valeurs sont supérieures à 0.05). Par contre, l'effet de la température carré influe fortement sur le coefficient d'adsorption capillaire.

VII.4.3.2. Représentation graphique de surface de réponse

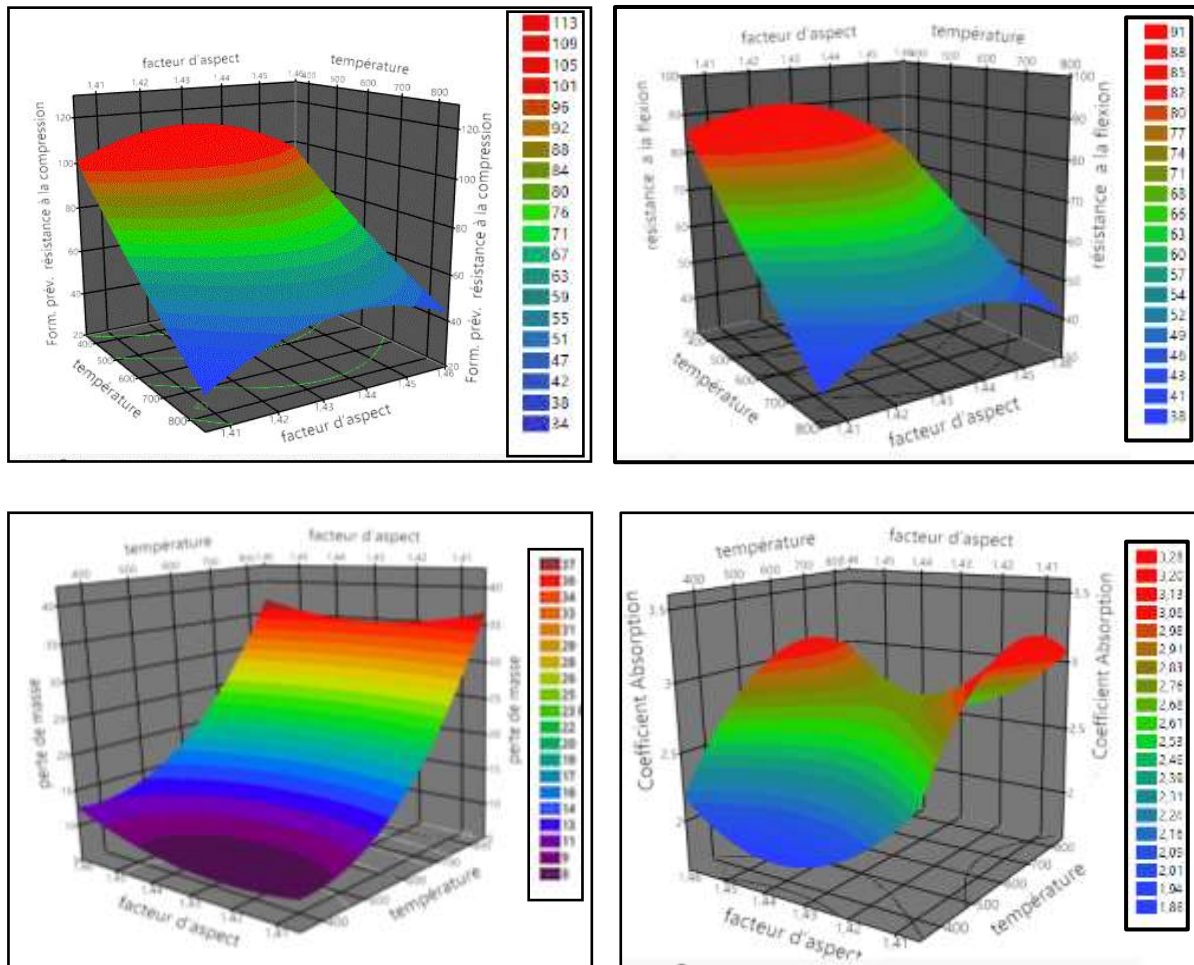


Figure VII. 7 : Représentation graphique de surface de réponse.

D'après la figure VII.7 qui représente le graphe de surface de réponse, on peut tirer les conclusions suivantes :

L'augmentation de la température provoque une diminution de la résistance en flexion et en compression avec une augmentation de la perte de masse. En effet, le coefficient d'absorption capillaire présente le même comportement avec la circularité et la connexité.

L'augmentation du facteur d'aspect jusqu'à 1.43 provoque le même comportement pour la résistance en compression et en flexion dans lesquelles on peut voire une augmentation des résistances puis une diminution a été remarquée au-delà de cette valeur.

L'EFFET DES PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DES GRANULATS

Pour la perte de masse, la valeur 1.43 du facteur d'aspect présente la valeur optimale pour tous les paliers de température et au même temps la valeur minimale du coefficient d'absorption capillaire.

**CHAPITRE (VIII) : : Effet du
diamètre des granulats sur le
comportement du béton soumis à
haute température**

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

VIII.1. Introduction

Ce chapitre présente une analyse statistique des propriétés physiques et mécaniques des bétons confectionnées avec des granulats de différents diamètres présentés dans le chapitre 2.

Deux réponses ont été étudiées : la résistance en compression et la perte de masse.

VIII.2. Effet du diamètre des granulats sur la résistance à la compression :

Dans cette partie ; nous allons étudier statistiquement l'effet du diamètre des granulats sur la résistance mécanique en compression des bétons sous haute température.

Le tableau VIII.1 présente la matrice d'expériences et les résultats expérimentaux de la résistance mécanique résiduelle en compression obtenus avant et après le traitement thermique aux différents cycles de température des différents bétons confectionnés avec des granulats de différents diamètres.

Tableau VIII. 1: Matrice d'expériences.

Température (°C)	D _{max} (mm)	Rc (MPa)	Perte de masse
400	8	84,2556575	8,968609865
550	8	73,8303497	9,762327854
650	8	69,6417442	10,17193566
800	8	37,9768326	11,9418019
400	15	91,3572137	6,683348973
550	15	71,6579782	7,244569172
650	15	61,4386941	7,631359466
800	15	32,1728557	9,435542989
400	20	96,4025382	6,912730685
550	20	75,0016271	7,62800418
650	20	58,7422714	7,686661074
800	20	37,8490075	8,80431401
400	25	99,1715327	6,741922121
550	25	91,4907421	6,845052894
650	25	59,2420688	7,644240783
800	25	45,0849262	10,59979317

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

VIII.2.1. Analyse statistique du modèle

Lorsque l'on trace les valeurs observées du modèle de résistance mécanique en compression en fonction des valeurs prévues (Figure VIII.1), On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable. Sa se traduit par les valeurs élevées des coefficients de régressions associées au modèle ($R^2 = 0.96$ et $R^2_{ajuste} = 0.83$) tableau VIII.2.

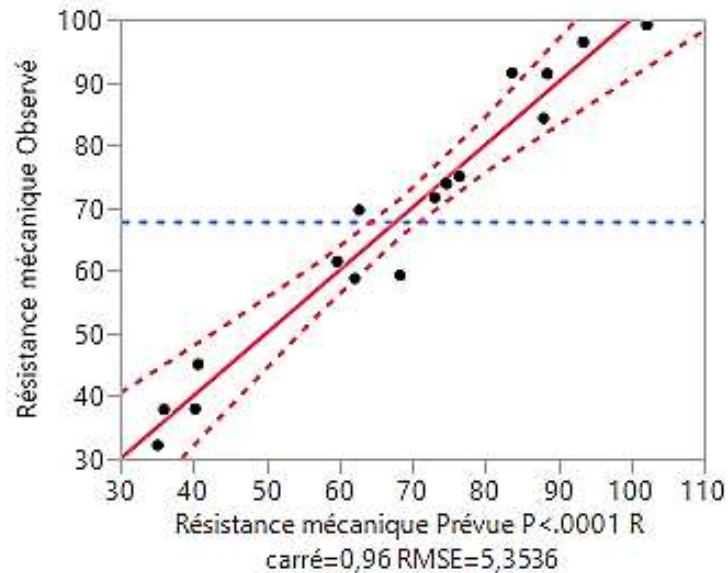


Figure VIII. 1 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Tableau VIII. 2: Résumé de l'ajustement.

R carré	0,96
R carré ajusté	0,83
Racine de l'erreur quadratique moyenne	8,26
Moyenne de la réponse	76,90
Observations (ou sommes pondérées)	20

L'analyse de la variance présentée dans le tableau VIII.3 montre que le modèle de diamètre des granulats sous haute température sont significatifs, (**Prob.** <,0001) pour la réponse de la résistance mécanique.

Tableau VIII. 3: Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	6776,6374	1355,33	47,2884
Résidus	10	286,6091	28,66	Prob. > F
Total	15	7063,2465		<,0001

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

Le modèle mathématique de la résistance mécanique en fonction de la température et le diamètre des granulats sont déterminés par l'expression suivante :

$$R_c = 98.5789 + (0.0438*T) + (-0.8632*D) + (T*D* - 0.002) + (T^2* - 0.00012) + (D^2*0.0759)$$

D : diamètre maximal des granulats en mm.

T : la température en degré Celsius.

Tableau VIII. 4: Teste des effets.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Diamètre*Diamètre	0,0759002	0,040988	1,85	0,0938
Température*Température	-0,000123	7,138e-5	-1,72	0,1167
Température*Diamètre	-0,00202	0,001461	-1,38	0,1969
Diamètre	-0,863287	1,617171	-0,53	0,6051
Température	0,0438887	0,089656	0,49	0,6350

L'analyse des effets des modèles de résistance mécanique montre que l'effet des diamètres carré est le plus influent sur la réponse. Les autres effets sont moins influant sur les réponses.

VIII.2.2. Représentation graphique de surface de réponse

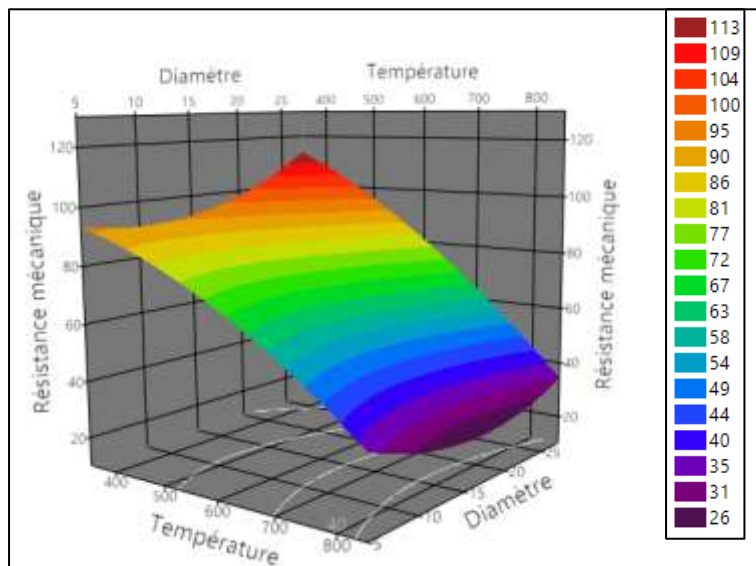


Figure VIII. 2: La surface de réponses associées au modèle de diamètre des granulats en fonction de la résistance à la compression.

D'après la représentation graphique du modèle de résistance en compression en fonction du diamètre des granulats et la température présentée dans la figure VIII.2, on peut déduire :

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

Le diamètre des granulats influe directement sur la résistance mécanique à la compression.

L'augmentation de la température est accompagnée par une diminution de la résistance mécanique à la compression.

La résistance à la compression présente une relation proportionnelle avec le diamètre des granulats.

VIII.3. Effet du diamètre de granulats sur la perte de masse :

VIII.3.1. Analyse statistique du modèle

Nous allons étudier dans cette partie statistiquement l'effet de diamètre des granulats sur la perte de masse des bétons étudiés sous haute température.

D'après la figure VIII.3, on constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable. Sa se traduit par des valeurs élevées des coefficients de régressions associées au modèle ($R^2 = 0.93$ et $R^2_{ajuste} = 0.90$) tableau VIII.5.

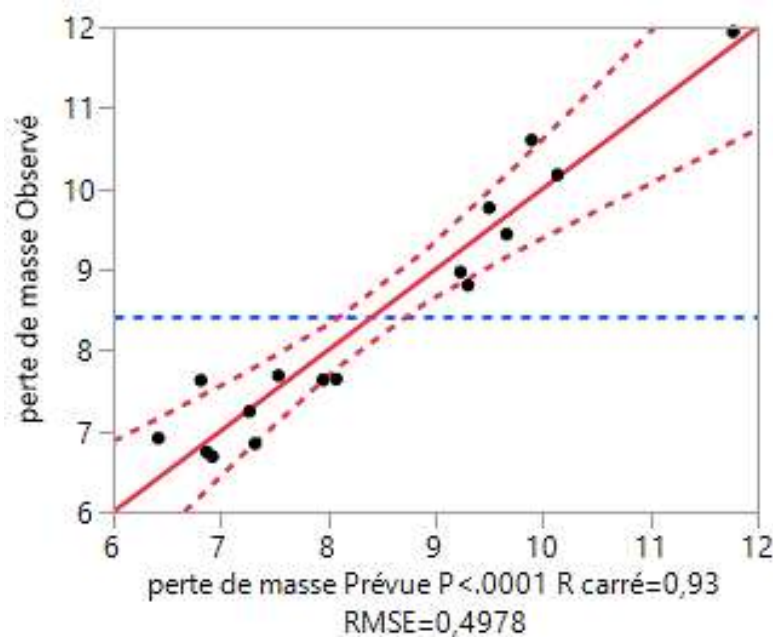


Figure VIII. 3: Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Tableau VIII. 5: Résumé de l'ajustement.

R carré	0,93
R carré ajusté	0,90
Racine de l'erreur quadratique moyenne	0,50
Moyenne de la réponse	8,42

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

Observations (ou sommes pondérées)	16
------------------------------------	----

D'après le tableau VIII.6 de l'analyse de la variance, il est bien clair que le modèle de la perte de masse en fonction du diamètre des granulats et la température sont significatifs, (**Prob.** <,0001).

Tableau VIII. 6: Analyse de la variance.

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	5	35,381871	7,07637	28,5513
Résidus	10	2,478475	0,24785	Prob. > F
Total	15	37,860346	/	<,0001*

Les modèles mathématiques de la perte de masse en fonction du diamètre des granulats utilisées dans la confection des bétons et la température est déterminé par :

$\text{Perte de masse} = 17.69 + (0.016*T) + (-0.7973*D) + (T*D*-0.00007) + (T^2*-0.00001) + (D^2*0.019)$

Tableau VIII. 7: Tests des effets pour la réponse de la perte de masse.

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
Diamètre	-0,797349	0,150385	-5,30	0,0003*
Diamètre*Diamètre	0,0190838	0,003812	5,01	0,0005*
Température*Température	1,8246e-5	6,638e-6	2,75	0,0205*
Température	-0,016118	0,008337	-1,93	0,0820
Température*Diamètre	7,1511e-5	0,000136	0,53	0,6101

D'après le tableau VIII.7 de l'analyse des effets du modèles, il est bien clair que l'effet du diamètre et des deux interactions diamètres et température au carré influés fortement sur la réponse de la perte de masse.

VIII.3.2. Représentation graphique de surface de réponse

D'après la figure VIII.4 de la surface de réponse du modelé de la perte de masse, on peut remarquer que le diamètre qui présente la plus faible perte de masse dans tous les paliers de température est le 20 mm.

EFFET DU DIAMETRE DES GRANULATS

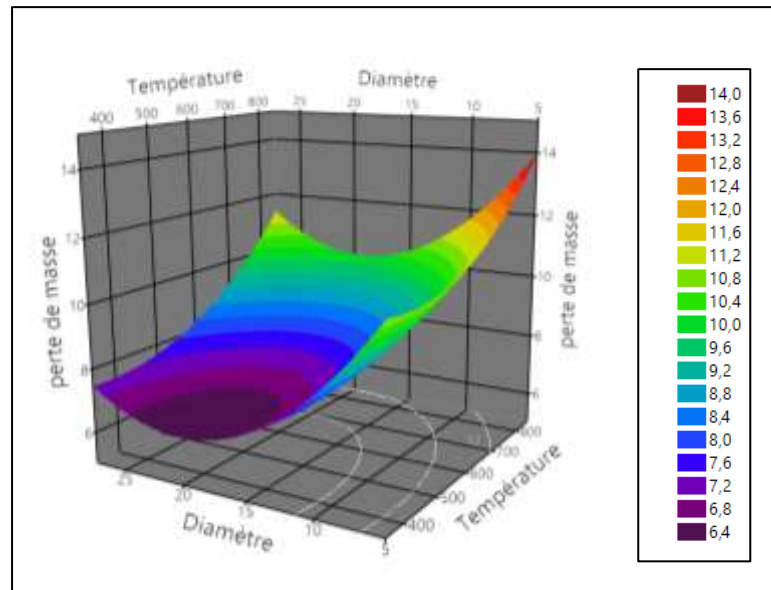


Figure VIII. 4 : la surface de réponses associées au modèle de diamètre des granulats en fonction de la perte de masse.

**CHAPITRE (IX) : Analyses
microstructurales des granulats dans
le béton soumis à haute température**

IX.1. Introduction

Dans ce chapitre, des analyses microstructurales ont été effectués afin de bien comprendre les modifications dans la structure interne de béton en fonction de la température d'une part et expliquer les résultats obtenus dans les chapitre précédent d'autre part.

Les observations de la microstructure des matériaux soumis à haute température ont été réalisés sur trois différents niveaux : macro, méso et micro scopique.

Echelle macroscopique :

Les observations sont réalisées à l'œil nu et permettent de donner une première évaluation de l'état global du béton et de granulats soumis à haut température. Des fissurations et de microfissuration sur la surface des échantillons sont observées. D'autre cote de changements de couleur des bétons et des granulats après échauffement cause par les réactions chimique provoquer par la température.

Echelle méso-scopique :

Des observations au microscope optique et polarisons ont été réalisées en utilisant un agrandissement de 10a 50x. A cette échelle nous observons les formes et les dispersions des fissures et évaluer leurs densités. Pour les bétons, nous pouvons observer des fissures dans la zone de transition entre la pâte et le granulat (fissures intergranulaires, ou la rupture contourne les granulats et se propage dans la zone de transition). Nous pouvons observer aussi des fissures transgranulaires, c'est-à-dire les fissure qui traversent les granulats.

Echelle microscopique :

A l'échelle microscopique nous pouvons analyser la structure de la pâte de ciment et les modifications minéralogiques des différent phase de béton (pate, granulats). Le grossissement de l'ordre 50x 100x 300x et 1000x nous a permis d'observer l'état de la zone de transition et les morphologies des différents hydrates.

IX.2. Echelle macroscopique :

IX.2.1.LES GRANUMATS :

La figure IX.I présente les observations macroscopiques des granulats soumis aux cycles de chauffage (400°C, 550°C, 650°C et 800°C). Des changements sur les granulats par rapport à l'état initial ont été observées après chaque cycle de chauffage.





















	G1	G2	G3	G4	G5
400					
550					
650					
800					

Figure IX. 1: Observation visuelle de la texture des granulats sous haute température.

Jusqu'à 550°C, tous les types de granulats reste intacts, au-delà de 650°C un changement de couleur pour les granulats calcaire 'G1, G3 et G4 'et les granulats silico-calcaire G2.

Pour les granulats siliceux nous pouvons remarquer des fissures radiales et perpendiculaires aux surfaces des granulats présenté dans la figure IX.2.



Figure IX. 2: Observation de la fissuration des granulats siliceux chauffés à 650°C.

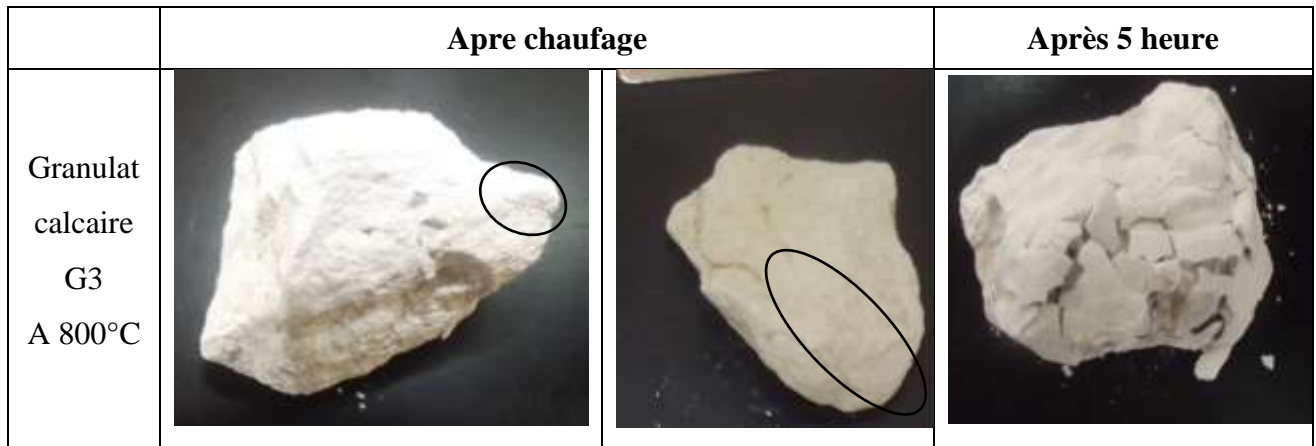


Figure IX. 3 Observation des granulats calcaire chauffés à 800°C.

A 800°C, les granulats calcaires sont fissurés (figure IX.3) et elles sont devenues blanches ; ces changements peuvent être expliquée par la décarbonatation des calcaires, la calcite (CaCO_3) se transformant sous haute température en chaux vive (CaO) et en départ de gaz CO_2 . Après 5 heures de refroidissement, la surface des granulats est endommagée à cause de l'hydratation du CaO .

IX.2.2. Le béton

Nous regroupons dans la figure IX.4 les informations concernant les états de surface et les changements de teinte constatés des différents types de béton après l'exposition à haute température. On note la présence des fissures observée à l'œil nu à partir de 300°C pour tous les mélanges. La taille et la densité des fissures sont plus remarquable pour les bétons avec des granulats silico-calcaire à 800°C.

On constate sur les figures IX.4 qu'après l'exposition à haute température la présence d'un dépôt blanchâtre sur les éprouvettes de béton. Il semble que cela soit dû au fait que l'eau est chargée de matières solubles qui cristallise à la surface au moment de l'évaporation de l'eau. Probablement il s'agit de chaux et d'alcalins [XING 2011].

Les bétons de granulat calcaire (G1, G2 et G3) chauffés à 800°C s'effritent plusieurs heures après le refroidissement suite à l'hydratation du CaO en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans les bétons confectionne. La formation de portlandite est associée à une augmentation de volume et conduit à la désintégration de l'éprouvette. Pour les bétons avec des granulats silico-calcaire et siliceuse les mêmes phénomènes sont également observés mais ils sont beaucoup plus lents et de moindre ampleur que les bétons avec des granulats calcaire.

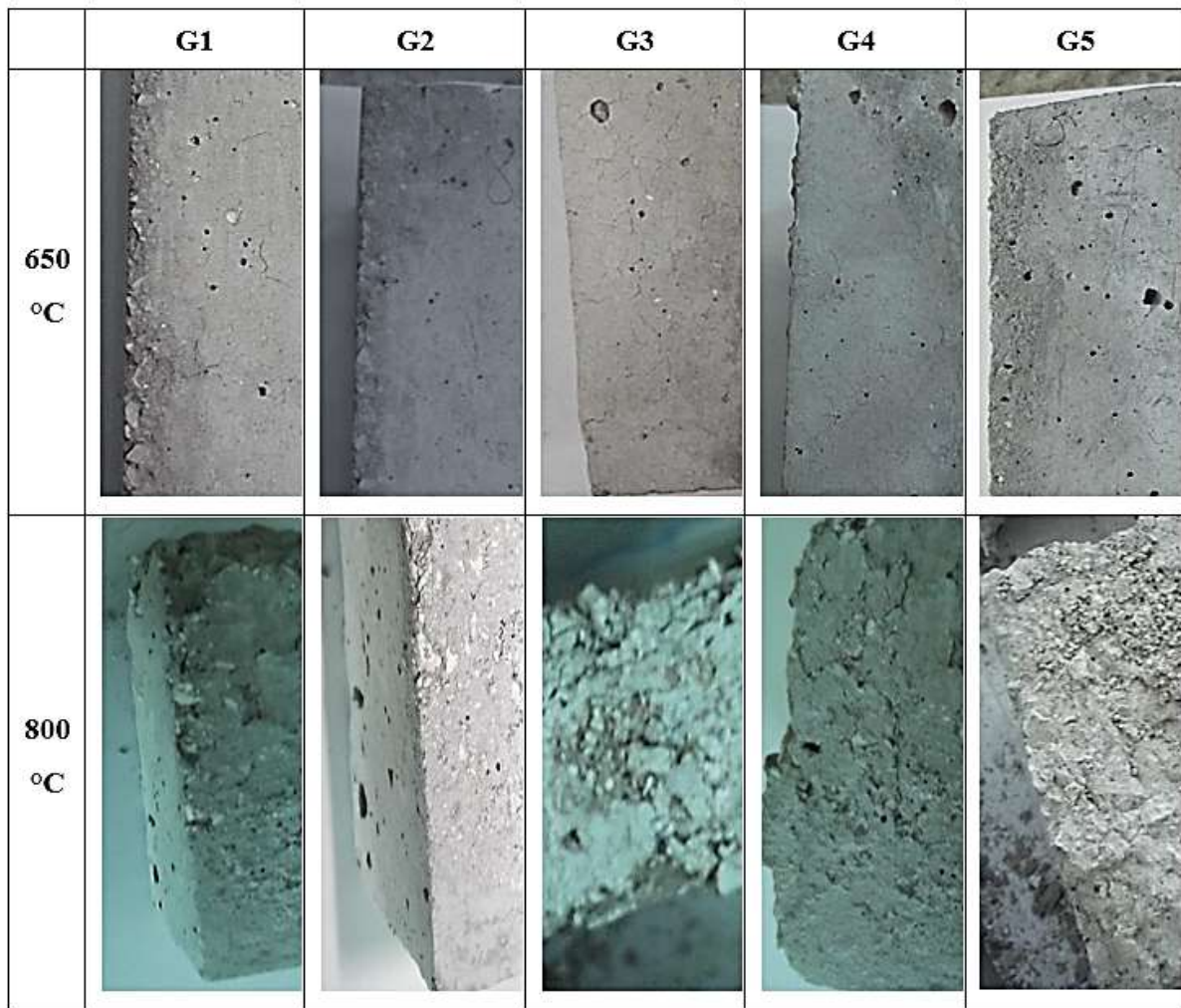


Figure IX. 4: Observation visuelle de la texture des bétons sous haute température.

La figure IX.5 présente les modifications de la surface pour les bétons confectionnés avec des granulats de différents diamètres (5,15,20 et 25mm) soumis à haute température. Jusqu'à 550°C la surface des éprouvettes reste presque intactes.

Il est bien clair que le diamètre maximal des granulats influence fortement la disparition et la densité des fissures pour les bétons soumis à haute température.

Entre 650 et 800°C ; nous observant à l'œil nu la plus forte dégradation avec une augmentation des fissures chaque fois que le diamètre des granulats augmente ; ces observations sont confirmées par les travaux de Fredrich et Jones [FRED 1986] [JONE 1997]; ils montrent que lorsque les grains ou les cristaux sont de petite taille, les inégalités de dilatation sont faibles en valeur absolue (un calcaire à gros grain est plus sensible qu'un calcaire à grain fin).

ANALYSES MICROSTRUCTURALES



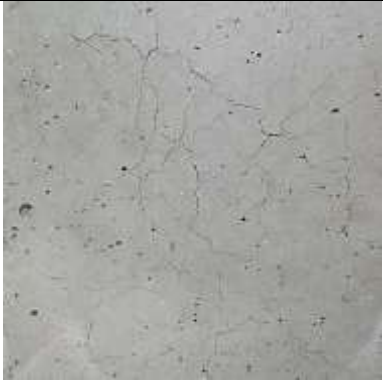



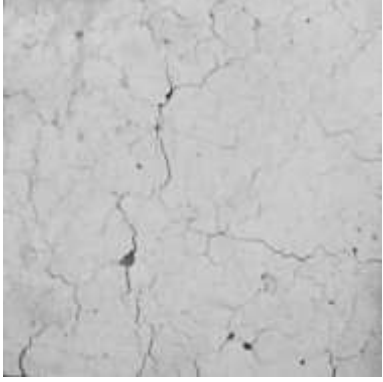

Diamètre	0-8	0-15	0-20	0-25
650°C				
800°C				

Figure IX. 5: Observation visuelle de la texture des bétons sous haute température.

IX.3. Echelle miso-scopique :

Nous présentons dans cette partie les observations réalisées au microscope optique sur des lames minces de différent béton confectionner avec les 5 types de granulats et soumis à haute température, pour chaque échantillon, un nombre important d'images a été pris, nous avons choisi d'illustrer l'analyse globale que nous avons effectuée avec les images les plus représentatives de l'état de la microstructure des échantillons de béton ; la figure IX.6 regroupe les observations des échantillons après les cycles de chauffage refroidissement.

Avant l'exposition à haute température (25°), les différentes phases de béton sont bien clair (pate de ciment, les granulats et les pores). Cependant, il faut souligner qu'aucun signe de fissuration a été remarquée.










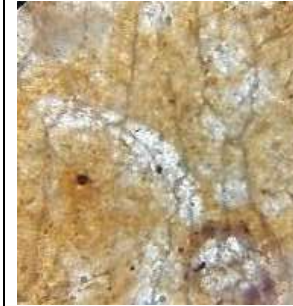






Au-delà de 400°C, on observe la présence de fissures tangentielles (longeant le tour du granulats), fissures normales (perpendiculaires au tour) à la surface de ces granulats et fissures transgranulaires (traverse les granulats).

A 400°C, les granulats calcaire G1 ne présente aucune modification (pas de fissuration observée). Des fissurations transgranulaires apparaissent pour le béton avec des granulats G3. Cette fissuration explique la diminution remarquable de la résistance en compression pour le béton G3 comparativement aux autres bétons.

A 650°C la transformation du quarte α en quarte β s'accompagne d'une expansion volumique importante. Cette transition provoque des fissurations transgranulaires au sein des granulats siliceux G5 ; on observe aussi quelques fissures normales et tangentielles due à la dilatation différentielle entre la pâte de ciment et les granulats.

A 800°C les granulats calcaires subissent des endommagements liés au décarbonatation de la calcite. La réhydratation par l'humidité ambiante de CaO formé par cette décarbonatation s'accompagne un gonflement important ; les fissures normales et tangentielles observées sont probablement dues à cette augmentation de volume.

ANALYSES MICROSTRUCTURALES

	G4	G3	G2	G1	G5	
25						
400						
550						

ANALYSES MICROSTRUCTURALES

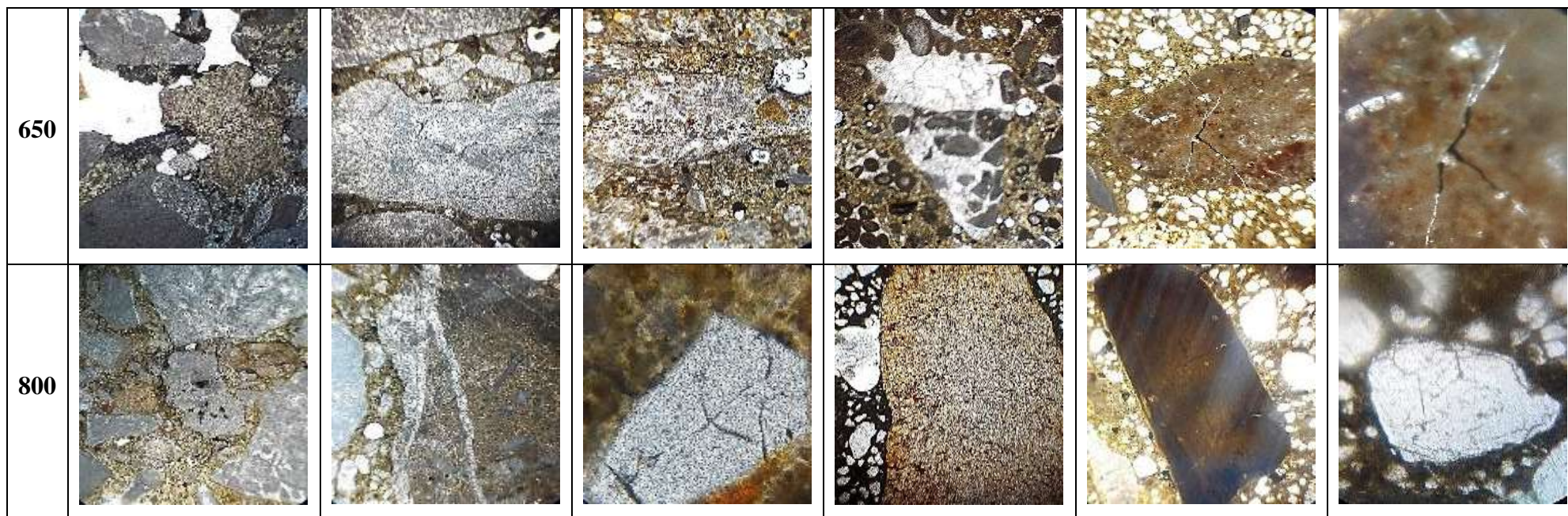


Figure IX. 6: Observation microscopique de lame mince des bétons soumis haute température.

IX.4. Echelle microscopique

L'exposition de béton à haute température influence en premier lieu sur sa microstructure interne, et en particulier sur le réseau poreux ; la taille et la distribution de pores, et aussi la taille et l'allongement des fissures. Différents moyens expérimentaux permettent de mettre en évidence ces changements ; La porosimétrie au mercure [ang. Mercury Intrusion Porosimetry (MIP)], les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB), Cartographies X et la EDS [Energy Dispersive Spectroscopy].

IX.4.1. La porosimétrie au mercure

Cet essai permet de suivre l'évolution de la porosité, la densité apparente, et le diamètre de pore médian en fonction de type de granulats et des traitements thermiques. Ces derniers ont été déterminées à partir des échantillons de bétons confectionner avec les différent types de granulats et soumis aux différent paliers de température. Les mesures sont effectuées selon la méthode de porosimétrie au mercure présente dans la 2^{ème} partie (I.1.8).

IX.4.2. Porosité

Le tableau (IX.1) présente les résultats de la porosité résiduelle et les valeurs de la porosité résiduelle relative obtenus pour les 5 types de béton en fonction de cycle de chauffages.

La figure IX.7 représente l'évolution de porosité en fonction de type de granulats et de la température. On observe à travers l'augmentation de la température que la structure interne est devenue très poreuse. L'analyse globale de la porosité avant et après l'exposition à haute température permet de tirer les remarques suivantes :

- Jusqu'à 400°C l'augmentation de la porosité est comprise entre 0,5945 % et 39,4862% ; en effet les granulats calcaires (particulièrement G4) présentent la plus grande porosité.
- Entre 400°C et 550°C ; une augmentation négligeable pour les tous types de béton sauf celle confectionner avec des granulats siliceux G5; on peut remarques une diminution de la porosité provoquer par l'augmentation du volume des granulats siliceux lors la transformation du quartz α en quartz β .
- Une augmentation encore plus forte au-delà de 550°C spécialement pour les bétons de granulats calcaire due principalement à la décomposition endothermique du calcaire. L'équation de cette décomposition est présentée ci-dessous : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$

Il semble que la microstructure des bétons les plus compacts soit plus affectée par le chauffage [Mind 2010] [Pliy 2010].

Tableau IX. 1: Porosité des bétons testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.

Granulats	Température (°C)	Porosité %	Porosité résiduelle relative %
RG5	25	14,1154	0,0000
	400	15,7058	10,1262
	550	15,1757	6,9868
	650	16,3925	13,8911
	800	20,9176	32,5190
SG4	25	11,2376	0,0000
	400	15,6749	39,4862
	550	16,4619	46,4895
	650	16,8741	50,1575
	800	18,9206	68,3687
BG2	25	12,3458	0,0000
	400	13,9973	13,3770
	550	14,316	15,9585
	650	16,5449	34,0124
	800	17,8563	44,6346
A G1	25	13,1821	0,0000
	400	15,5348	17,8477
	550	16,4314	24,6493
	650	18,6303	41,3303
	800	21,6413	64,1719
MG3	25	15,0033	0,0000
	400	15,0925	0,5945
	550	15,5646	3,7412
	650	17,9526	19,6577
	800	21,0217	40,1138

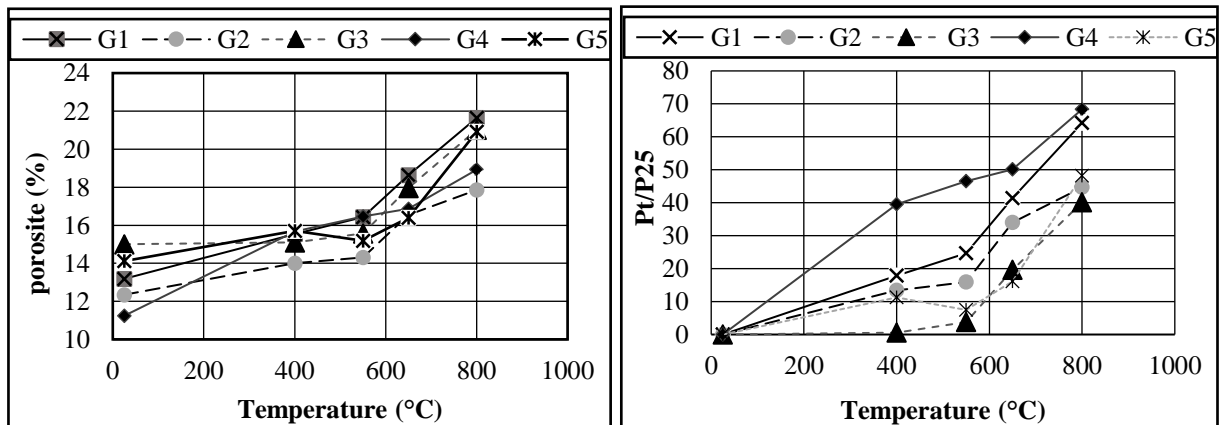


Figure IX. 7: Évolution de la porosité des bétons en fonction de la température de chauffage,

1) valeur de la porosité résiduelle, 2) valeur de la porosité résiduelle relative.

IX.4.3. La densité apparente :

Le tableau IX.2 présente les valeurs de densités apparentes obtenues sur des bétons testés en fonction du cycle de chauffage. A 25°C, la densité des bétons varie de 2.25 à 2.33 g/ml

Tableau IX. 2 : Densité apparente des bétons testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique

Granulats	Température (°C)	La densité apparente (g/ml)	La densité apparente résiduelle relative (%)
G5	25	2,2596	100,0000
	400	2,2166	98,0970
	550	2,231	98,7343
	650	2,1571	95,4638
	800	2,0911	92,5429
G4	25	2,2879	100,0000
	400	2,2417	97,9807
	550	2,2379	97,8146
	650	2,2142	96,7787
	800	2,1848	95,4937
G2	25	2,3222	100,0000
	400	2,3138	99,6383
	550	2,2434	96,6067
	650	2,2452	96,6842
	800	2,2022	94,8325
G1	25	2,2866	100,0000
	400	2,2676	99,1691
	550	2,2466	98,2507
	650	2,1887	95,7185
	800	2,1679	94,8089
G3	25	2,3369	100,0000
	400	2,2998	98,4124
	550	2,2182	94,9206
	650	2,1761	93,1191
	800	2,1676	92,7554

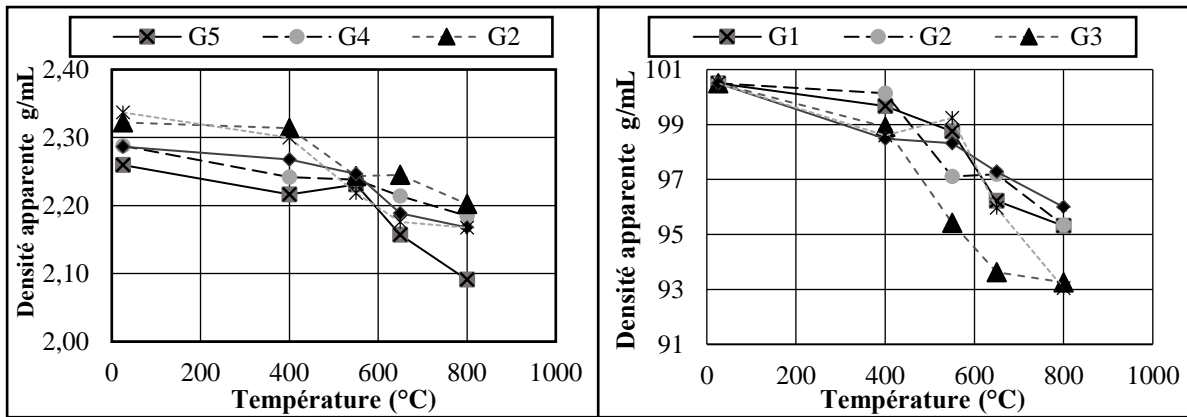


Figure IX. 8 : Évolution de la porosité des bétons en fonction de la température de chauffage, 1) valeur de la densité résiduelle, 2) valeur de la densité résiduelle relative.

La figure IX.8 présente l'évolution de la densité apparente (1- valeur de la densité résiduelle, 2- valeur de la densité résiduelle relative) des bétons en fonction de la température. Nous observons une diminution de la densité apparente avec les cycles de chauffage. A 400°C une diminution similaire, entre 1% et 2% pour tous les type de granulats ; entre 400°C et 550°C le béton avec des granulats siliceux G5 présente une augmentation de la densité ce qui confirme l'hypothèse de la transformation du quartz α en quartz β à ce qui accompagne par une augmentation du volume des granulats siliceux et par conséquence une augmentation de la densité apparente. Au-delà de 650°C une diminution remarquable entre 8% et 5% de la densité initiale. Ces diminutions de la densité apparente sont dues principalement au départ de l'eau durant le chauffage suite à la décomposition des hydrates comme les C-S-H et la portandite [Hage 2004].

IX.4.4. Le diamètre de pore médian :

Le tableau IX.3 présente les valeurs du diamètre de pore médian (Volume) en μm obtenues sur les bétons testés en fonction du cycle de chauffage.

Tableau IX. 3 : Le diamètre de pore médian des bétons testés en fonction du type de granulat et du cycle thermique.

Granulats	Température (°C)	Le diamètre de pore médian (Volume) μm
RG5	25	0,09
	400	0,1672
	550	0,2649
	650	0,2165
	800	0,2913
SG4	25	0,0875
	400	0,1855
	550	0,306
	650	0,3383

ANALYSES MICROSTRUCTURALES

	800	0,3534
BG2	25	0,1051
	400	0,1846
	550	0,2293
	650	0,2807
	800	0,3256
A G1	25	0,1026
	400	0,2437
	550	0,3233
	650	0,344
	800	0,3785
MG3	25	0,1372
	400	0,2824
	550	0,4877
	650	0,5347
	800	0,6114

La figure XI.9 montre clairement que le diamètre de pore médian du béton est en fonction du type de granulats et non seulement par les cycles de chauffage. L'augmentation de la température provoque une augmentation de la porosité est par conséquent une augmentation du diamètre de pores. A l'exception du béton avec des granulats siliceux qui présentent une stabilisation du diamètre de pore médian entre 550°C et 650°C.

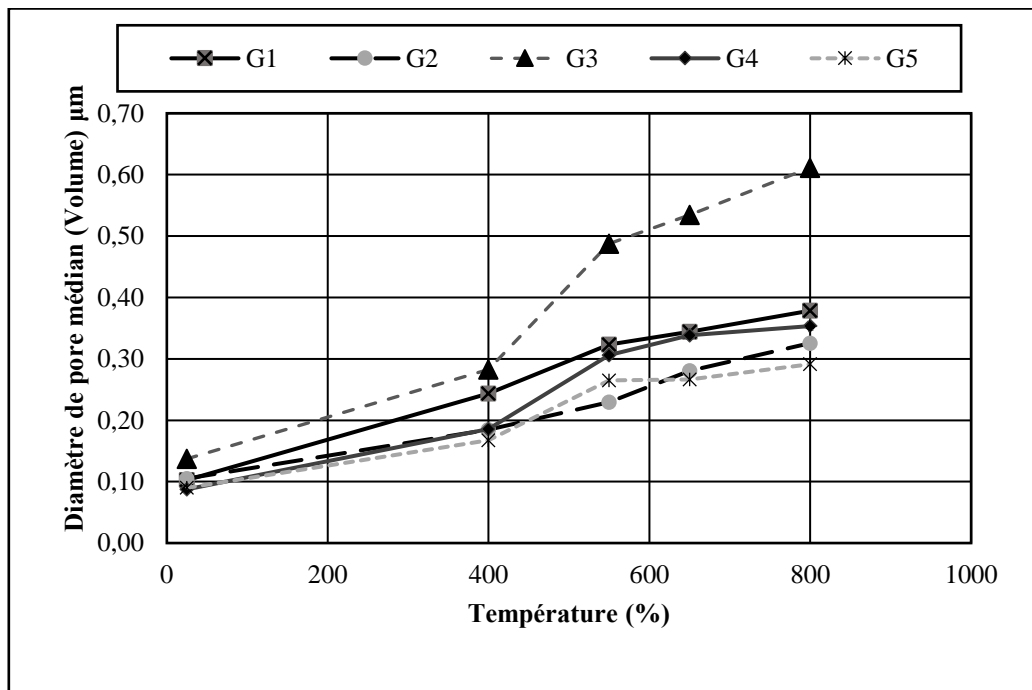


Figure IX. 9: Évolution de diamètre de pore médian des bétons en fonction de la température de chauffage.

IX.4.5. Distributions des tailles des pores :

La distribution des tailles des pores des bétons chauffés a été observée par porosimétrie au mercure. La préparation des échantillons est une étape importante préalable à la mesure par porosimétrie au mercure ; on utilise donc une température de pré-séchage de 60°C pendant 24h. Les résultats de mesure de la distribution de taille des pores par intrusion de mercure sont donnés dans les figures IX.10 IX.11 ; IX.12 ; IX.13 ; IX.14.

Les figures IX.10 IX.11 ; IX.12 ; IX.13 ; IX.14. présentes le volume injecté cumulé montrent clairement que le volume de mercure injecté augmente proportionnellement avec la température :

- Pour les granulats calcaire G1, G3 et G4, le volume maximal de mercure injecté cumulé sont compris respectivement entre (0.057/0.040 et 0.064) ml/g pour le témoin et (0.086/0.096 et 0.087) ml/g pour le béton soumis à une température de 800°C ;
- Les granulats silico-calcaire G2 présente un volume maximal de mercure injecté cumulé est compris 0.051 ml/g et 0.080 ml/g
- Pour les granulats siliceux G5, le volume maximal de mercure injecté cumulé est compris respectivement entre 0.061 ml/g et 0.091 ml/g

Les courbes de volume injecté en fonction du rayon de pore mettent en évidence la grande variation du réseau poreux avec une faible augmentation de la macroporosité (< 12 µm) pour tous les types des granulats.

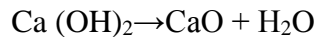
Avant l'exposition à la température (25°C) on peut noter que ;

- Les bétons avec des granulats calcaire présente une répartition porale de 0.01 µm jusqu'à 2 µm pour le béton G1 et G3 ; et entre 0.04 µm et 2 µm pour le béton G4.
- Les bétons avec des granulats silico calcaire G2, la majorité de pores sont compris entre 0,02 µm et 2 µm.
- Les bétons avec des granulats siliceux possède une répartition porale de 0.008 µm jusqu'à 3 µm.

En peut voir clairement que la répartition porale est presque similaire pour les 5 mélange de béton confectionne avec différent type de granulats.

Après l'exposition à 400°C, des modifications micro-porale pour tous les types de béton ont été remarquée ; en effet les bétons avec des granulats calcaire présentent une répartition porale plus large comparativement au celle non exposé à la température, la distribution porale est compris entre ; 0.01 et 3.92 µm pour le béton G1, 0.01 et 4.7 µm pour le béton G3, et 0.01 et 4.16 µm

pour le béton G4. Cette augmentation serait probablement attribuable à la fissuration créée au sein de béton après la décomposition de la portlandite en eau et en chaux libre selon la réaction :



Le béton avec des granulats silico-calcaire G2 présente une augmentation des micropores comprise entre 0.01 μm et 0.03 μm , En outre, nous distinguons l'apparition des petits pics à 4 μm , 9 μm et 24 μm .

Le béton confectionné avec des granulats siliceux présente une diminution des micropores entre 0.008 μm et 3 μm ; cette diminution prouve l'augmentation de la résistance mécanique des bétons quand-ils sont exposés au cycle de 400°C.

Entre 550°C et 650°C les bétons avec des granulats siliceux présentent une apparition des pics à 180 μm ; ça peut être expliqué par le clivage des silices et aussi par la transformation du quartz α en quartz β à 573°C accompagnée par une augmentation du volume des granulats siliceux.

A 800 °C une destruction presque complète de structure de béton crée une apparition des pores avec différent diamètre.

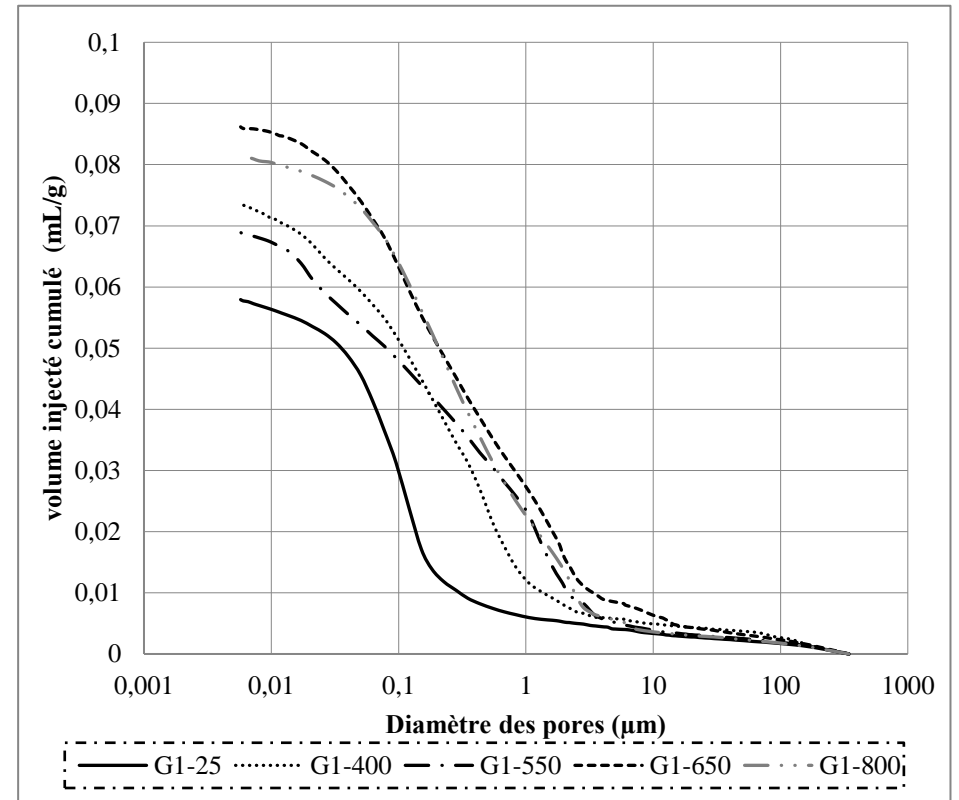
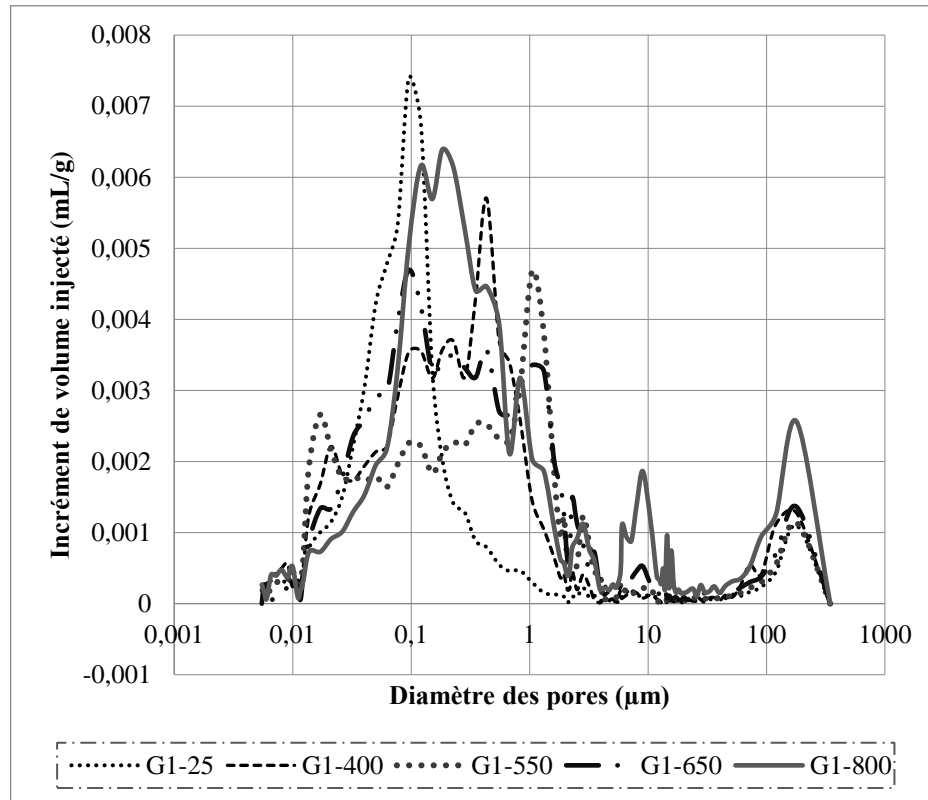


Figure IX. 10: 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage.
2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G1)

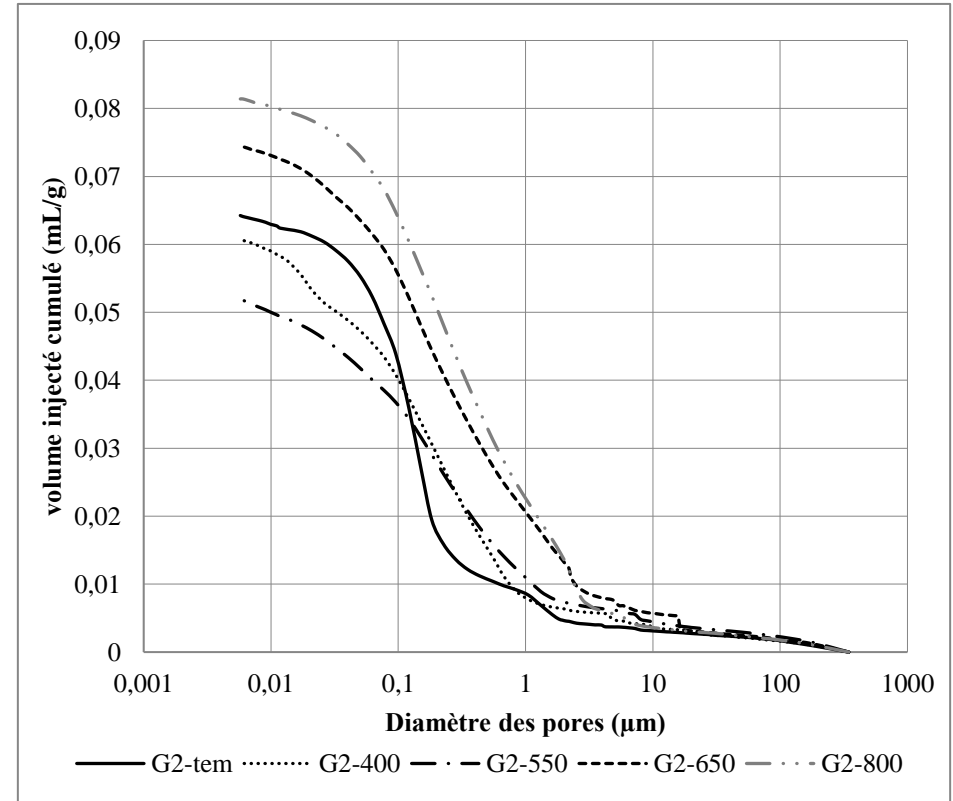
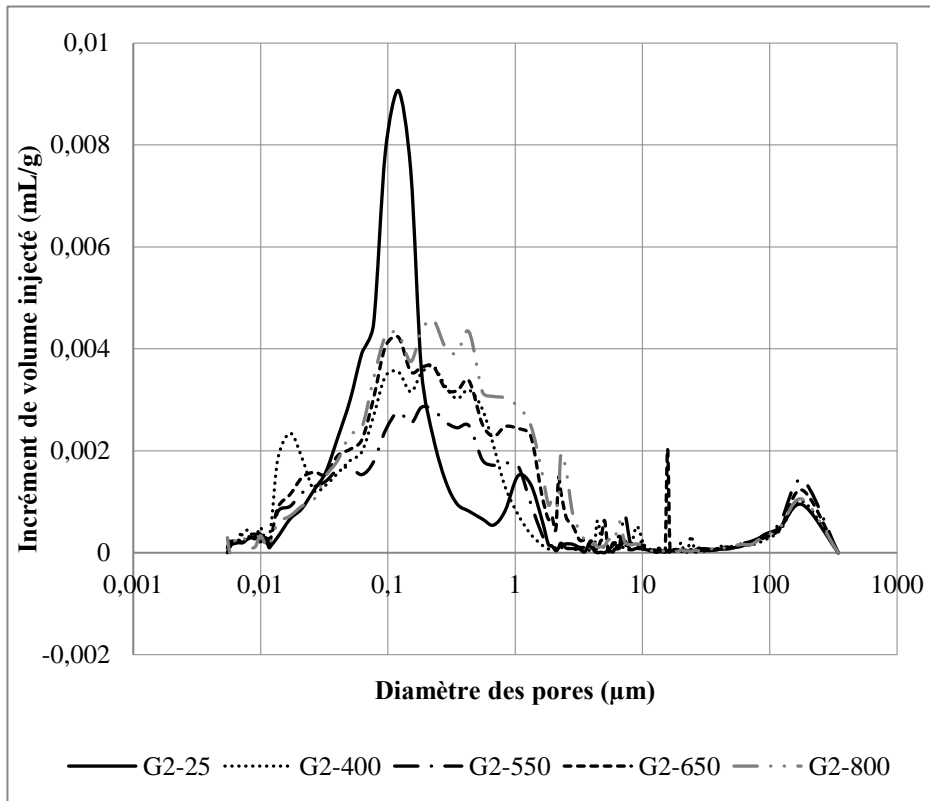


Figure IX. 11: 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage.
2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G2)

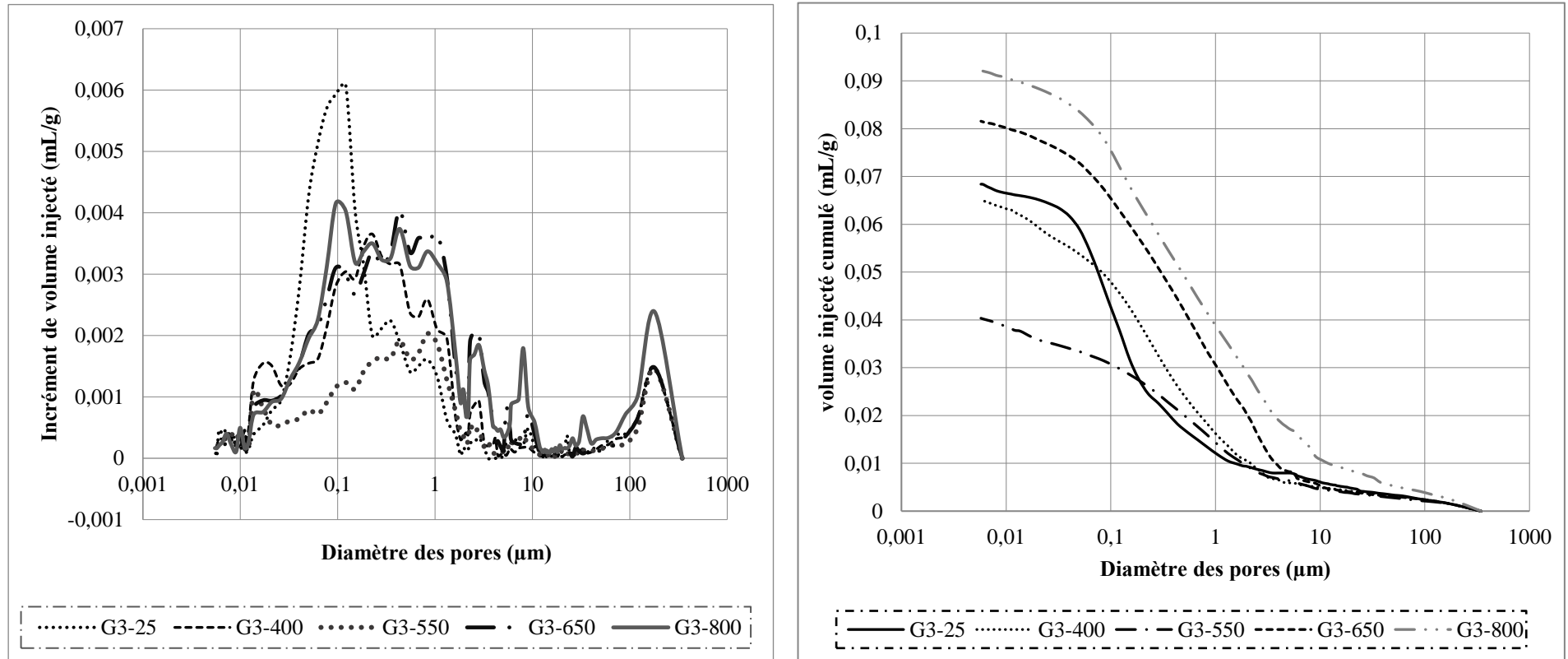


Figure IX. 121-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G3)

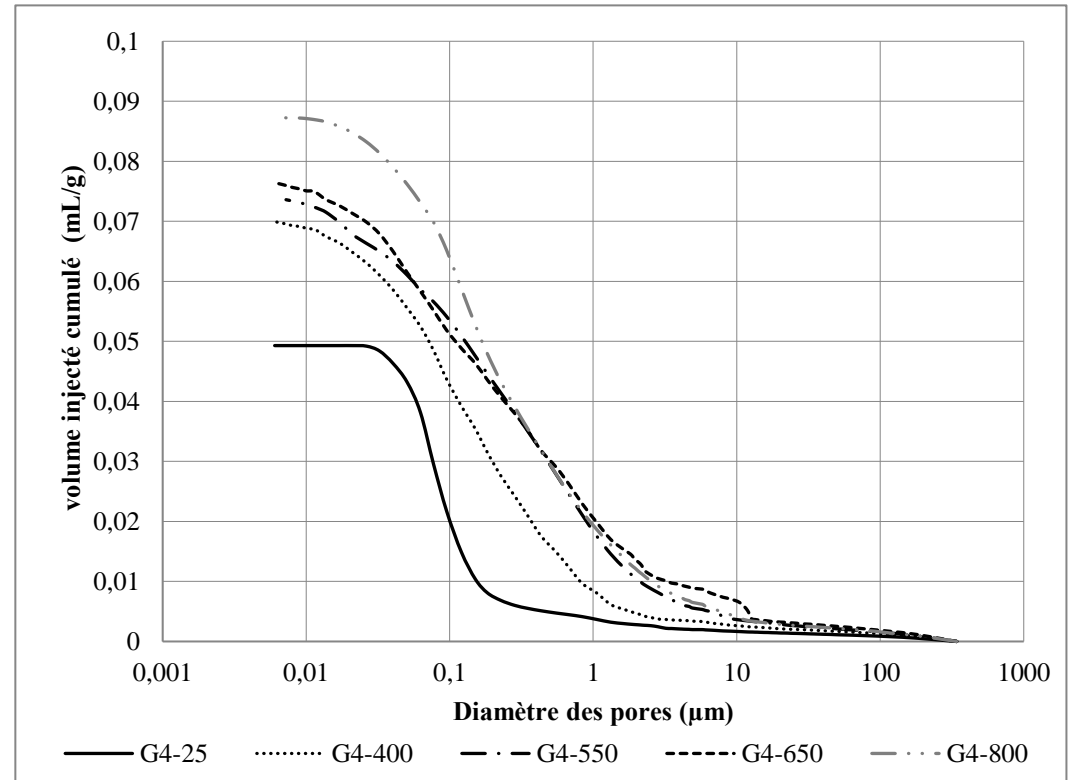
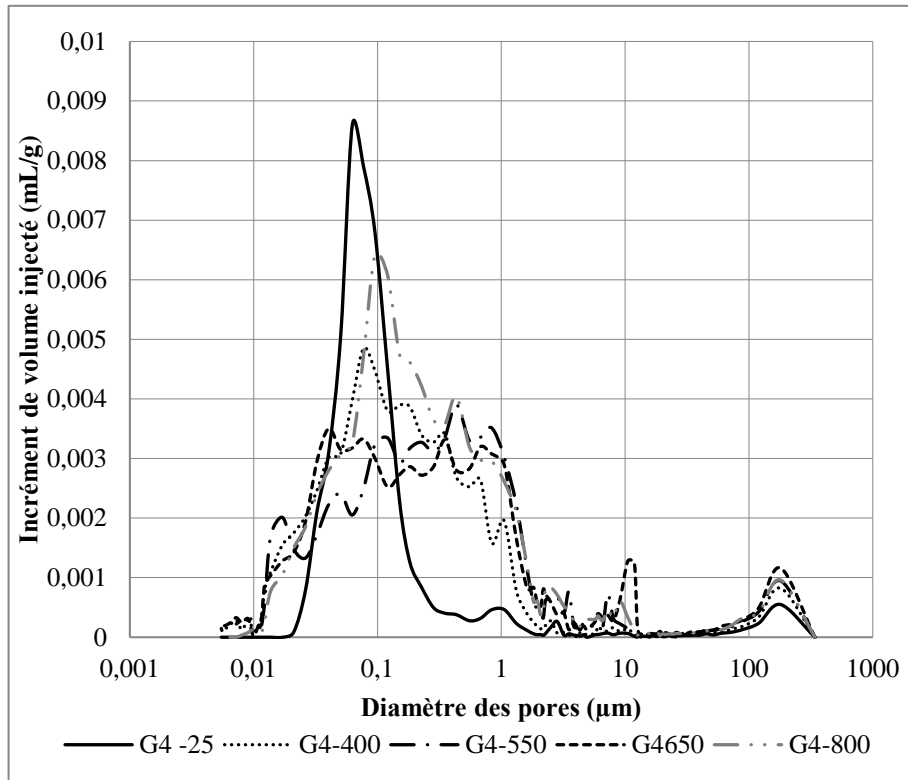


Figure IX. 13 : 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage.
2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G4)

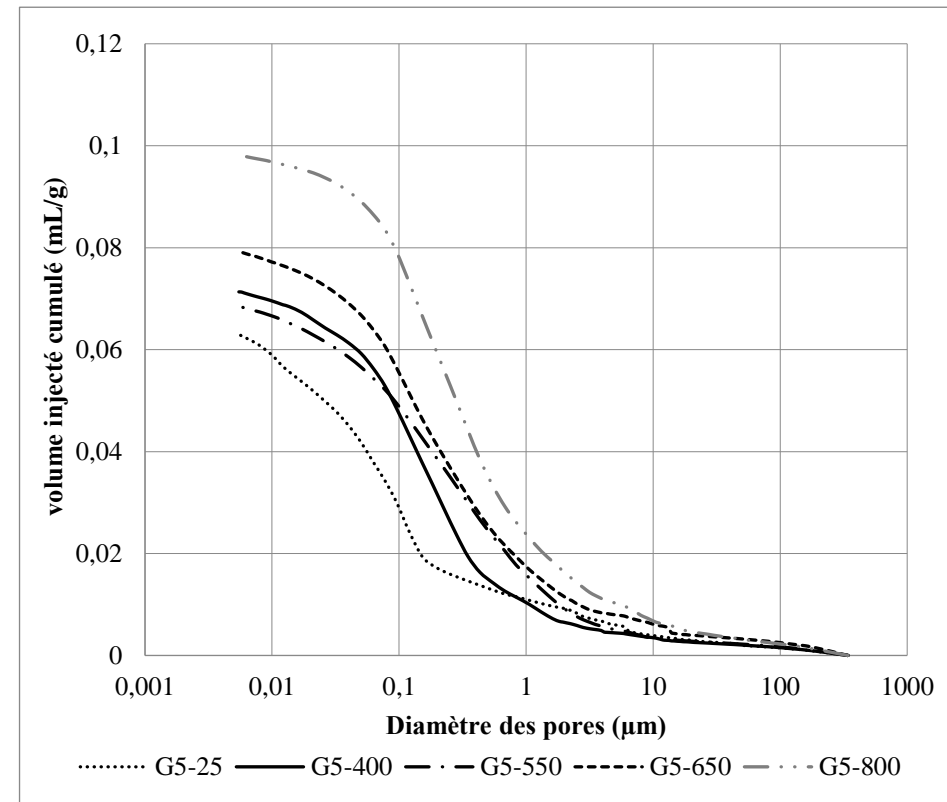
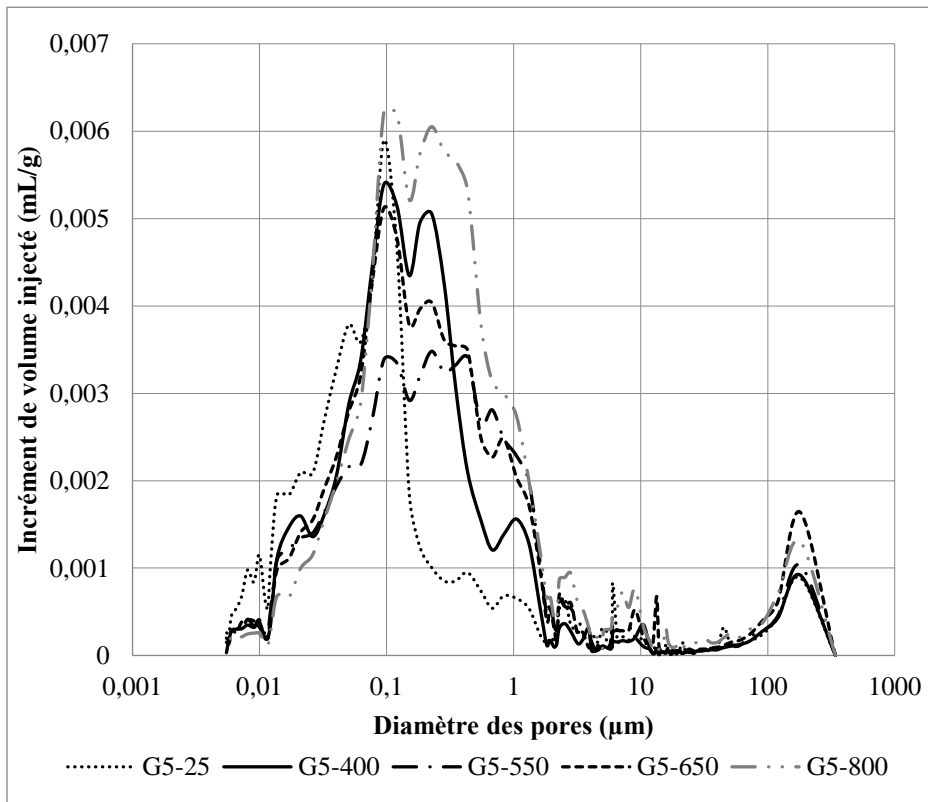


Figure IX. 14 : 1-Évolution des courbes d'incrément de volume de mercure injecté par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage.
 2-Évolution des courbes de volume injecté cumulé par le diamètre des pores en fonction de cycle de chauffage. (G4)

IX.5. Observation des granulats au microscope électronique à balayage (MEB) :

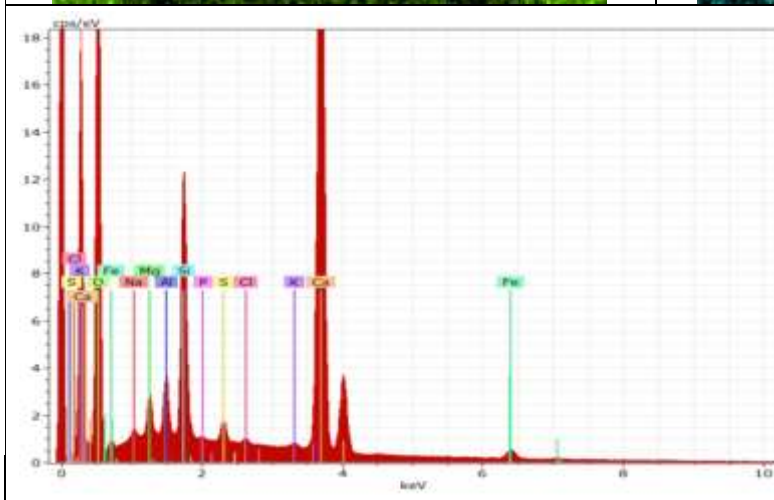
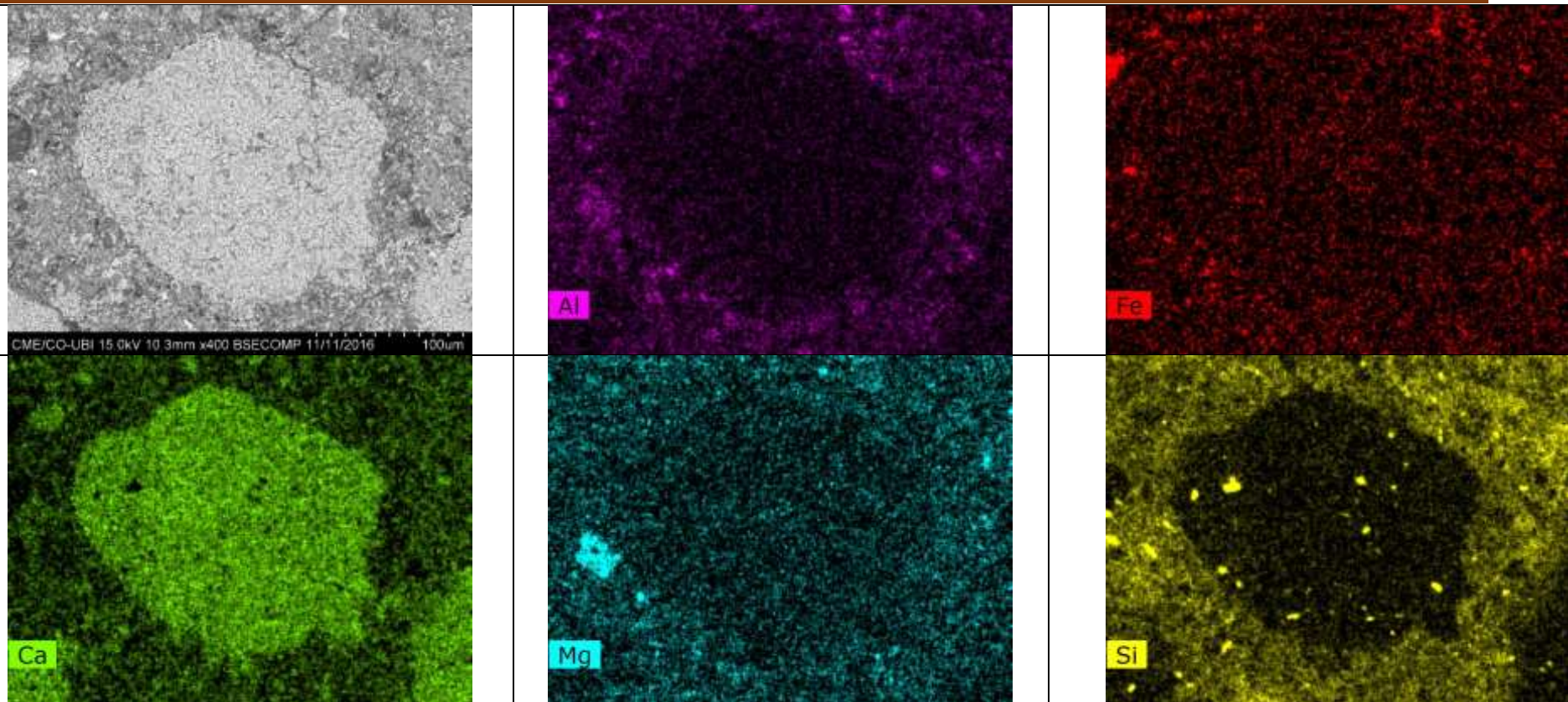
La Figure IX.15 présente l'observation au MEB des bétons témoins non chauffés, et ceux exposés au cycle de chauffage obtenue avec un agrandissement de 50x, 70x, 250x, 500x, 2Kx et 5Kx. La zone de transition entre la pâte et les granulats ont été observées au-delà de 50X.

Une analyse de l'émission des rayons X par spectrométrie (EDS) a été effectuée afin de déterminer la composition chimique ; on outre Nous avons identifié la répartition des éléments chimiques par la cartographie X.

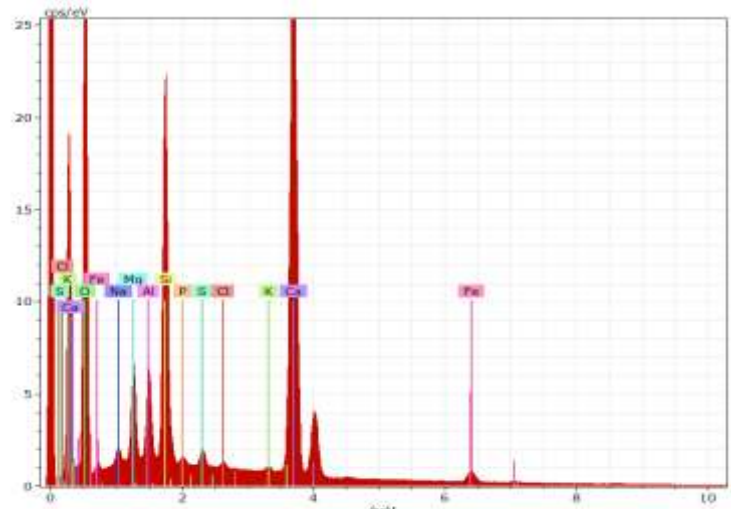
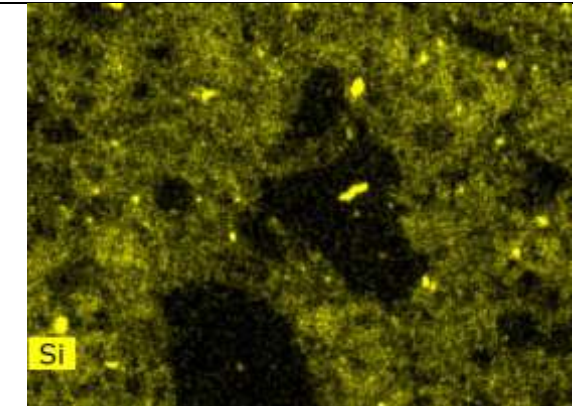
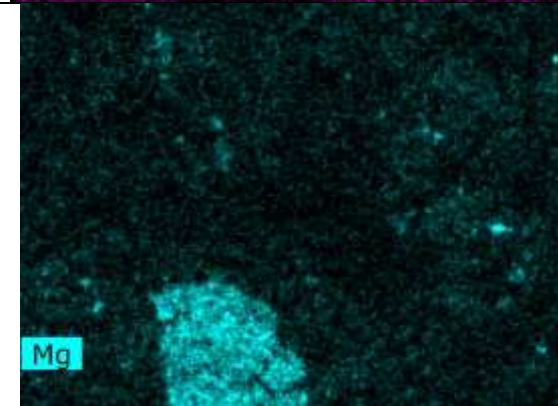
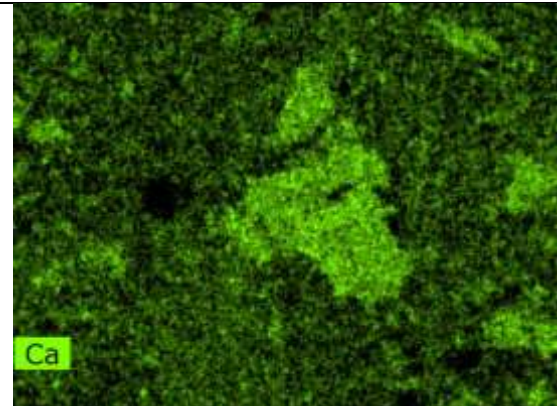
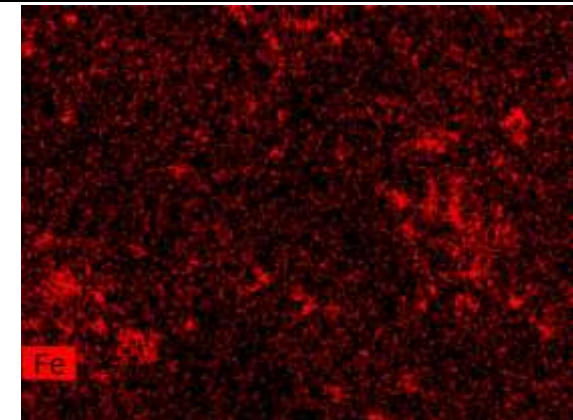
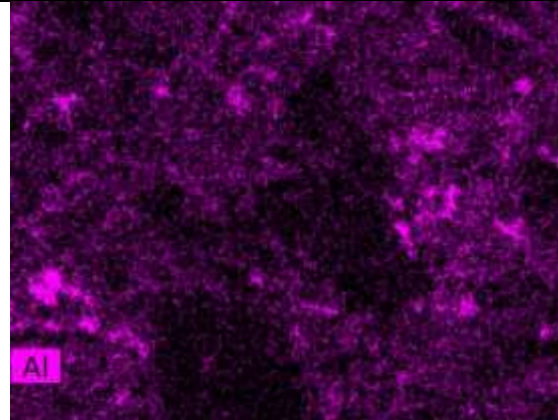
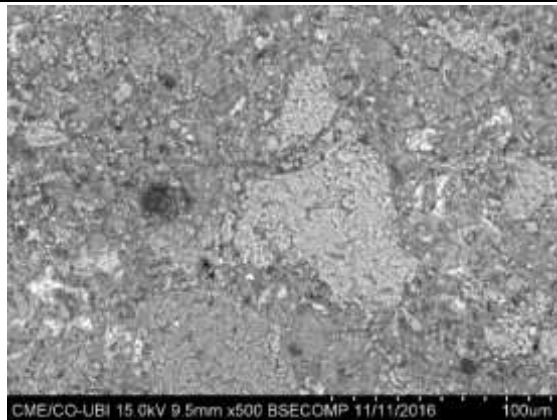
Après l'exposition à haute température, les observations nous ont permis d'identifier les compositions minéralogiques et chimiques des phases présentées dans les champs observés. On peut aussi comparer la zone de transition au voisinage des différents types de granulats.

Les granulats calcaires présentent une zone de transition plus uniforme et homogène comparativement à celle de granulat siliceux (G5) dans laquelle on peut observer une discontinuité. Ceci est due principalement à la réaction chimique qui a lieu entre la pâte et les granulats calcaires ; autant que les granulats siliceux qui sont chimiquement neutres (aucune réaction chimique ne se produit entre la pâte de ciment et le granulat).

Figure IX. 15 Images MEB correspondant à béton G1 a 25 °C (avant chauffage)
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G1



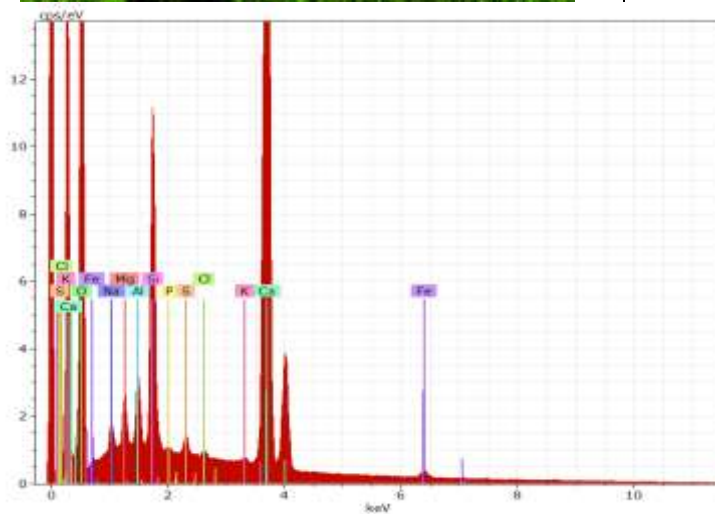
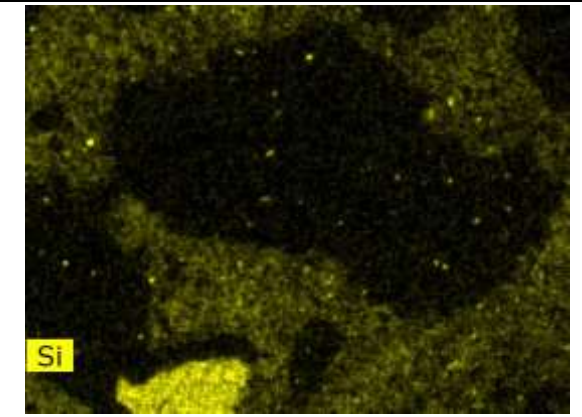
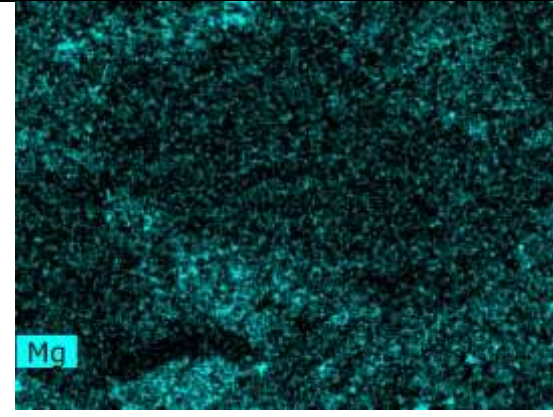
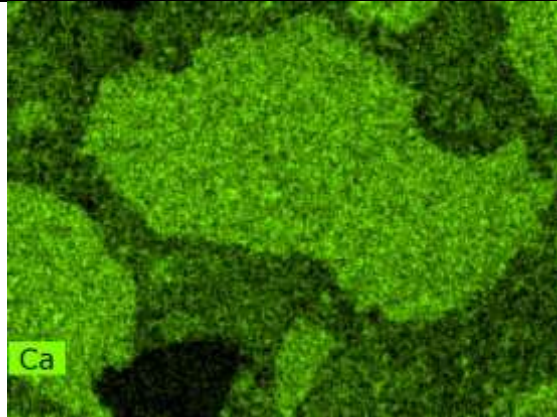
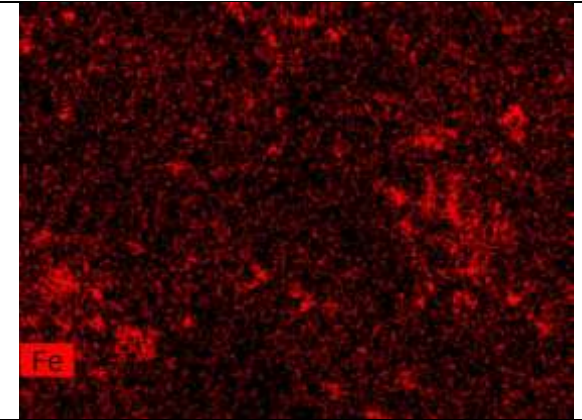
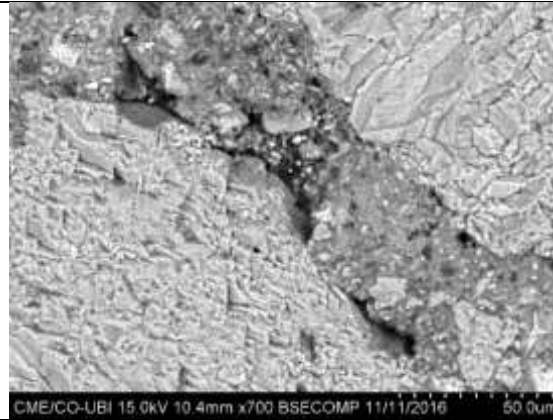
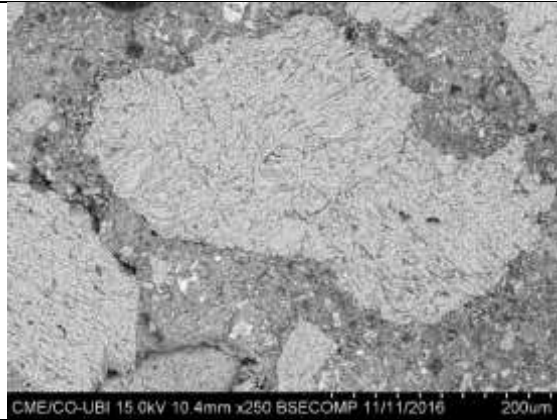
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.51	0.71	0.79	Na₂O	0.96	0.69	0.12
Magnesium	1.13	1.57	1.65	MgO	2.60	1.87	0.17
Aluminium	1.39	1.92	1.82	Al₂O₃	3.64	2.62	0.18
Silicon	5.77	8.02	7.29	SiO₂	17.15	12.35	0.53
Phosphorus	0.07	0.09	0.08	P₂O₃	0.16	0.12	0.06
Sulfur	0.53	0.74	0.59	SO₃	1.85	1.33	0.09
Calcium	35.52	49.32	31.43	CaO	69.01	49.70	2.16
Iron	1.97	2.74	1.25	Fe₂O₃	3.91	2.82	0.18
Potassium	0.30	0.41	0.27	K₂O	0.50	0.36	0.07
Chlorine	0.15	0.21	0.15		0.21	0.15	0.06
Oxygen	24.67	34.26	54.68		0.00	0.00	5.43
Total	72.02	100.00	100.00				



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.62	0.87	0.93	Na₂O	0.18	0.83	0.13
Magnesium	2.24	3.18	3.21	MgO	5.27	3.72	0.29
Aluminium	1.85	2.62	2.39	Al₂O₃	4.95	3.50	0.22
Silicon	7.94	11.23	9.85	SiO₂	24.05	17.00	0.71
Phosphorus	0.18	0.26	0.20	P₂O₃	0.46	0.32	0.07
Sulfur	0.40	0.57	0.44	SO₃	1.42	1.00	0.08
Chlorine	0.17	0.23	0.16		0.23	0.17	0.06
Potassium	0.20	0.29	0.18	K₂O	0.35	0.25	0.06
Calcium	28.97	40.99	25.16	CaO	57.36	40.54	1.77
Iron	2.34	3031	1.46	Fe₂O₃	4.73	3.34	0.20
Oxygen	25.75	36.43	56.01		0.00	0.00	5.61
Total	70.67	100.00	100.00				

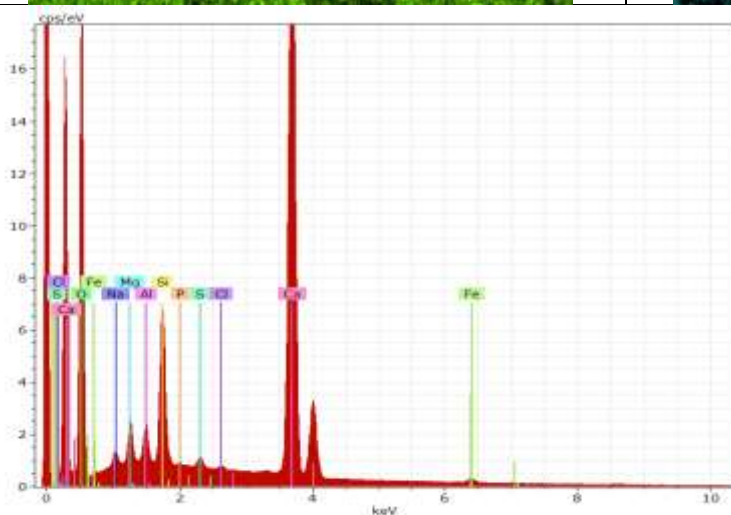
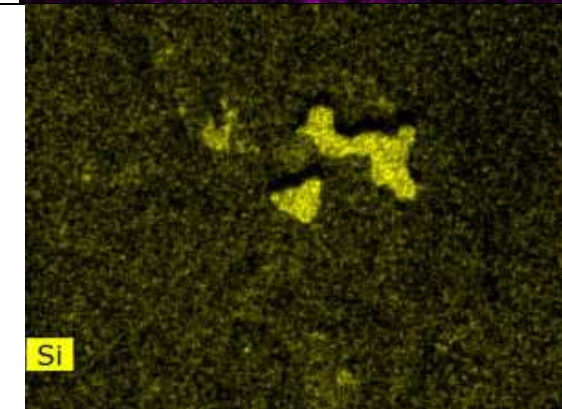
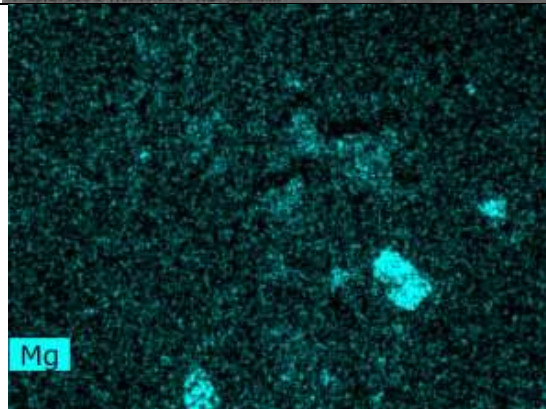
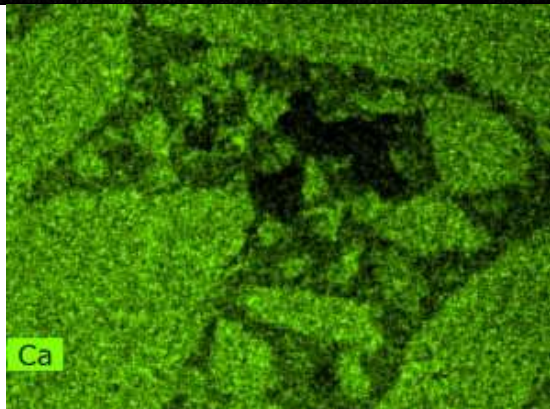
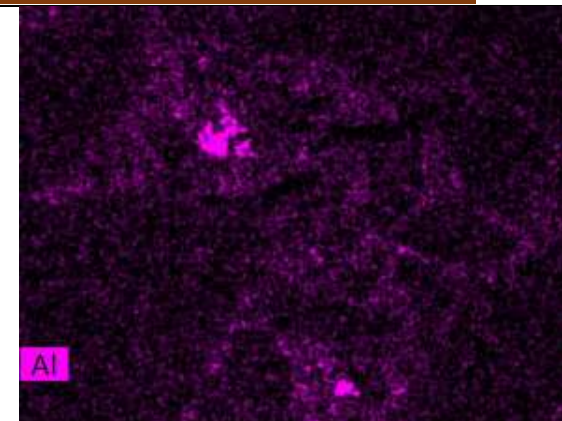
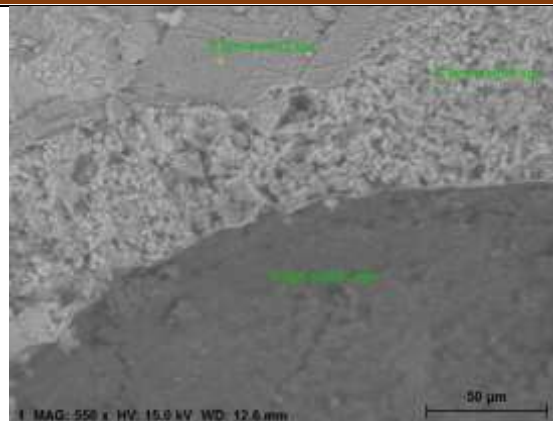
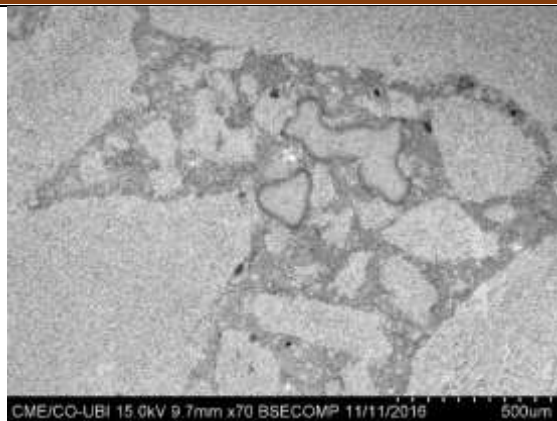
Figure IX. 16 Images MEB correspondant à béton G2 a 25 °C (avant chauffage)
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G2

Figure IX. 17 : Images MEB correspondant à béton G3 a 25 °C (avant chauffage)
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G3

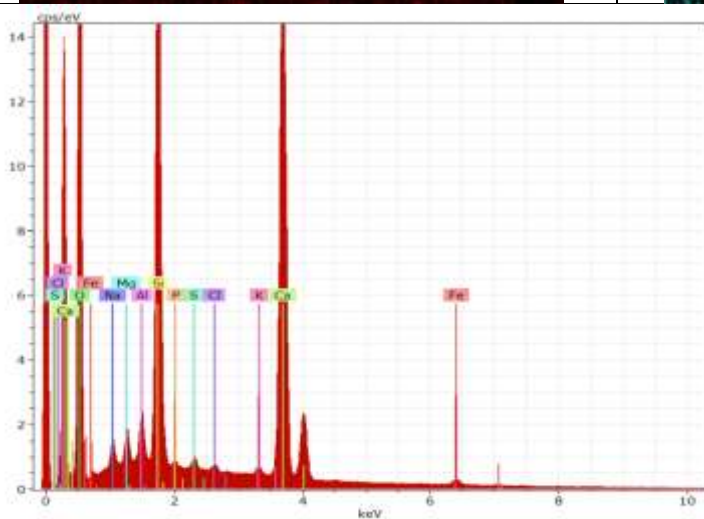
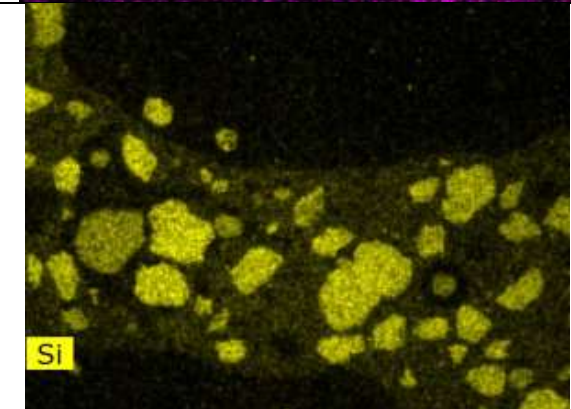
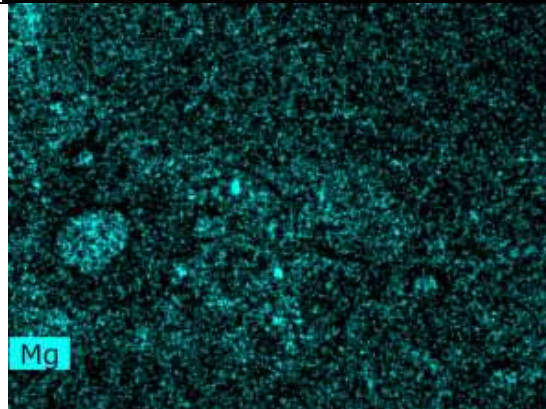
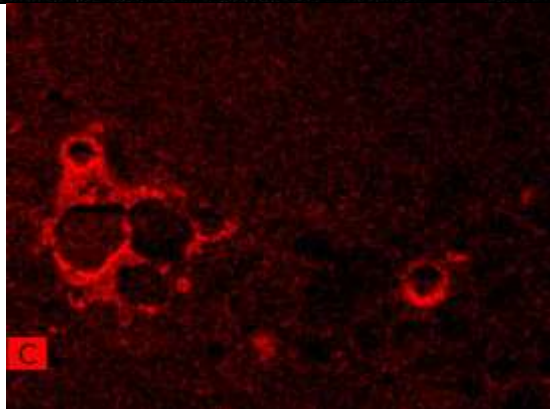
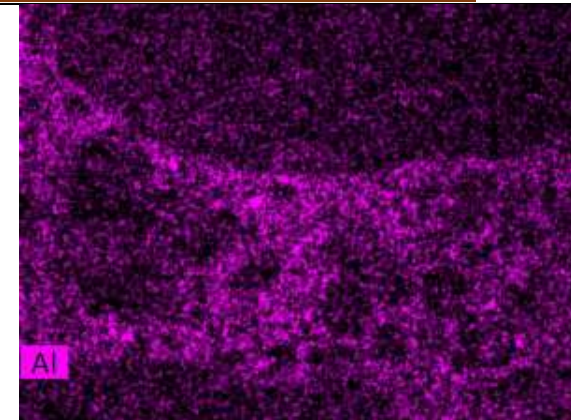
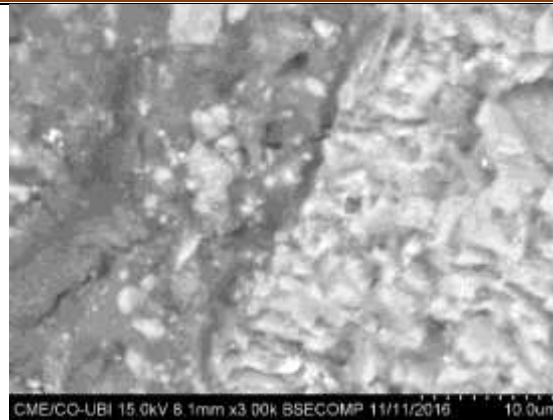


	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.86	1.19	1.33	Na₂O	1.61	1.15	0.16
Magnesium	1.04	1.45	1.53	MgO	2.40	1.73	0.16
Aluminium	1.12	1.56	1.48	Al₂O₃	2.95	2.12	0.16
Silicon	5.38	7.50	6.86	SiO₂	16.05	11.52	0.50
Phosphorus	0.09	0.12	0.10	P₂O₃	0.21	0.15	0.06
Sulfur	0.34	0.47	0.38	SO₃	1.18	0.84	0.08
Chlorine	0.14	0.19	0.14		0.19	0.14	0.06
Potassium	0.20	0.28	0.18	K₂O	0.34	0.24	0.06
Calcium	37.39	52.08	33.36	CaO	72.87	52.31	2.27
Iron	1.11	1.54	0.71	Fe₂O₃	2.21	1.58	0.13
Oxygen	24.13	33.61	53.93		0.00	0.00	5.32
Total	71.78	100.00	100.00				

Figure IX. 18 : Images MEB correspondant à béton G4 a 25 °C (avant chauffage)
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G4



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.73	1.06	1.20	Na₂O	1.43	0.98	0.14
Magnesium	1.20	1.75	1.88	MgO	2.91	2.00	0.18
Aluminium	0.99	1.43	1.39	Al₂O₃	2.71	1.86	0.14
Silicon	3.78	5.50	5.10	SiO₂	11.77	8.08	0.37
Phosphorus	0.06	0.08	0.07	P₂O₃	0.15	0.10	0.06
Sulfur	0.29	0.42	0.34	SO₃	1.04	0.71	0.06
Calcium	38.22	55.66	36.21	CaO	77.88	53.48	2.32
Iron	0.94	1.37	0.64	Fe₂O₃	3.91	2.82	0.18
Potassium				K₂O			
Chlorine	0.11	0.16	0.12		0.16	0.11	0.06
Oxygen	22.36	32.56	53.06		0.00	0.00	5.00
Total	100						



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.91	1.20	1.26	Na₂O	1.61	1.22	0.17
Magnesium	0.83	1.09	1.08	MgO	1.80	1.37	0.14
Aluminium	1.10	1.45	1.30	Al₂O₃	2.74	2.08	0.15
Silicon	12.15	16.00	13.75	SiO₂	34.22	25.99	1.06
Phosphorus	0.17	0.22	0.17	P₂O₃	0.39	0.30	0.07
Sulfur	0.31	0.41	0.31	SO₃	1.03	0.78	0.08
Chlorine	0.21	0.27	0.19		0.27	0.21	0.07
Potassium	0.33	0.43	0.27	K₂O	0.52	0.40	0.07
Calcium	29.97	39.46	23.77	CaO	55.22	41.94	1.83
Iron	1.16	1.53	0.66	Fe₂O₃	2.18	1.66	0.13
Oxygen	28.81	37.94	57.24		0.00	0.00	6.40
Total	75.95	100.00	100.00				

Figure IX. 19 : Images MEB correspondant à béton G5 a 25 °C (avant chauffage)
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G5

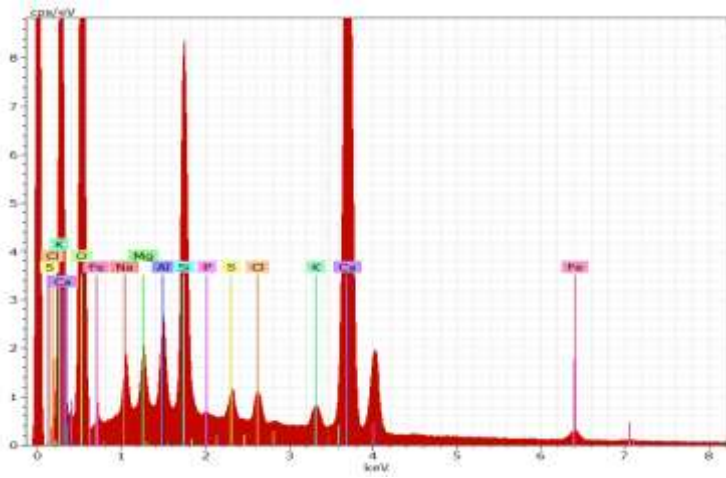
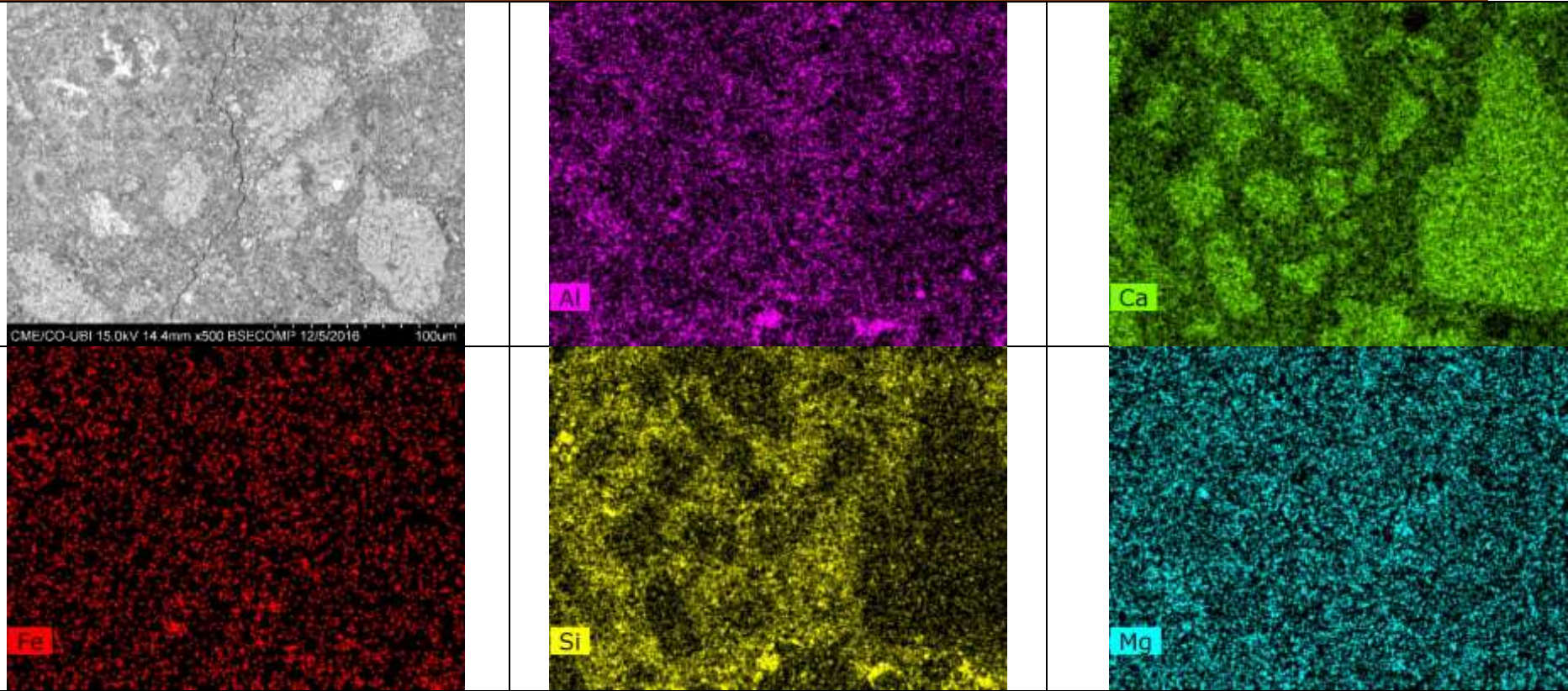
Après l'exposition à 400°C ;

Les observations avec le microscope à balayage réalisée sur les bétons avec différents types de granulats et soumis à une température de 400°C présenté dans la figureV.16. L'analyse des image MEB a montré la présence des différents types de fissuration ; le premier type de fissuration est observé dans la pâte de ciment, Comme il est montré sur l'images (la figureV.18) G1 ; ce type est provoqué par la décomposition des hydrates de la pâte de ciment.

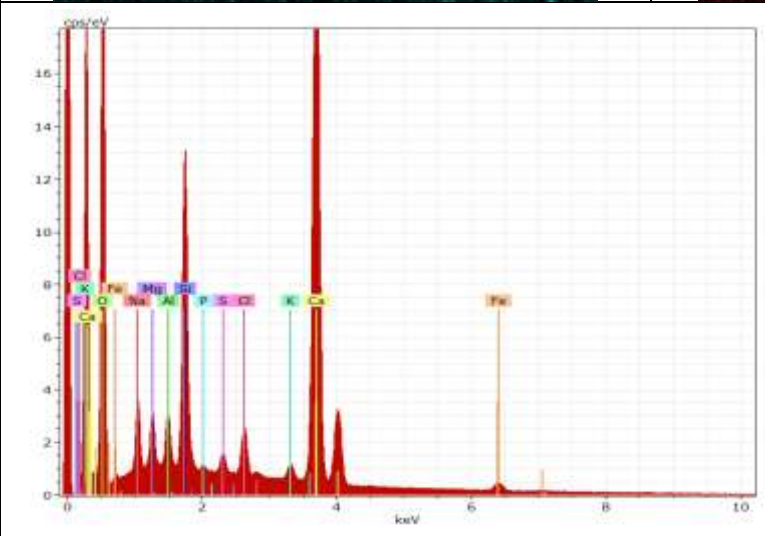
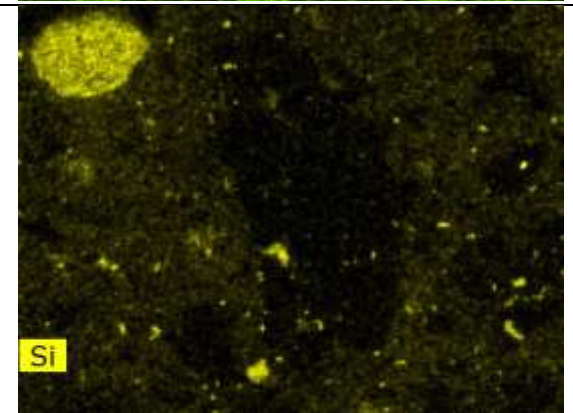
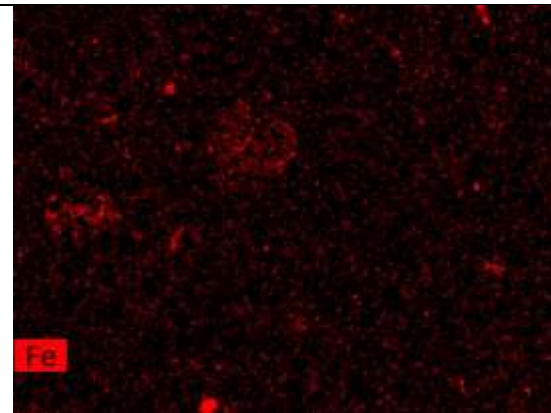
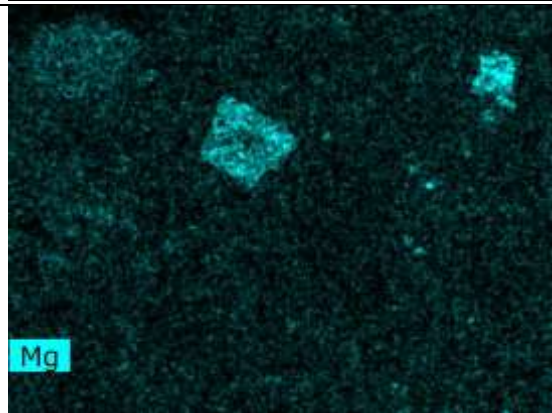
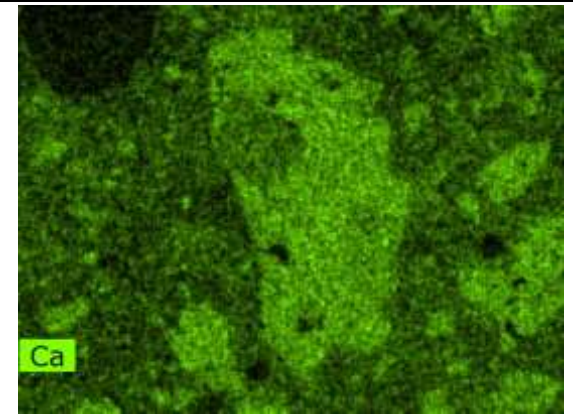
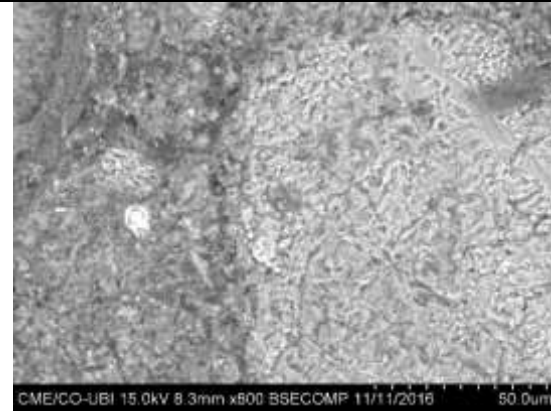
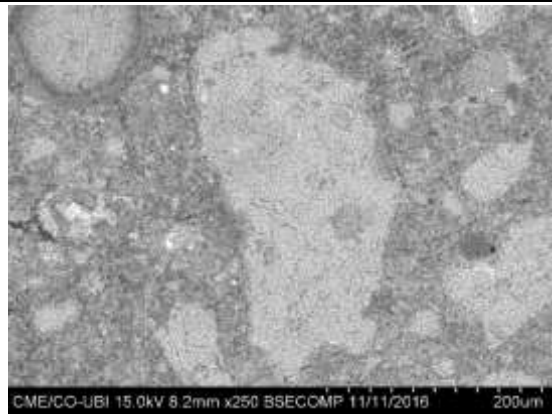
L'image (la figureV.19) G4 illustre le deuxième type de fissuration entourent les granulats (dans la zone de transition) ; ce type de fissuration est lié principalement à la déformation différentielle entre la pâte de ciment qui se rétracte par déshydratation et les granulats qui se dilatent.

La cartographie X de la répartition des éléments chimiques présenté dans la figure (la figureV.20) montre la présence du calcaire dans les bétons (G1 ,G3 et G4) confectionné essentiellement avec des granulats calcaire ; on revanche, la présence du silice dans les bétons G2 et G5, celles-ci sont principalement confectionné avec des granulats de nature siliceux et silico- calcaire. L'aluminium le fer et autres composants peut être observé dans tous les échantillons ; ces composantes existent dans les hydrates de ciment.

Figure IX. 20 : Images MEB correspondant à béton G1 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G1



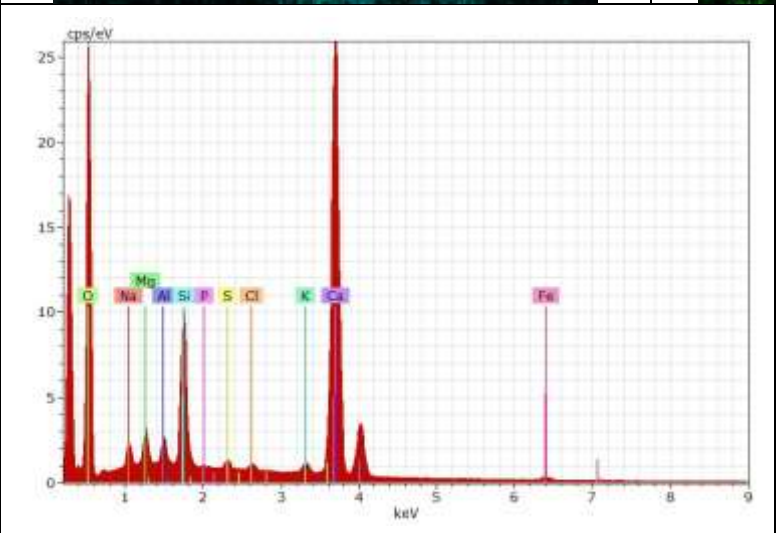
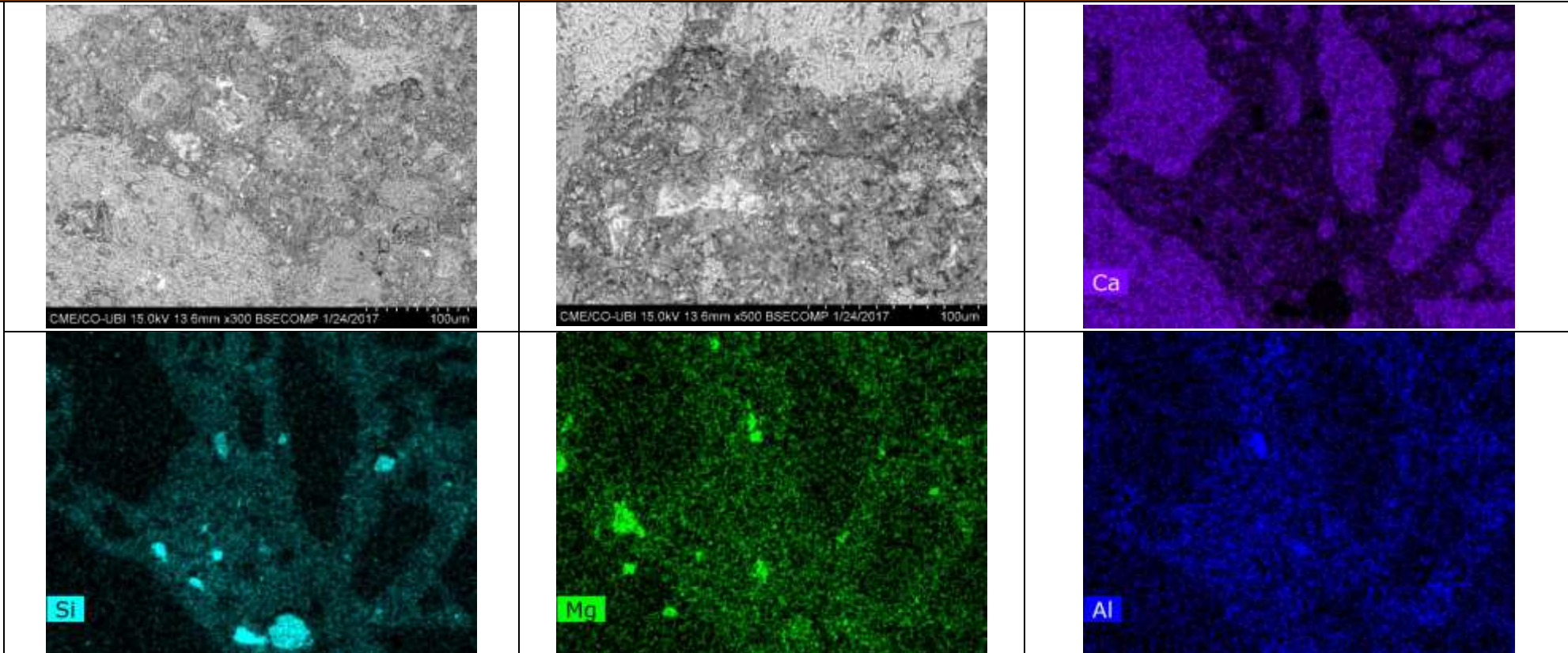
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.79	2.41	2.62	Na₂O	3.25	2.41	0.28
Magnesium	1.48	1.99	2.05	MgO	3.31	2.46	0.21
Aluminium	1.86	2.50	2.32	Al₂O₃	4.73	3.15	0.23
Silicon	6.79	9.14	8.13	SiO₂	19.55	14.53	0.62
Phosphorus	0.16	0.21	0.17	P₂O₃	0.37	0.28	0.07
Sulfur	0.69	0.92	0.72	SO₃	2.30	1.71	0.10
Calcium	32.31	43.47	27.08	CaO	60.82	45.21	1.97
Iron	1.70	2.29	1.02	Fe₂O₃	3.28	2.43	0.17
Potassium	0.80	1.08	0.69	K₂O	1.30	0.96	0.10
Chlorine	0.81	1.09	0.77		1.09	0.81	0.11
Oxygen	25.93	34.89	54.45		0.00	0.00	5.81
Total	74.33	100.00	100.00				



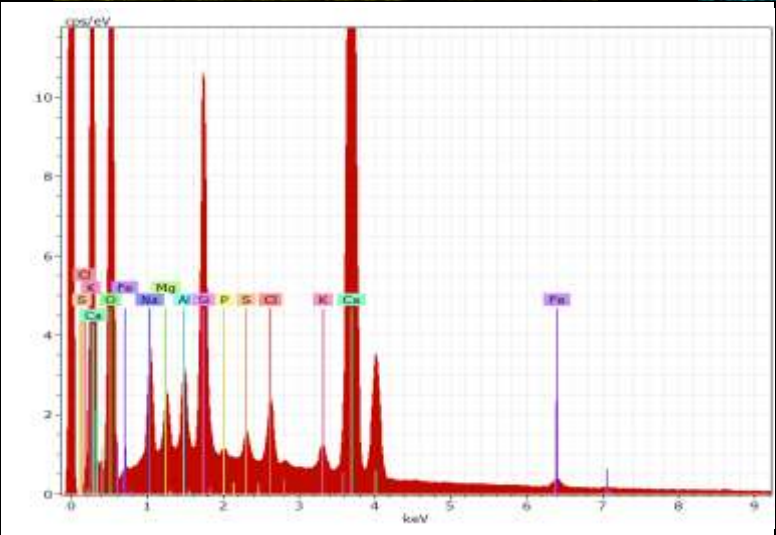
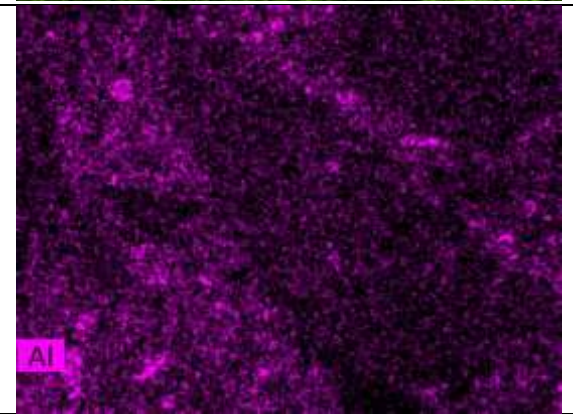
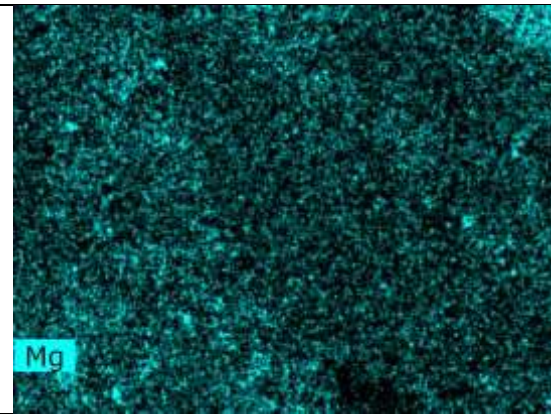
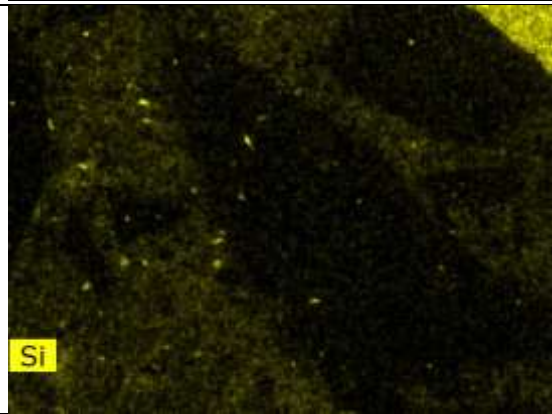
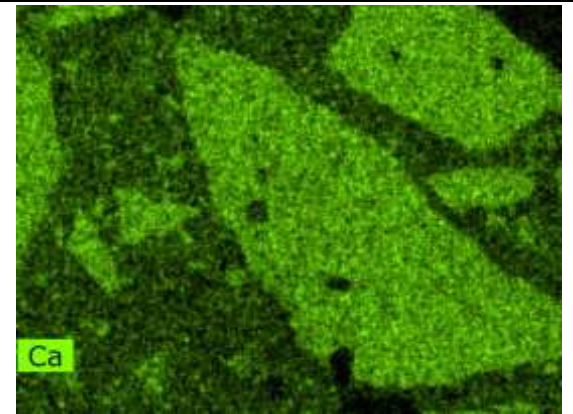
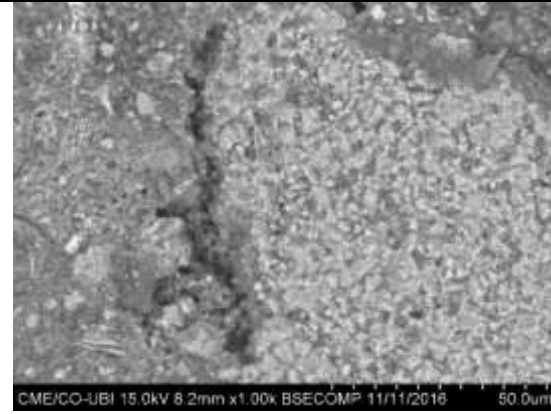
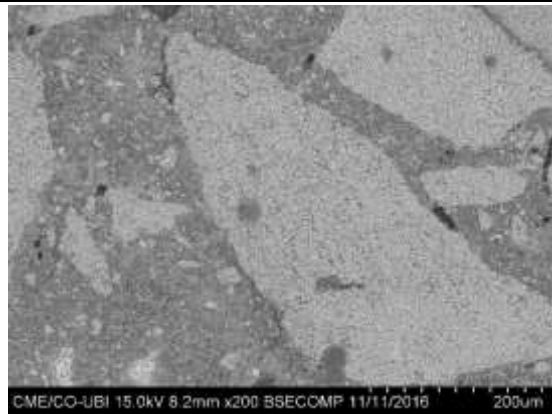
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	2.26	3.14	3.44	Na₂O	4.23	3.05	0.33
Magnesium	1.37	1.90	1.97	MgO	3.15	2.27	0.20
Aluminium	1.16	1.61	1.50	Al₂O₃	3.05	2.20	0.16
Silicon	6.51	9.02	8.08	SiO₂	19.31	13.92	0.59
Phosphorus	0.15	0.20	0.17	P₂O₃	0.36	0.26	0.06
Sulfur	0.49	0.68	0.53	SO₃	1.70	1.22	0.09
Chlorine	1.36	1.88	1.34		1.88	1.36	0.14
Potassium	0.64	0.89	0.57	K₂O	1.07	0.77	0.09
Calcium	32.09	44.51	27.92	CaO	62.28	44.91	1.96
Iron	1.50	2.08	0.57	Fe₂O₃	1.07	0.77	0.09
Oxygen	24.57	34.05	53.55		0.00	0.00	5.43
Total	72.10	100.00	100.00				

Figure IX. 21 : Images MEB correspondant à béton G2 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G2

Figure IX. 22 : Images MEB correspondant à béton G3 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G3



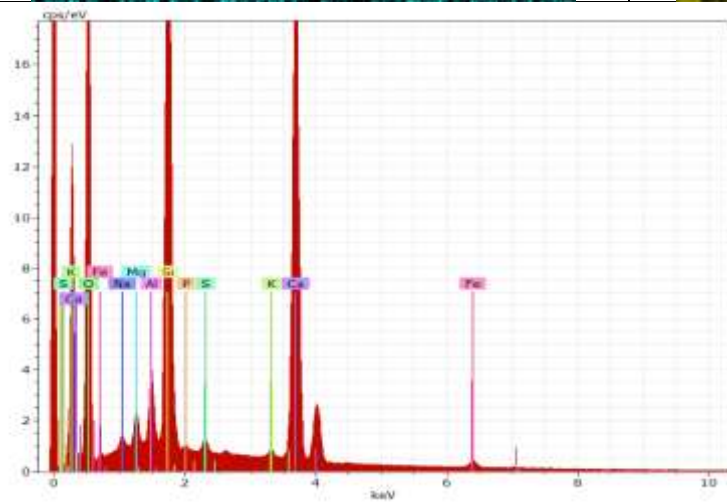
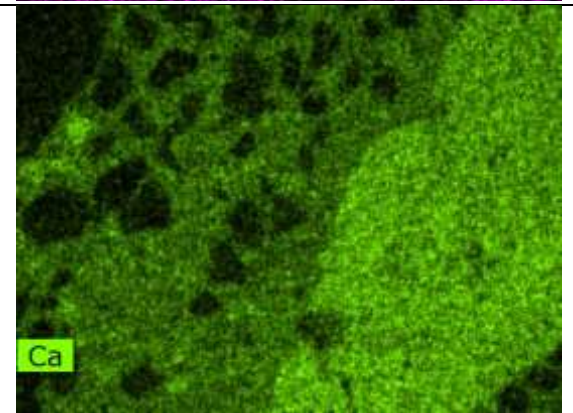
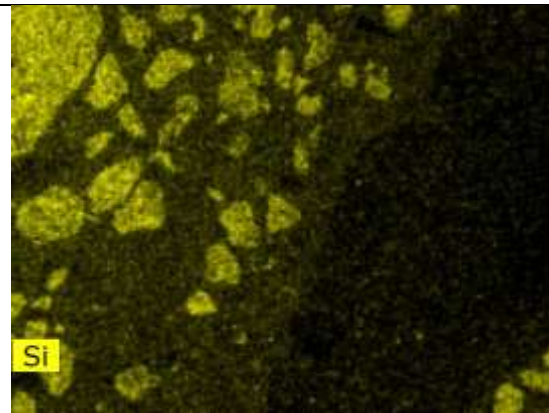
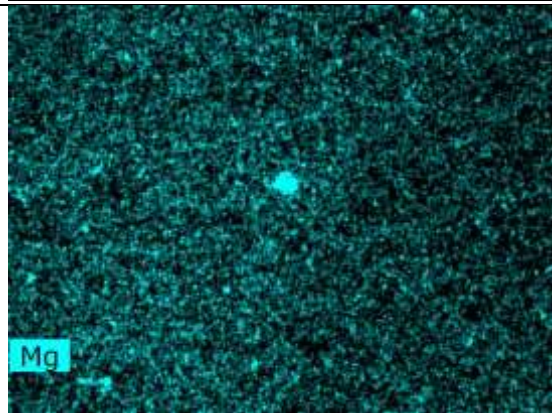
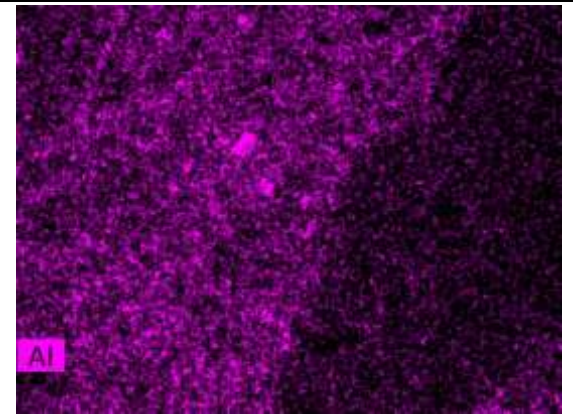
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.33	1.86	2.14	Na₂O	2.51	1.79	0.22
Magnesium	1.44	2.02	2.14	MgO	3.36	2.39	0.21
Aluminium	0.93	1.31	1.25	Al₂O₃	2.47	1.76	0.14
Silicon	5.02	7.05	644	SiO₂	15.08	10.75	0.47
Phosphorus	0.07	0.10	0.08	P₂O₃	0.18	0.13	0.06
Sulfur	0.35	0.49	0.39	SO₃	1.23	0.88	0.08
Chlorine	0.31	0.44	0.32		0.44	0.31	0.07
Potassium	0.61	0.85	0.56	K₂O	1.03	0.73	0.09
Calcium	36.50	51.22	32.79	CaO	71.66	51.07	2.22
Iron	1.02	1.43	0.66	Fe₂O₃	2.04	1.46	0.12
Oxygen	23.68	33.23	53.29		0.00	0.00	5.21
Total	71.27	100.00	100.00				



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	2.39	3.33	3.70	Na₂O	4.49	2.17	0.16
Magnesium	1.01	1.41	1.49	MgO	0.34	1.68	0.16
Aluminium	1.15	1.60	1.51	Al₂O₃	3.02	2.17	0.16
Silicon	5.19	7.24	6.58	SiO₂	15.48	11.11	0.48
Phosphorus	0.13	0.18	0.15	P₂O₃	0.33	0.24	0.06
Sulfur	0.45	0.63	0.50	SO₃	1.57	1.013	0.08
Calcium	34.82	48.52	30.90	CaO	67.88	48.72	2.12
Iron	1.04	1.44	0.66	Fe₂O₃	1.14	1.48	0.12
Potassium	0.68	0.95	0.62	K₂O	1.14	0.82	0.09
Chlorine	1.20	1.67	1.20		1.67	1.20	0.13
Oxygen	23.70	33.03	52.69		0.00	0.00	5.26
Total	71.77	100	100				

Figure IX. 23 : Images MEB correspondant à béton G4 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G4

Figure IX. 24 : Images MEB correspondant à béton G5 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G5



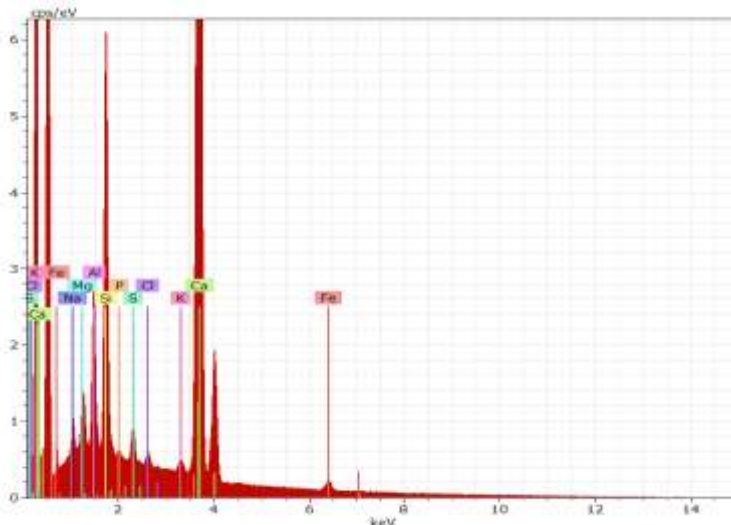
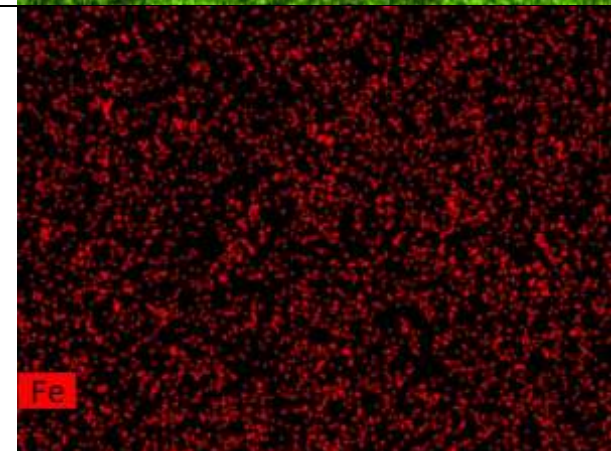
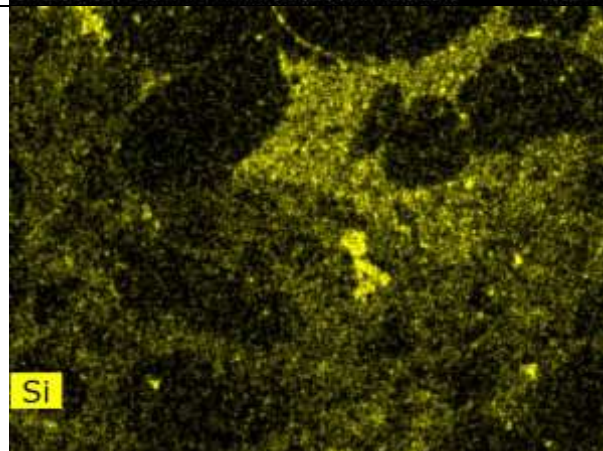
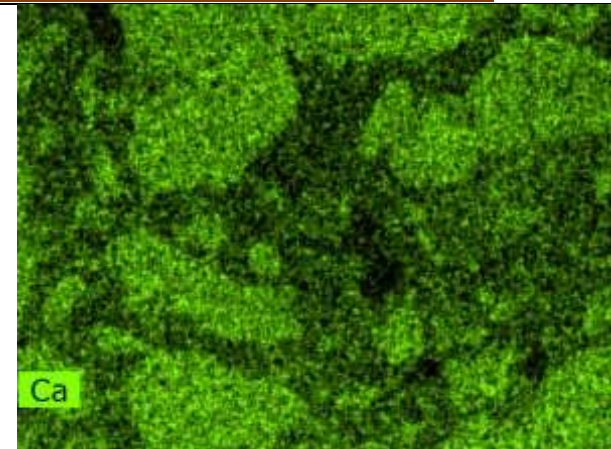
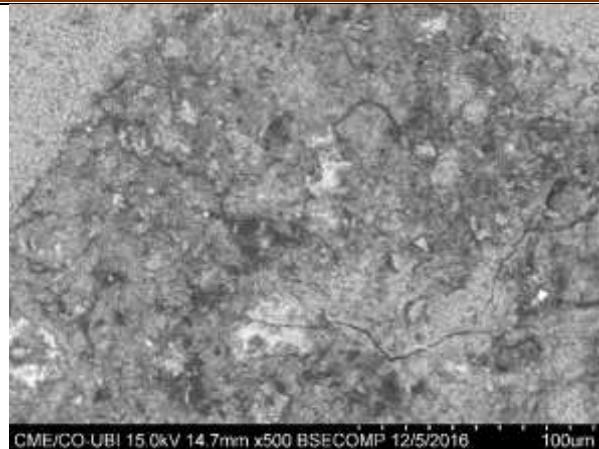
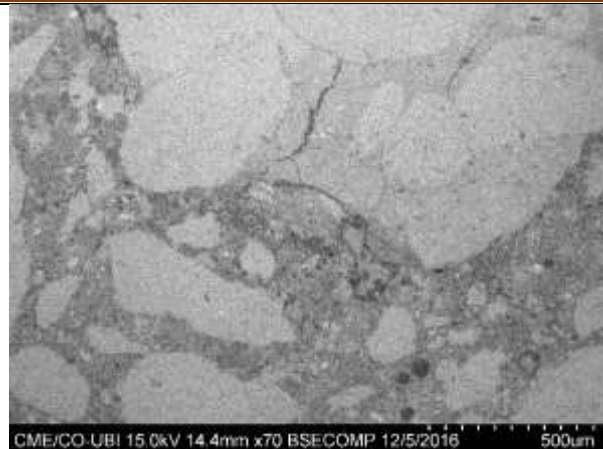
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.48	0.64	0.66	Na₂O	0.86	0.65	0.11
Magnesium	0.77	1.03	1.00	MgO	1.70	1.29	0.13
Aluminium	1.44	1.91	1.67	Al₂O₃	3.60	2.72	0.19
Silicon	14.48	19.17	16.10	SiO₂	41.01	30.97	1.25
Phosphorus	0.12	.016	0.12	P₂O₃	0.29	0.22	0.06
Sulfur	0.34	0.45	0.33	SO₃	1.13	0.85	0.08
Potassium	0.37	0.49	0.30	K₂O	0.59	0.45	0.08
Calcium	26.08	34.54	20.33	CaO	48.33	36.50	1.60
Iron	1.31	1.74	0.73	Fe₂O₃	2.48	1.88	0.14
Oxygen	30.11	39.87	58.77		0.00	0.00	6.62
Total	75.51	100.00	100.00				

L'observation au MEB des bétons chauffés sous un cycle de chauffage de 550°C montre l'apparition de tous les types des fissurations ; le premier est transgranulaires qui traversant les granulats comme la montre l'images (la figureV.21,24) observé pour les bétons G1et G3 (béton avec granulats calcaire) ; ce type de fissuration est causée par l'élévation des déformations thermiques de calcaire sous haute température. Le deuxième type entoure les granulats est provoqué par la déformation différentielle comme pour le béton (G4) (figureV.24).

Pour tous les bétons chauffés à 550°C, nous avons observé une augmentation considérable des fissuration (propagation et ouverture) ; comme dans le cas du béton avec des granulats silico calcaire G2 qui présente une fissure de 1.14 µm d'ouverture. (FigureV.22)

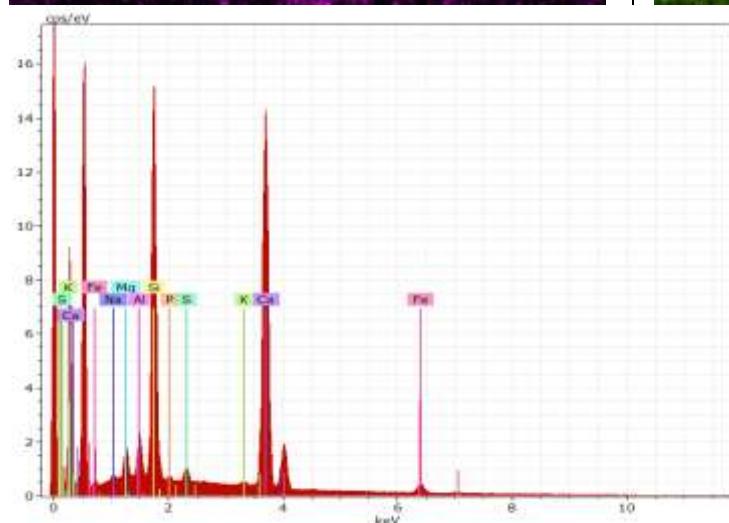
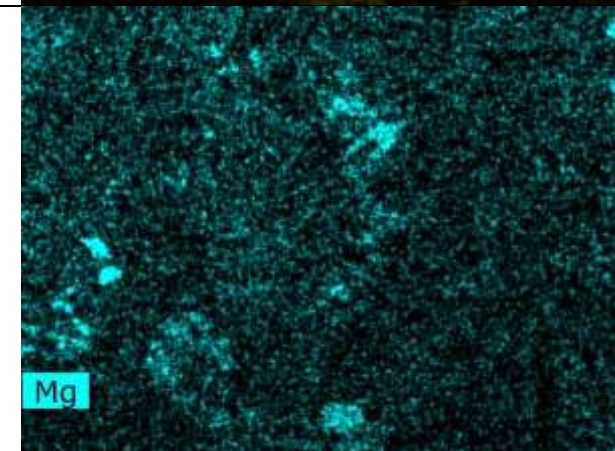
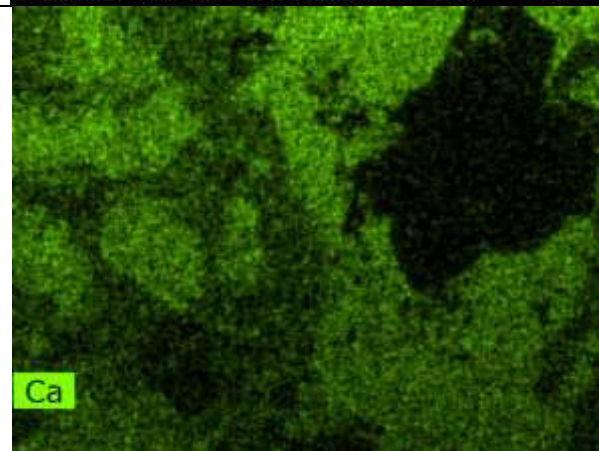
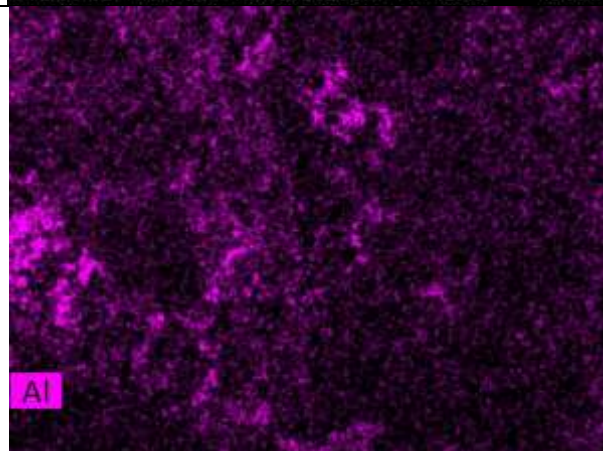
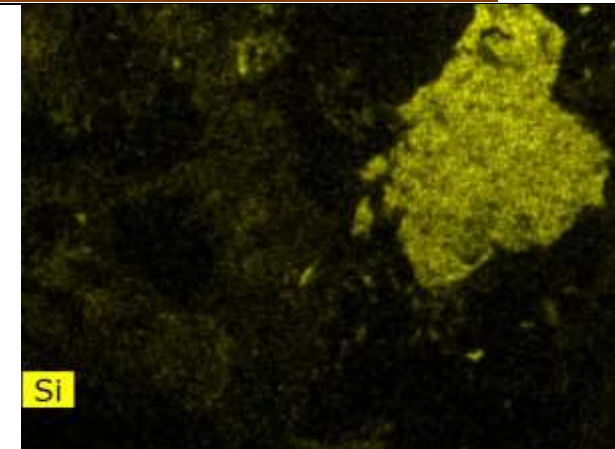
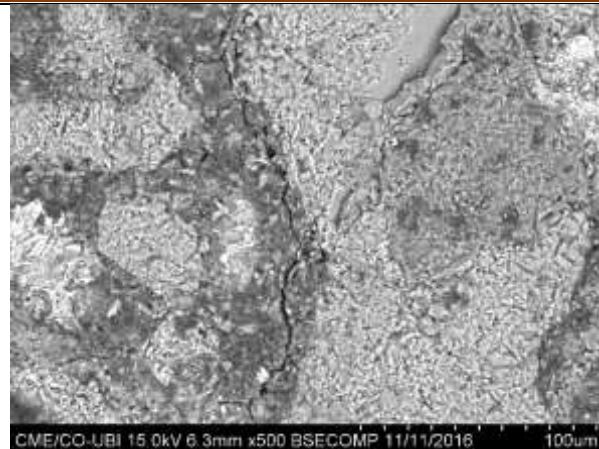
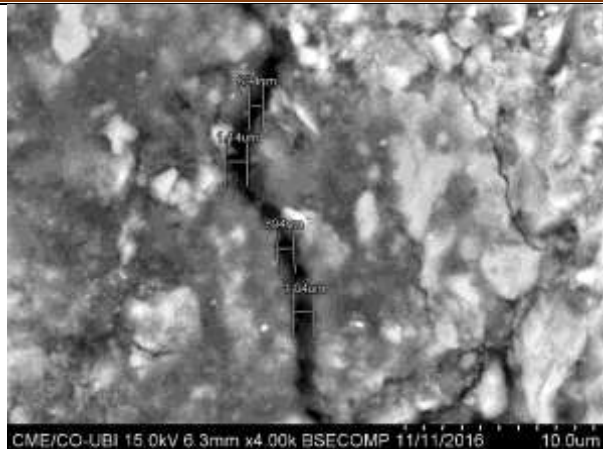
La figureV.25montre un exemple de fissuration dans la pâte de ciment crée par la décomposition de la portlandite en eau et en chaux libre ; en effet, Les valeurs de EDS présenté une augmentation remarquable des valeurs de chaux libre selon la réaction : $\text{Ca (OH) }_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$

Figure IX. 25 : Images MEB correspondant à béton G1 a 550 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G1



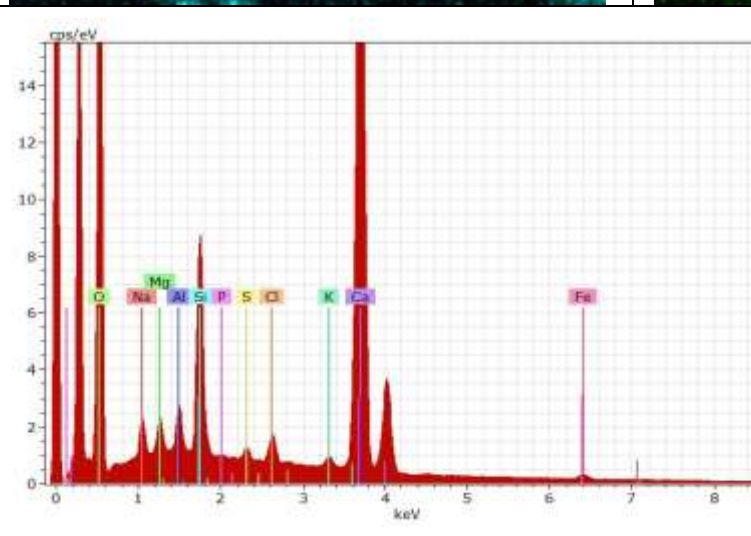
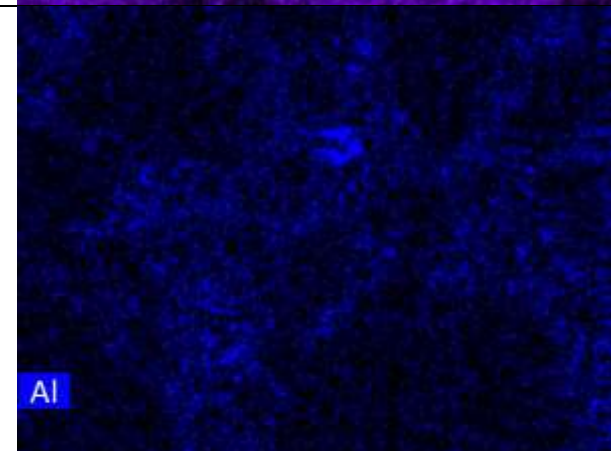
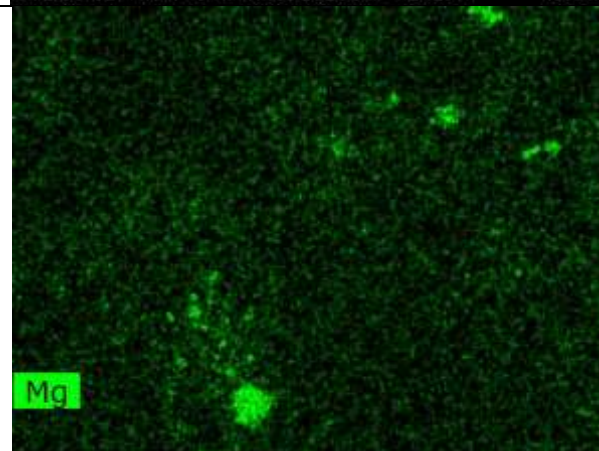
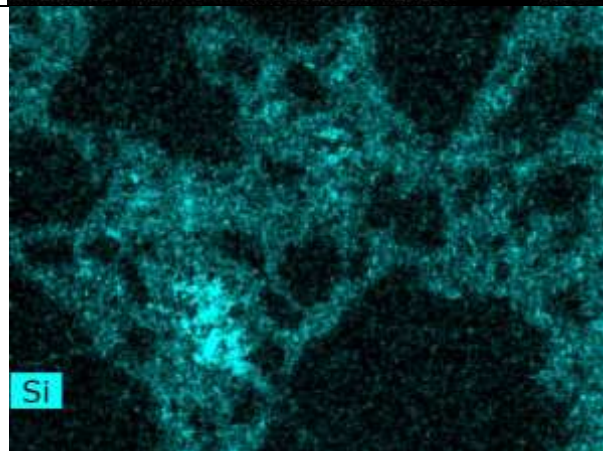
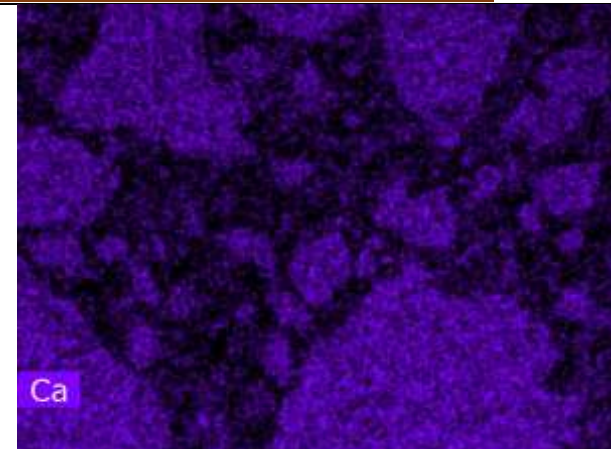
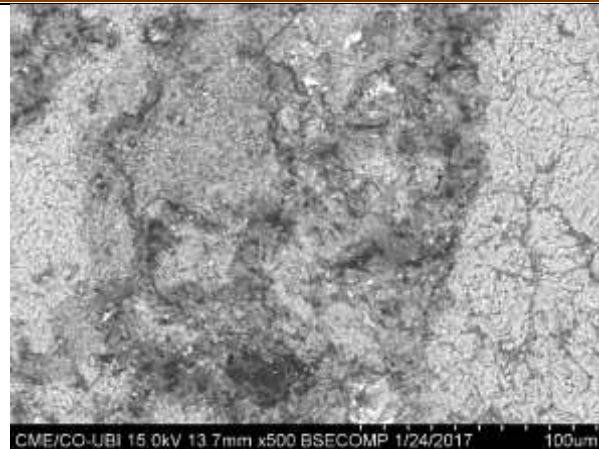
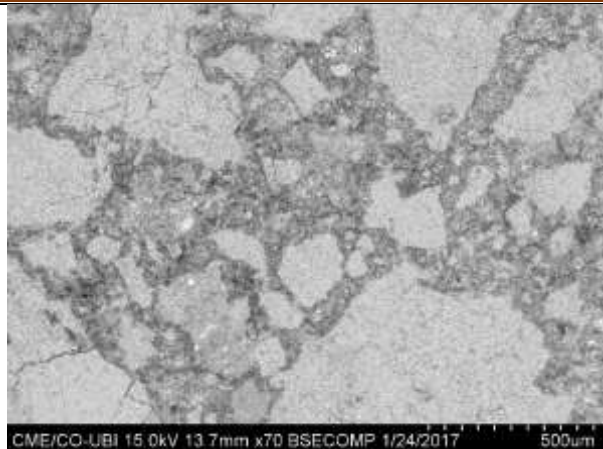
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.03	1.35	1.49	Na₂O	1.82	1.38	0.18
Magnesium	1.06	1.39	1.45	MgO	2.31	1.076	0.17
Aluminium	2.33	3.07	2.88	Al₂O₃	5.79	4.40	0.27
Silicon	5.85	7.69	6.93	SiO₂	16.46	12.51	0.54
Phosphorus	0.19	2.25	0.21	P₂O₃	0.45	0.34	0.07
Sulfur	0.63	0.83	0.65	SO₃	2.07	1.57	0.10
Calcium	36.67	48.26	30.47	CaO	67.53	51.31	2.23
Iron	1.32	1.74	0.79	Fe₂O₃	2.48	1.89	0.15
Poatssium	0.45	0.59	0.38	K₂O	0.71	0.54	0.08
Chlorine	0.29	0.38	0.27		0.38	0.29	0.07
Oxygen					0.00	0.00	5.90
Total	75.99	100.00	100.00				

Figure IX. 26 : Images MEB correspondant à béton G2 a 550 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G2



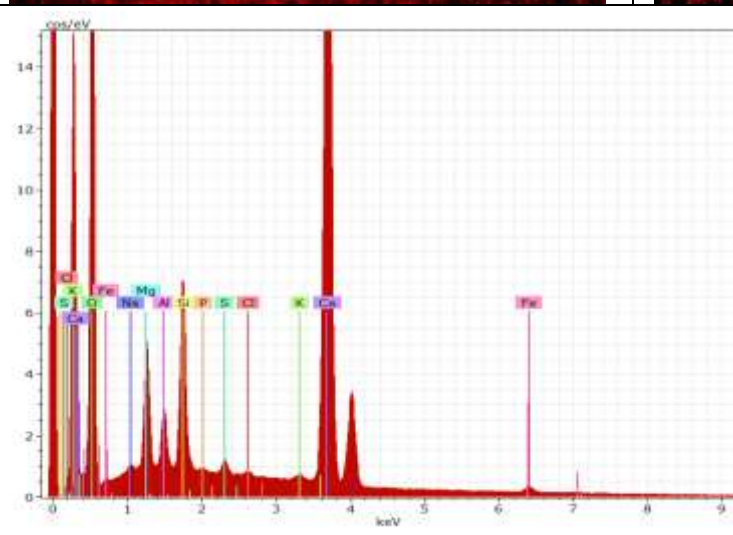
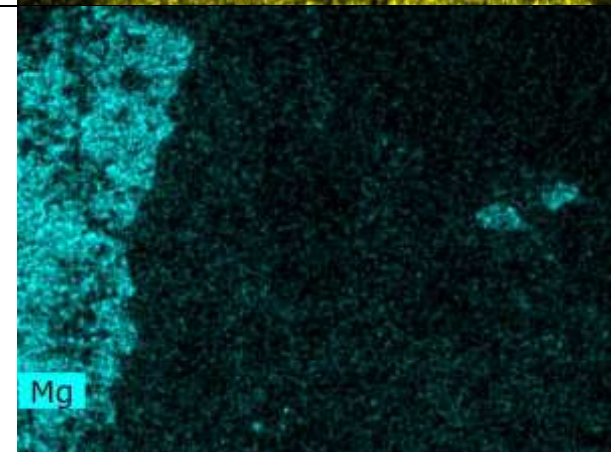
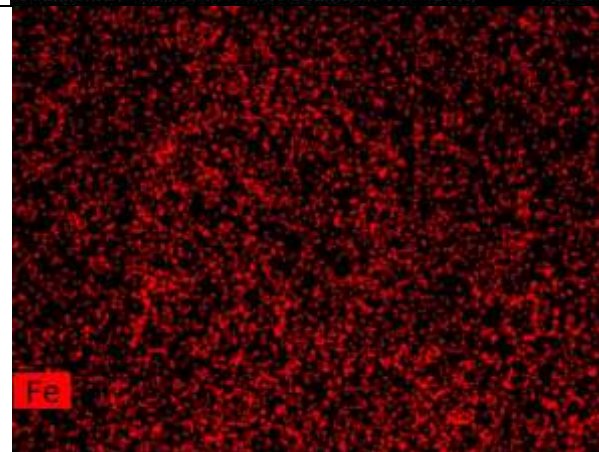
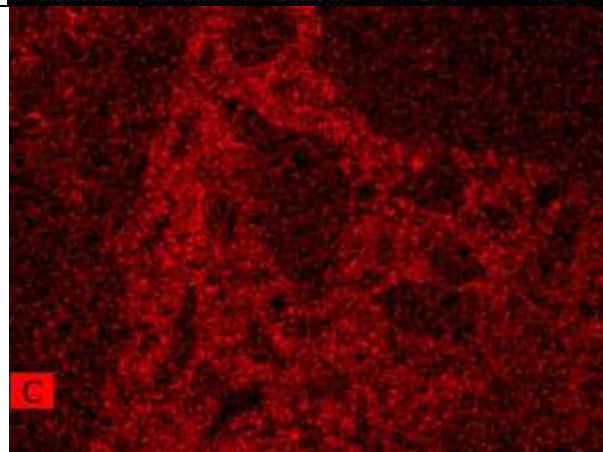
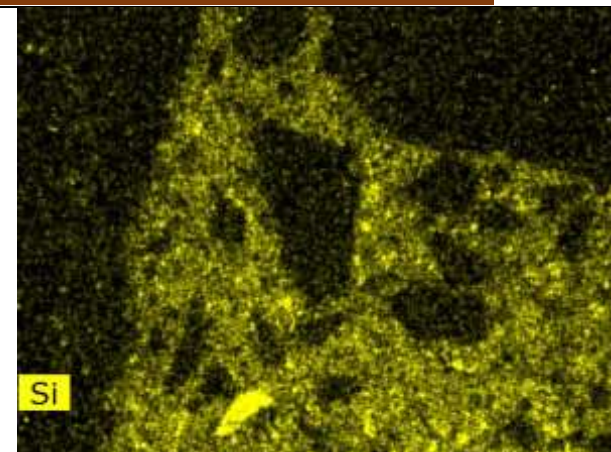
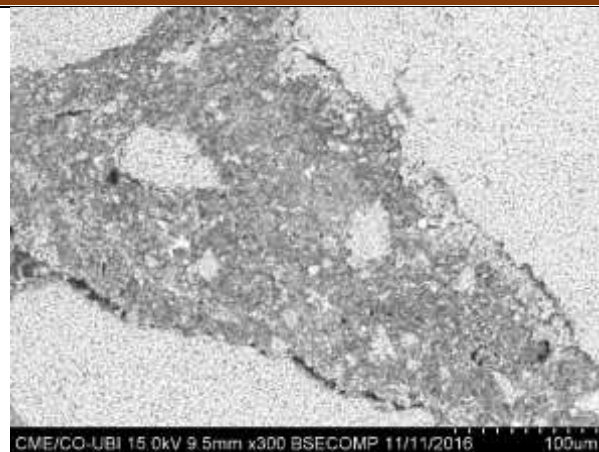
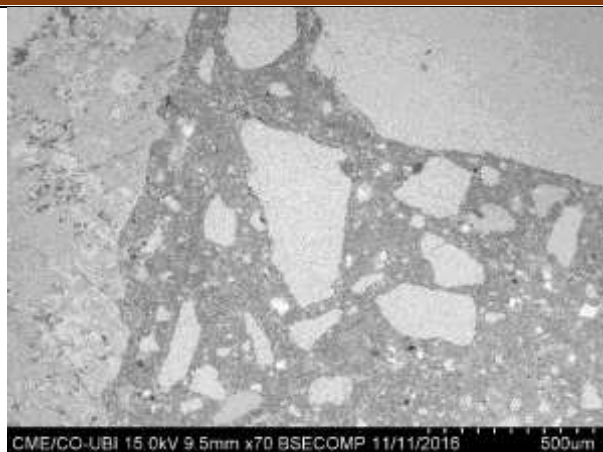
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.32	0.45	0.48	Na₂O	0.61	0.44	0.10
Magnesium	1.03	1.45	1.44	MgO	2.40	1.71	0.16
Aluminium	1.32	1.73	1.55	Al₂O₃	3.26	2.32	0.17
Silicon	11.10	15.58	13.42	SiO₂	33.32	23.76	0.97
Phosphorus	0.14	0.20	0.15	P₂O₃	1.70	1.21	0.09
Sulfur	0.48	0.68	0.51	SO₃	1.70	1.21	0.09
Potassium	0.27	0.38	0.32	K₂O	0.45	0.32	0.07
Calcium	27.08	37.99	22.94	CaO	53.16	37.90	1.66
Iron	2.37	3.32	1.44	Fe₂O₃	4.74	3.38	0.21
Oxygen	27.25	38.23	57.83		0.00	0.00	6.12
Total	71.29	100.00	100.00				

Figure IX. 27 : Images MEB correspondant à béton G3 a 550 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G3



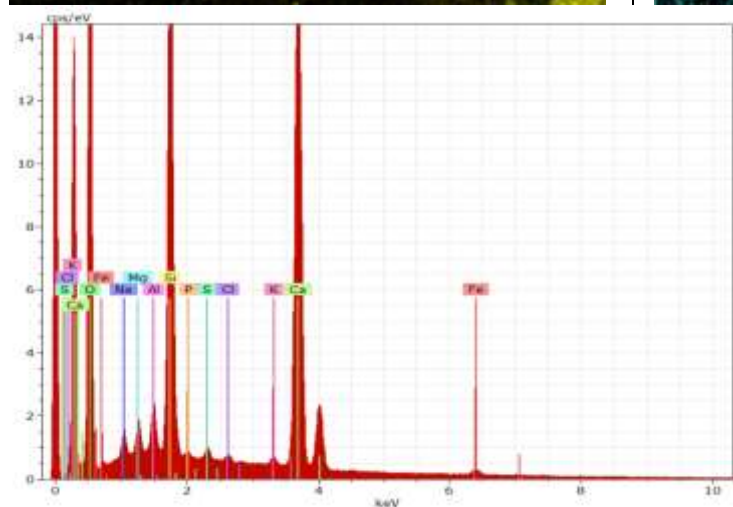
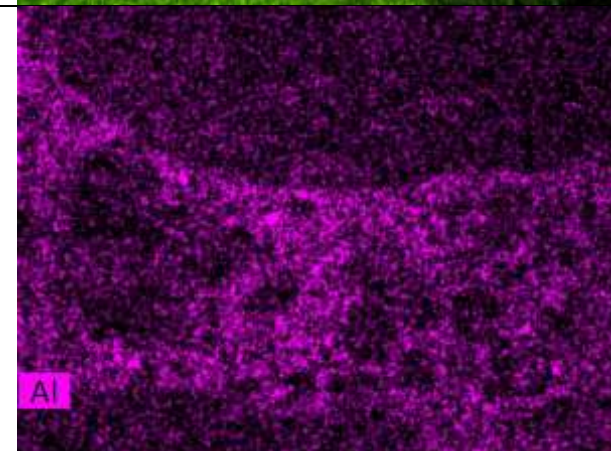
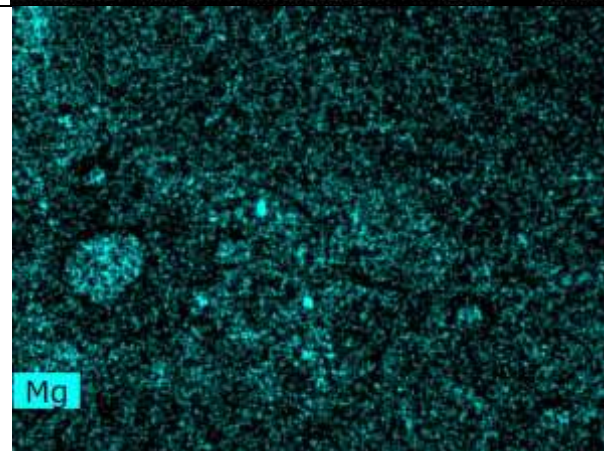
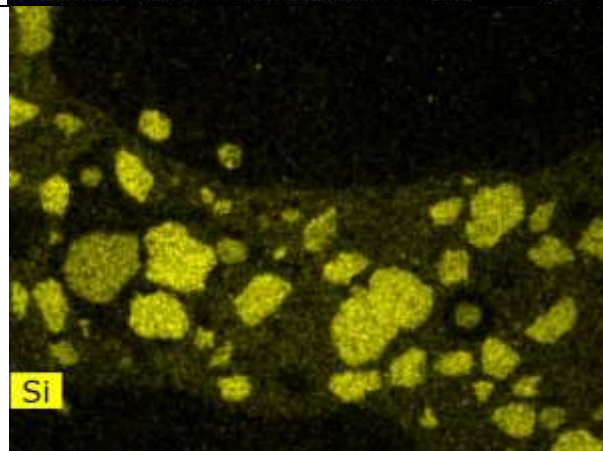
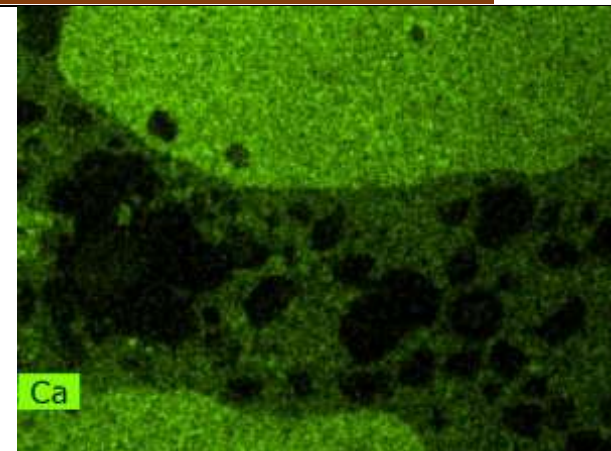
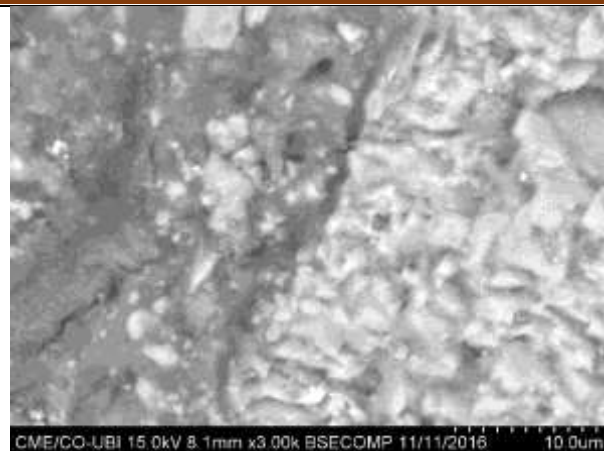
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.36	1.84	2.08	Na₂O	2.49	1.83	0.22
Magnesium	0.97	1.32	1.41	MgO	2.19	1.61	0.16
Aluminium	1.04	1.41	1.36	Al₂O₃	2.66	1.96	0.15
Silicon	4.41	5.99	5.55	SiO₂	12.82	9.44	0.42
Phosphorus	0.10	0.13	0.11	P₂O₃	0.23	0.17	0.06
Sulfur	0.31	0.42	0.34	SO₃	1.05	0.77	0.07
Chlorine	0.81	1.09	0.80		1.09	0.81	0.11
Potassium	0.43	0.58	0.39	K₂O	0.70	0.52	0.08
Calcium	39.53	53.69	34.82	CaO	75.12	55.31	2.40
Iron	0.85	1.15	0.54	Fe₂O₃	1.65	1.21	0.11
Oxygen	23.83	32.37	52.60		0.00	0.00	5.25
Total	73.63	100.00	100.00				

Figure IX. 28 : Images MEB correspondant à béton G4 a 550 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G4



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.35	0.49	0.55	Na₂O	0.66	0.47	0.10
Magnesium	2.82	3.89	4.23	MgO	6.60	4.67	0.35
Aluminium	1.16	1.64	1.57	Al₂O₃	3.09	2.19	0.16
Silicon	3.27	5.25	4.83	SiO₂	11.23	795	0.36
Phosphorus	0.05	0.06	0.05	P₂O₃	0.12	0.08	0.06
Sulfur	0.28	0.40	0.32	SO₃	0.99	0.70	0.04
Calcium	37.74	53.30	34.35	CaO	74.58	52.80	2.29
Iron	1.04	1.47	068	Fe₂O₃	2.10	1.48	0.12
Poatssium	0.28	0.39	0.26	K₂O	0.47	0.33	0.07
Chlorine	0.12	0.16	0.12		0.12	0.16	0.06
Oxygen	23.27	32.86	53.05		00	00	00
Total	70.80	100	100				

Figure IX. 29 : Images MEB correspondant à béton G5 a 550 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G5



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	2.60	3.33	3.27	Na₂O	4.48	3.50	0.37
Magnesium	0.60	0.77	0.72	MgO	1.28	1.00	0.12
Aluminium	1.19	1.52	1.28	Al₂O₃	2.88	2.25	0.16
Silicon	19.49	24.95	20.08	SiO₂	53.38	41.70	1.67
Phosphorus	0.11	0.14	0.10	0.39	0.25	0.20	0.06
Sulfur	0.36	0.46	0.33	SO₃	1.16	0.90	0.08
Chlorine	2.15	2.75	1.75		2.75	2.15	0.20
Poatssium	0.91	1.16	0.67	K₂O	1.40	1.09	0.11
Calcium	16.93	21.67	12.22	CaO	30.32	23.68	1.06
Iron	1.15	1.47	0.5	Fe₂O₃	2.10	1.64	0.13
Oxygen	32.63	41.77	59.00		0.00	0.00	7.15
Total	78.11	100.00	100.00				

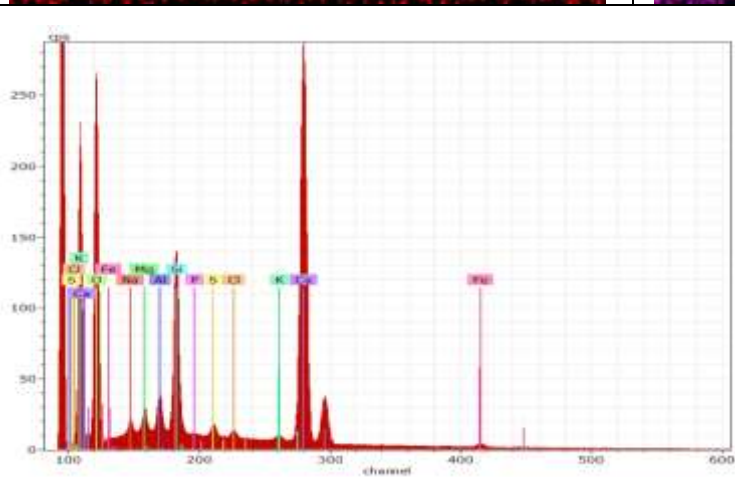
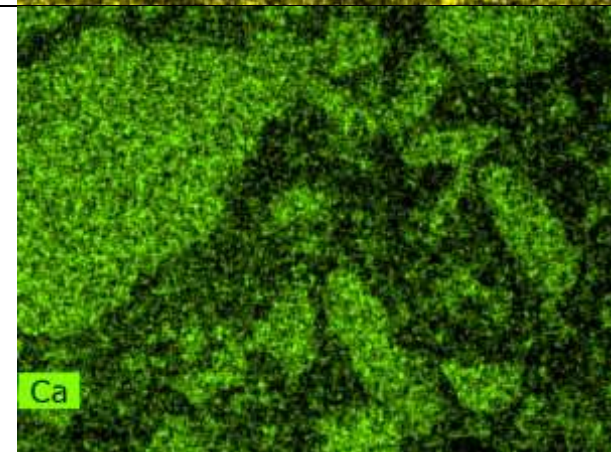
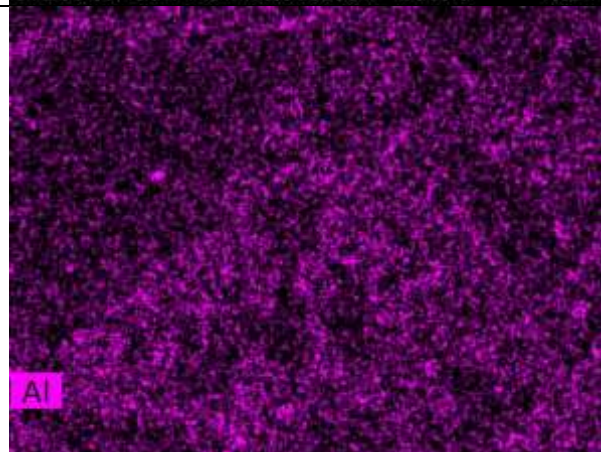
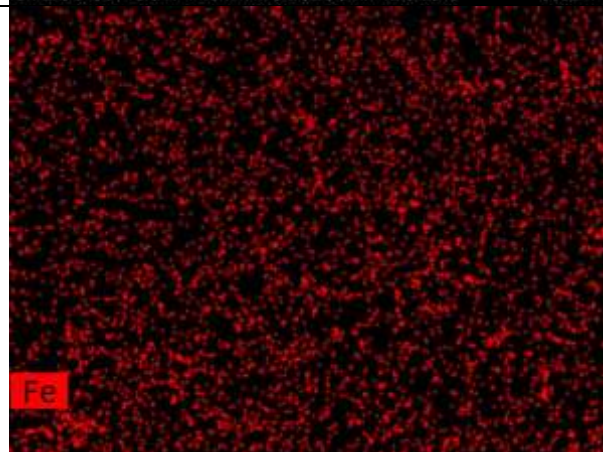
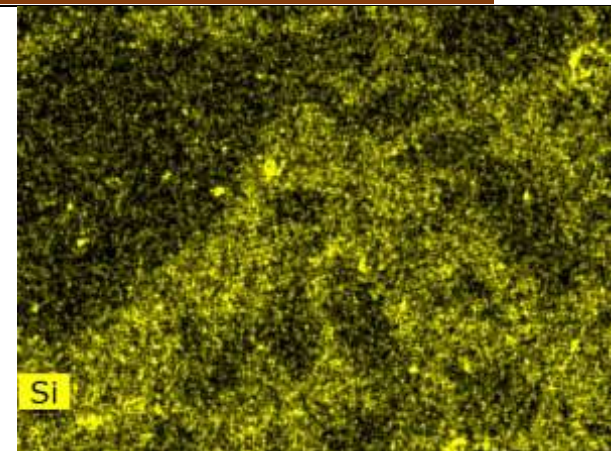
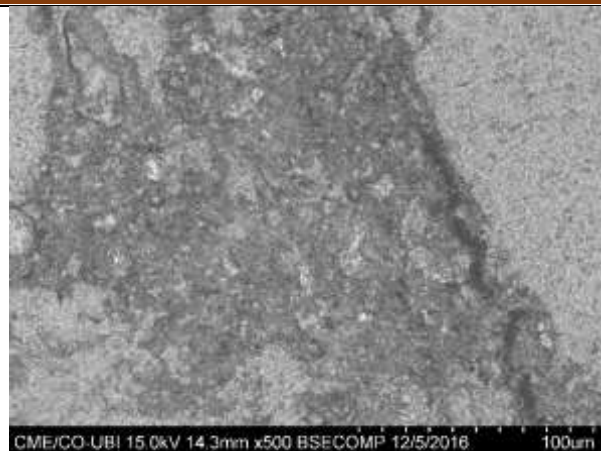
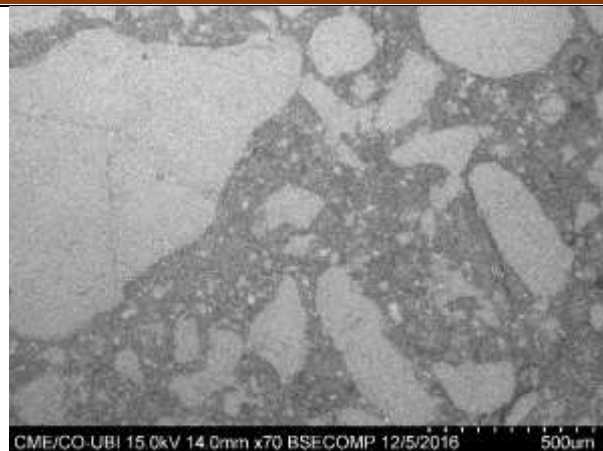
L'observation microscopique au MEB des bétons soumis à un cycle de chauffage de 650°C montre que les fissures sont plus nombreuses que celle exposé à une température de 550°C.

L'apparition des fissures dans la pâte de ciment, comme pour les bétons G2 et G4, peut s'expliquer par la deuxième phase de la décomposition du gel C-S-H.

Des fissures apparaissent autour des granulats siliceux G5 ; ces fissurations provoqué par le changement de phase d'une phase α à une phase β s'accompagne par une augmentation du volume de 1 à 5,7% [Baza 1996][Khou 2007], cette augmentation peut atteindre jusqu'à 8% selon Géraud [Géra 1992]. Ce type de bétons (G5) présente une fissure de 5.66 μm d'ouverture.

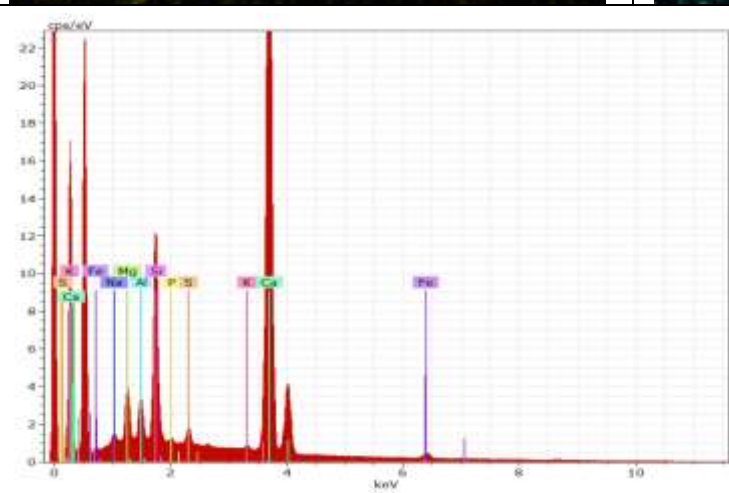
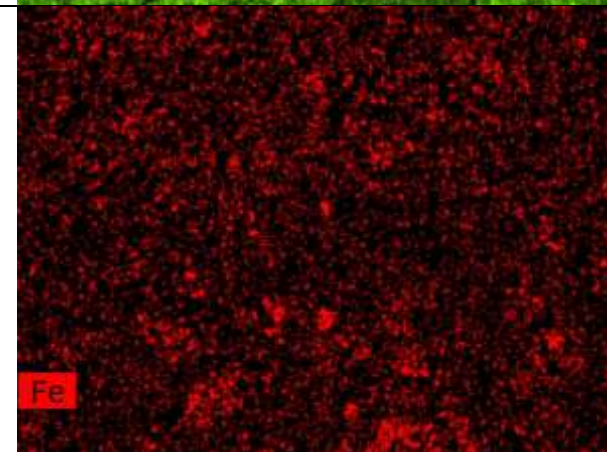
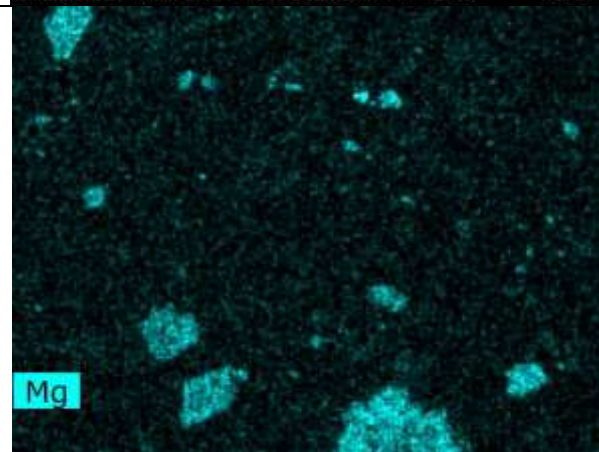
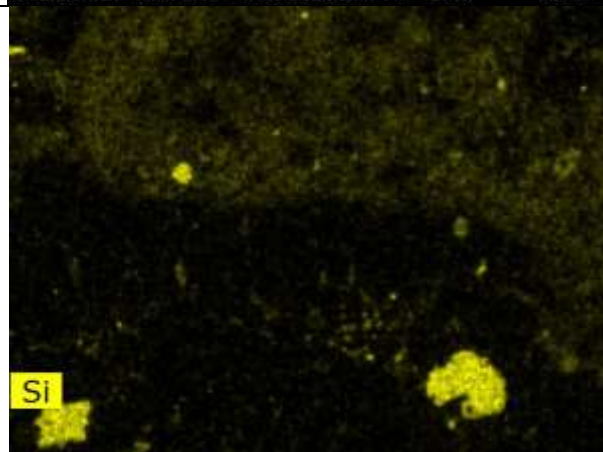
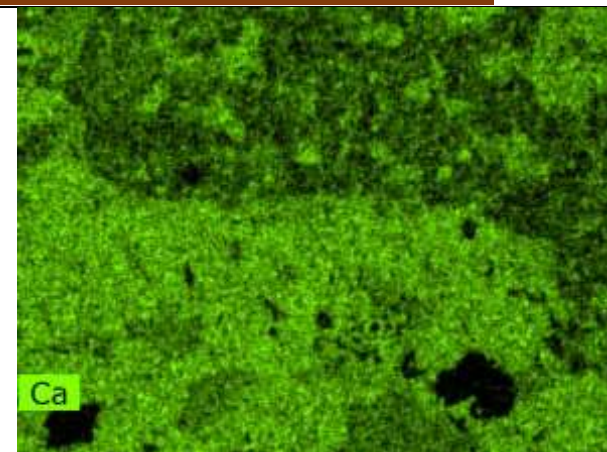
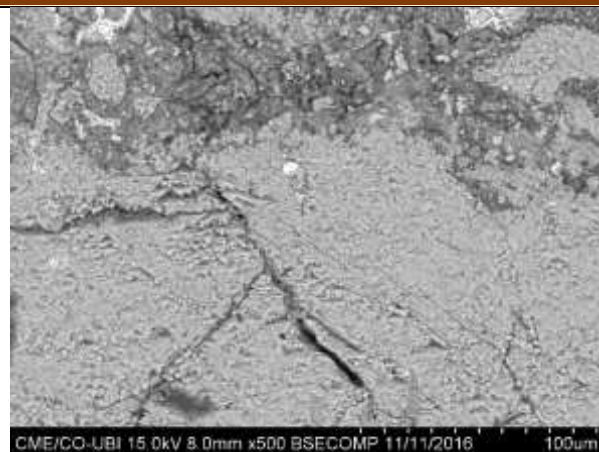
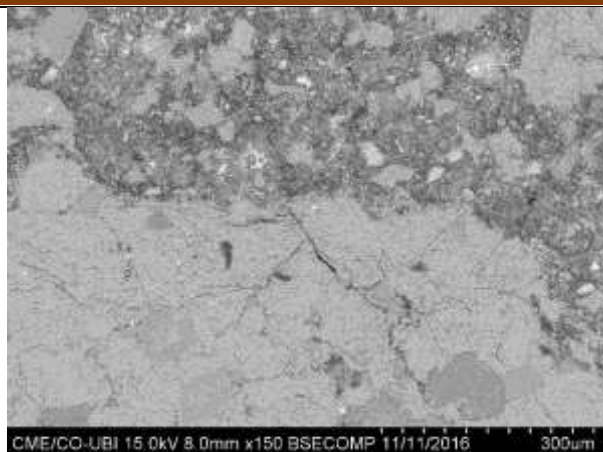
D'après l'analyse des images MEB, on aperçoit que la porosité provoquée par la température ne prévient pas seulement de fissures, mais aussi d'une dégradation de la matrice cimentaire elle-même.

Figure IX. 30 : Images MEB correspondant à béton G1 a 650 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G1



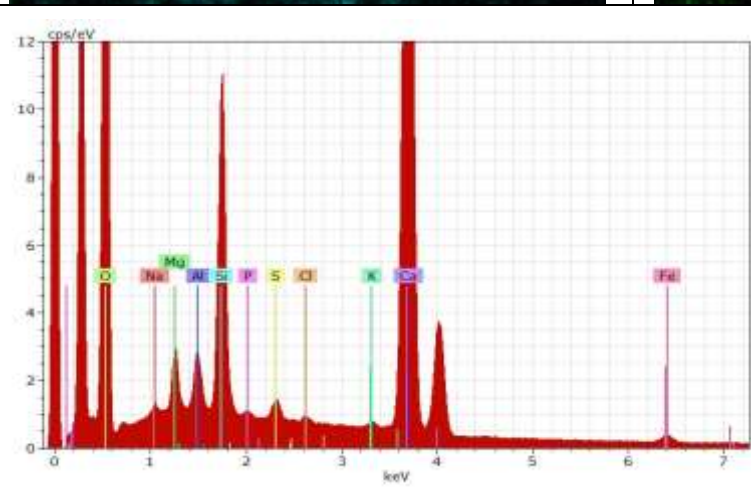
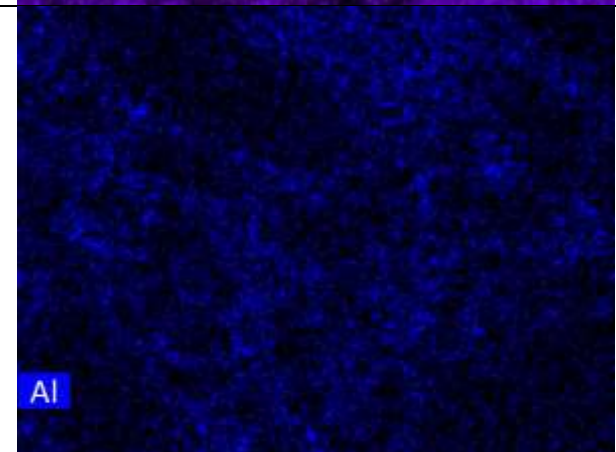
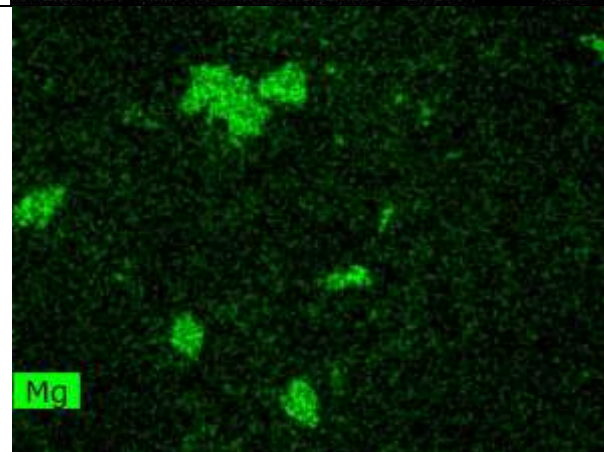
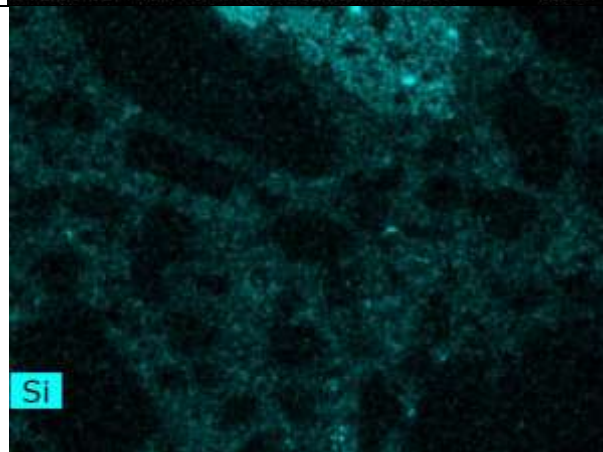
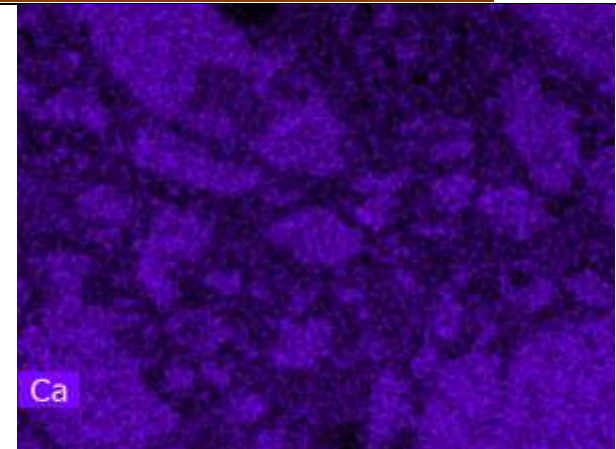
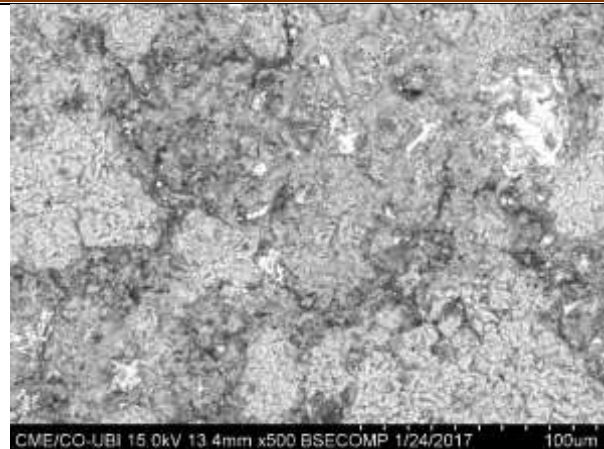
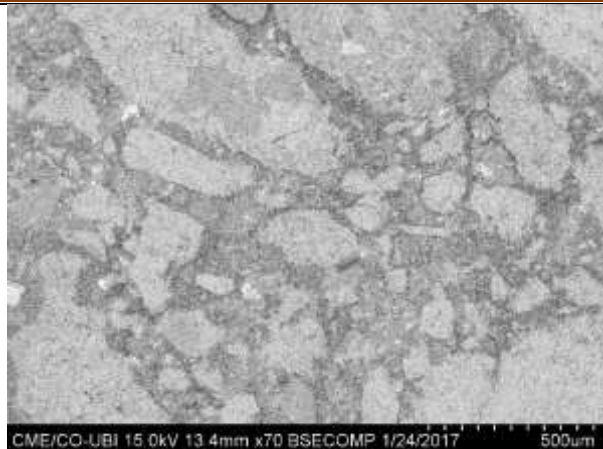
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.05	1.39	1.52	Na₂O	1.87	1.41	0.19
Magnesium	1.14	1.50	1.56	MgO	2.49	1.88	0.18
Aluminium	1.54	2.04	1.91	Al₂O₃	3.85	2.91	0.20
Silicon	6.75	8.94	8.03	SiO₂	19.12	14.44	0.61
Phosphorus	0.15	0.20	0.16	P₂O₃	0.35	0.27	0.07
Sulfur	0.59	0.78	0.61	SO₃	1.95	1.47	0.10
Chlorine	0.46	0.60	0.43		0.60	0.46	0.08
Potassium	0.45	0.60	0.38	K₂O	0.72	0.54	0.08
Calcium	35.98	47.65	30.00	CaO	66.67	50.43	2.19
Iron	1.25	1.66	0.75	Fe₂O₃	2.38	1.79	0.14
Oxygen	26.16	34.65	54.64		0.00	0.00	5.93
Total	75.51	100.00	100.00				

Figure IX. 31 : Images MEB correspondant à béton G2 a 650 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G2



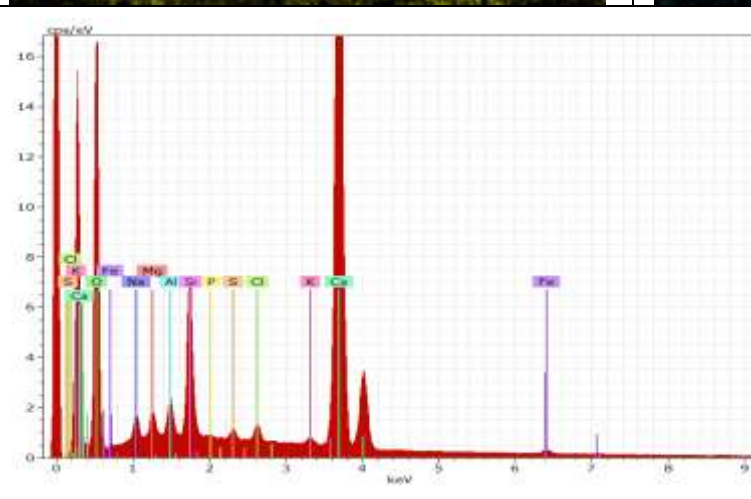
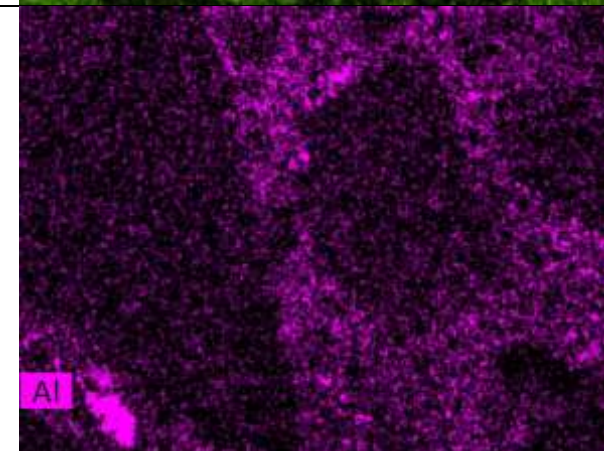
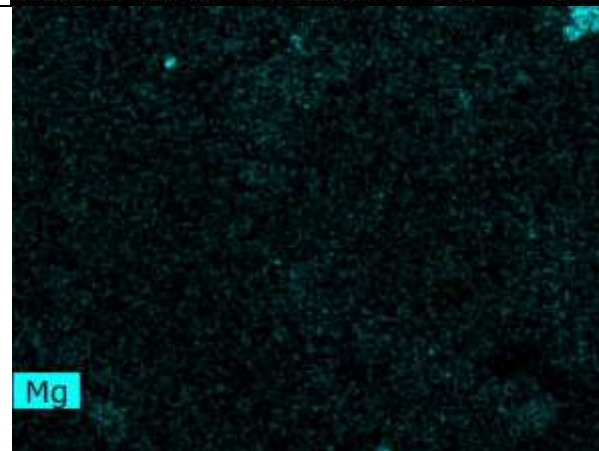
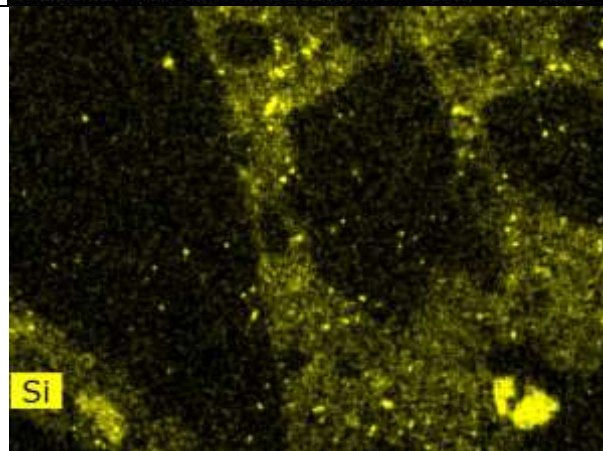
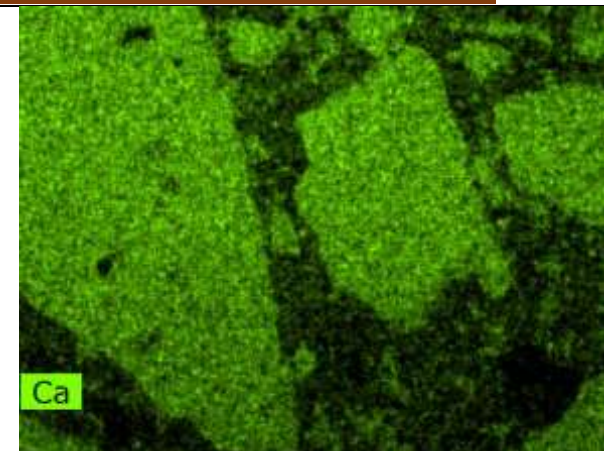
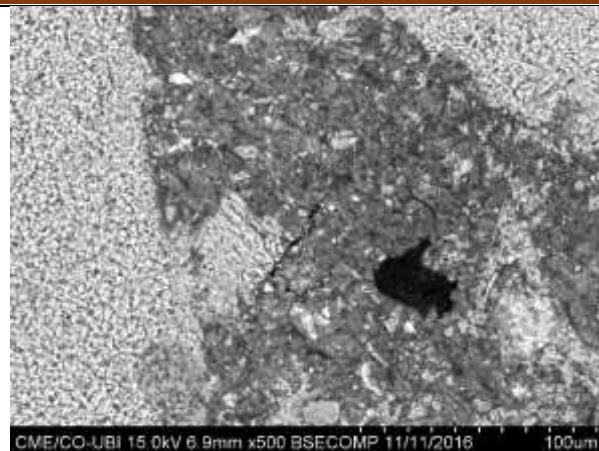
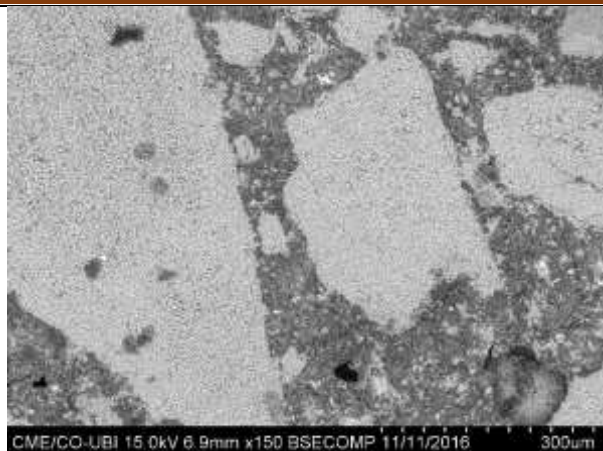
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.60	0.81	0.90	Na₂O	1.10	0.81	0.13
Magnesium	1.72	2.33	2.45	MgO	3.87	2.86	0.23
Aluminium	1.29	1.75	1.65	Al₂O₃	3.31	2.44	0.17
Silicon	5.63	7.61	6.90	SiO₂	16.28	12.04	0.52
Phosphorus	0.16	0.22	0.18	P₂O₃	0.39	0.29	0.06
Sulfur	0.53	0.72	0.57	SO₃	1.79	1.32	0.09
Poatssium	0.22	0.29	0.19	K₂O	0.35	0.26	0.07
Calcium	37.00	50.07	31.81	CaO	70.05	51.78	2.25
Iron	1.48	2.00	0.91	Fe₂O₃	2.86	2.11	0.15
Oxygen	25.27	34.20	54.43		0.00	0.00	5.58
Total	73.91	100.00	100.00				
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%

Figure IX. 32 : Images MEB correspondant à béton G3 a 650 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G3



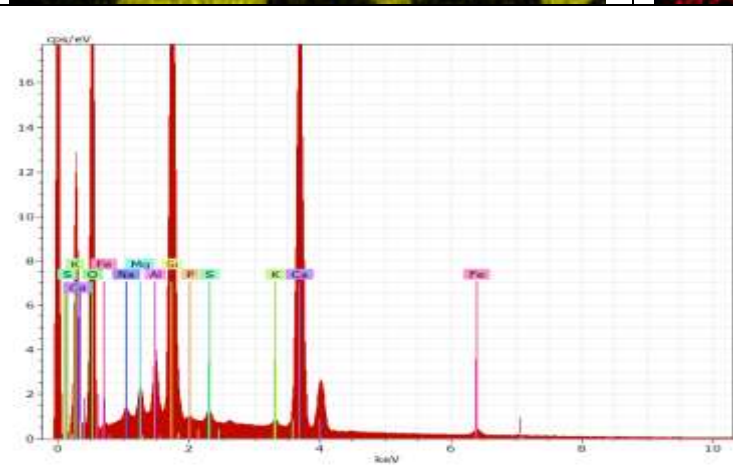
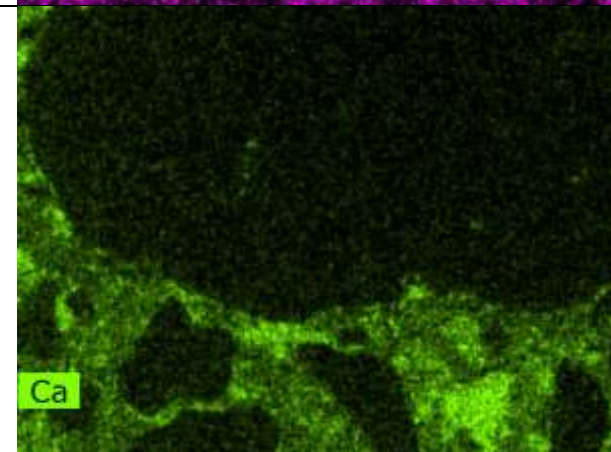
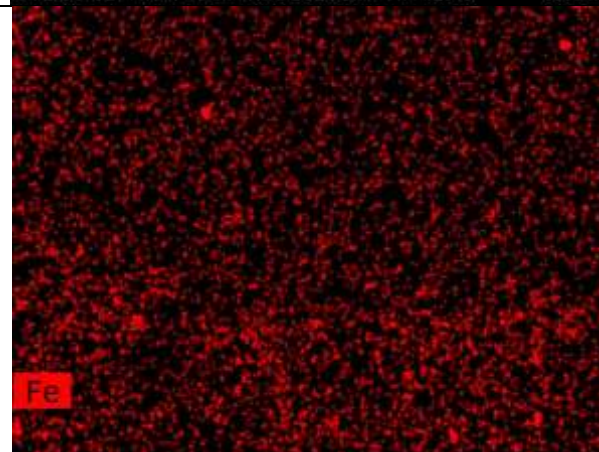
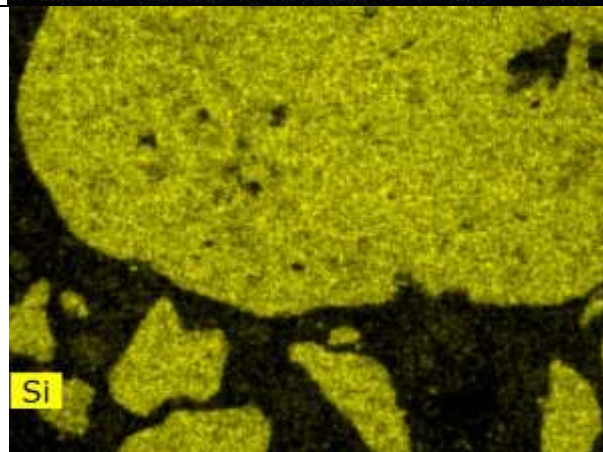
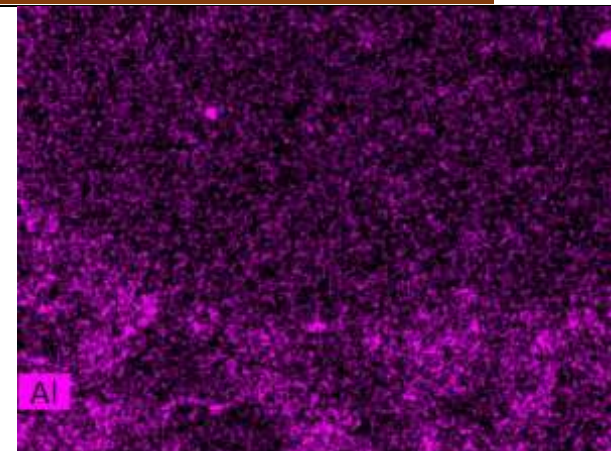
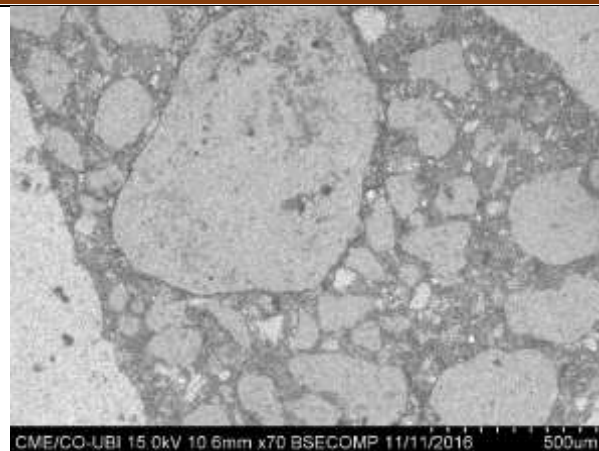
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.54	0.72	0.80	Na₂O	0.96	0.37	0.21
Magnesium	1.36	1.78	1.88	MgO	2.96	2.25	0.20
Aluminium	1.13	1.48	1.41	Al₂O₃	2.80	2.13	0.16
Silicon	5.71	7.50	6.85	SiO₂	16.05	12.21	0.53
Phosphorus	0.16	0.21	0.17	P₂O₃	0.37	0.28	0.06
Sulfur	0.44	0.58	0.47	SO₃	1.45	1.10	0.08
Chlorine	0.20	0.26	0.19		0.26	0.20	0.07
Potassium	0.25	0.33	0.22	K₂O	0.40	0.30	0.07
Calcium	39.47	51.91	33.23	CaO	72.63	55.23	2.40
Iron	1.13	1.48	0.68	Fe₂O₃	2.12	1.61	0.13
Oxygen	25.66	33.75	54.11		0.00	0.00	5.64
Total	76.04	100.00	100.00				

Figure IX. 33 : Images MEB correspondant à béton G4 a 650 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G4



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.05	1.49	1.70	Na₂O	2.00	1.42	0.19
Magnesium	0.73	1.03	1.11	MgO	1.70	1.20	0.13
Aluminium	0.90	1.27	1.23	Al₂O₃	2.40	1.70	0.14
Silicon	3.81	5.39	5.03	SiO₂	11.52	8.15	0.37
Phosphorus	0.05	0.08	0.07	P₂O₃	0.14	0.10	0.06
Sulfur	0.26	0.37	0.31	SO₃	0.93	0.66	0.07
Calcium	39.58	55.93	36.61	CaO	78.26	55.37	2.40
Iron	0.85	1.20	0.56	Fe₂O₃	1.72	1.21	0.11
Potassium	0.36	0.51	0.34	K₂O	0.62	0.44	0.08
Chlorine	0.51	0.72	0.53		0.72	0.51	0.09
Oxygen	22.66	32.02	52.51		00	00	00
Total	70.76	100	100				

Figure IX. 34 : Images MEB correspondant à béton G5 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G5



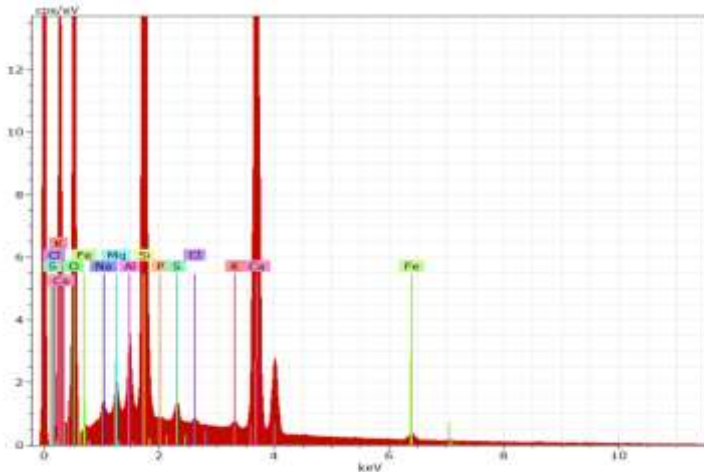
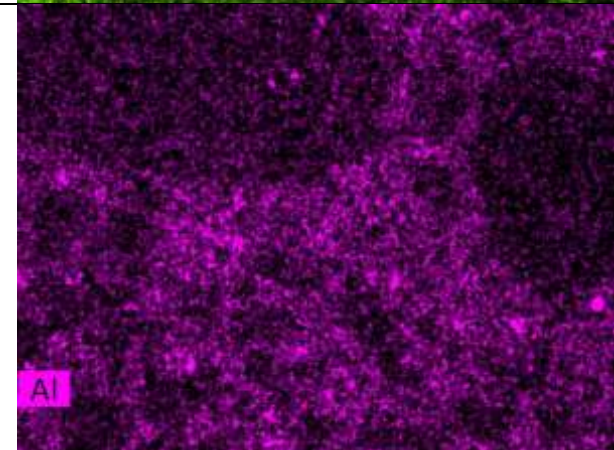
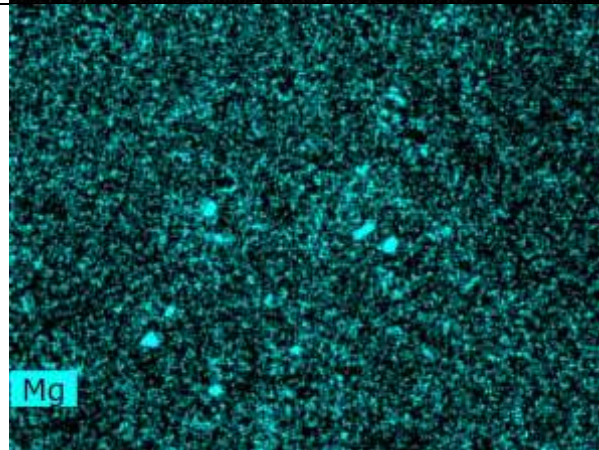
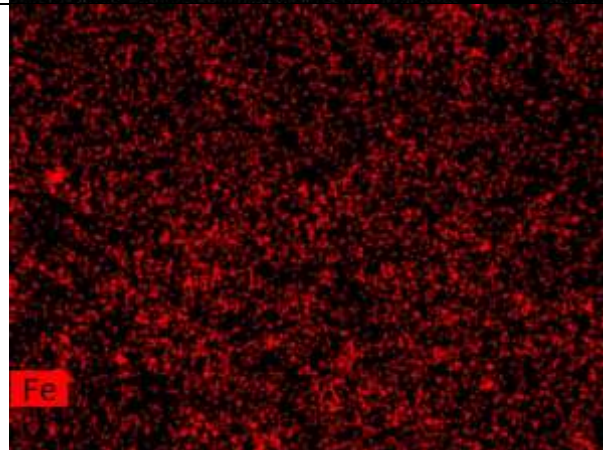
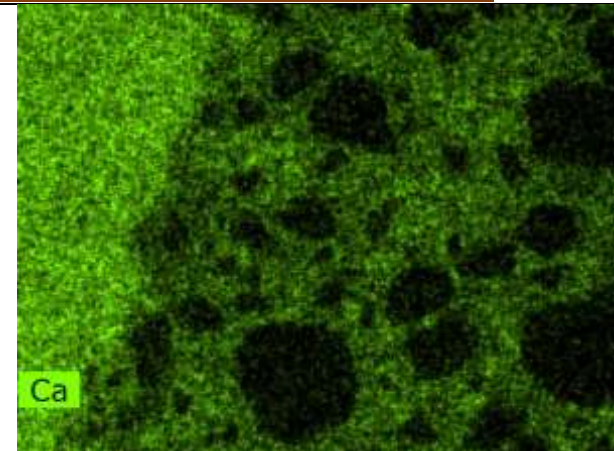
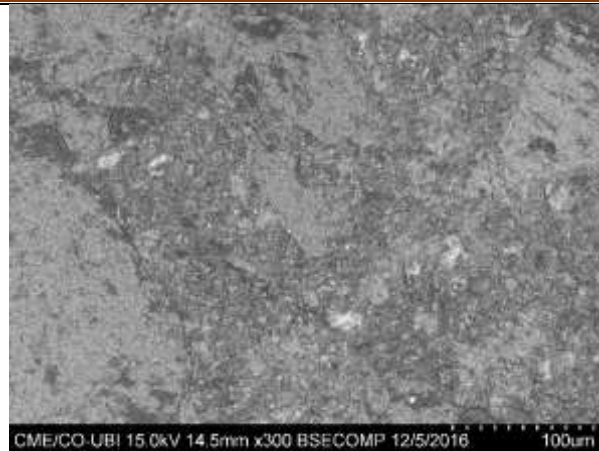
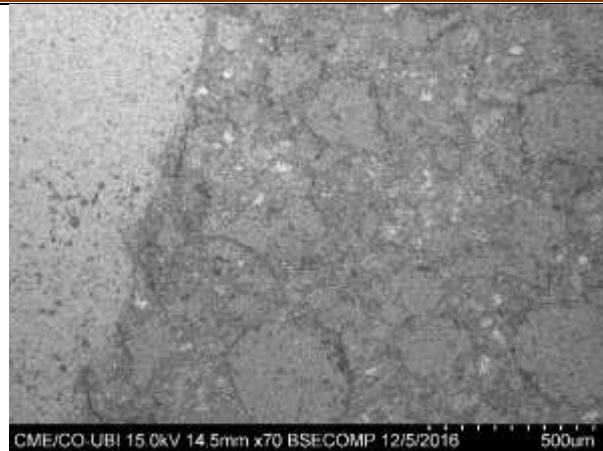
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.60	0.68	0.62	Na₂O	0.92	0.81	0.13
Magnesium	0.39	0.44	0.38	MgO	0.73	0.64	0.09
Aluminium	0.83	0.95	0.74	Al₂O₃	1.79	1.57	0.13
Silicon	33.39	38.15	28.43	SiO₂	81.61	71.43	2.82
Phosphorus	0.10	0.11	0.08	0.39	0.20	0.17	0.06
Sulfur	0.19	0.22	0.14	SO₃	0.55	0.48	0.07
Chlorine	0.31	0.36	0.21		0.36	0.31	0.07
Potassium	0.32	0.37	0.20	K₂O	0.44	0.39	0.07
Calcium	7.80	8.91	4.65	CaO	12.47	10.91	0.52
Iron	0.57	0.65	0.24	Fe₂O₃	0.93	0.81	0.09
Oxygen	43.03	49.16	64.31		0.00	0.00	9.28

L'observation au MEB met bien en évidence la dégradation presque totale de la structure interne des bétons après l'exposition à une température de 800°C.

Les bétons avec des granulats calcaires présentant des fissurations plus nombreuses et plus ouvertes, principalement situées dans les granulats, ces fissurations dues à la décarbonatation de la calcite d'une part ; et d'autre part, la réhydratation de la chaux libre (CaO) par l'humidité ambiante qui s'accompagne d'un gonflement important provoque la décohérence des granulats avec la pâte et de la fissuration entre les granulats et la pâte de ciment observées.

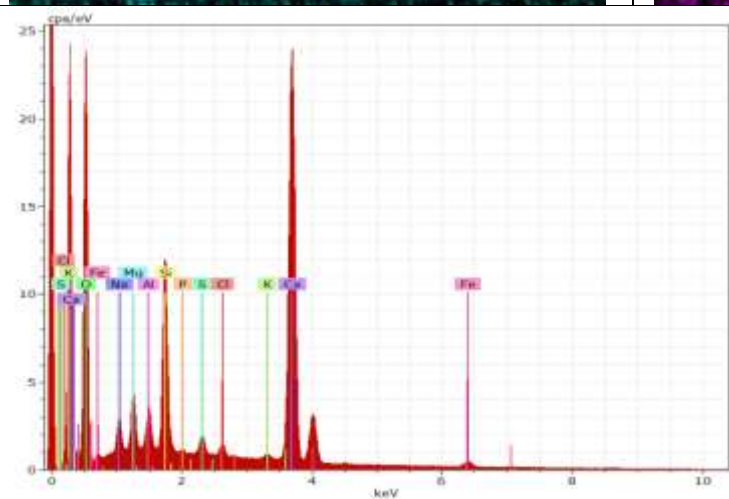
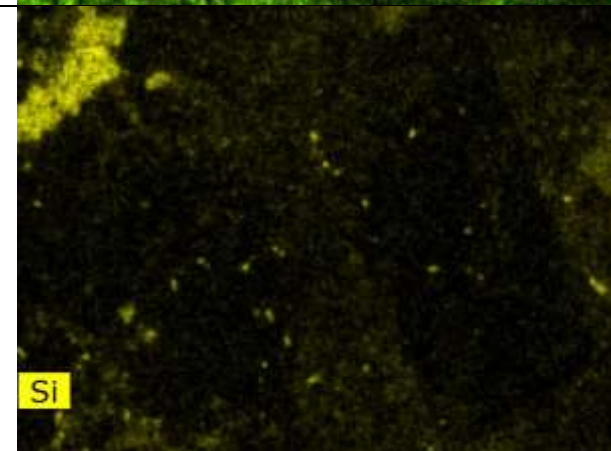
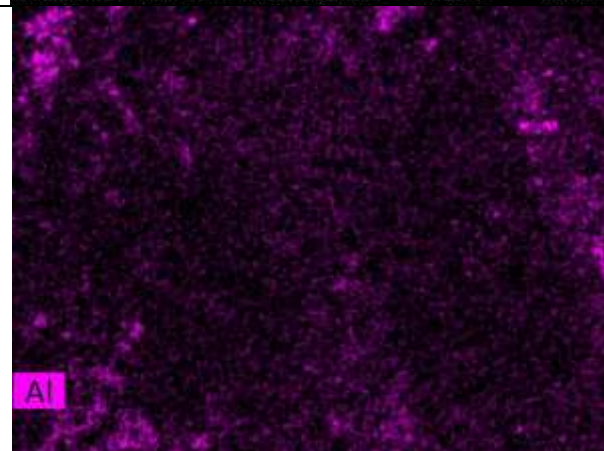
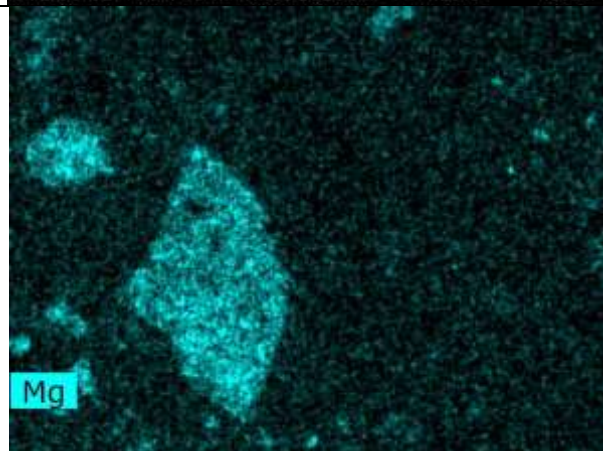
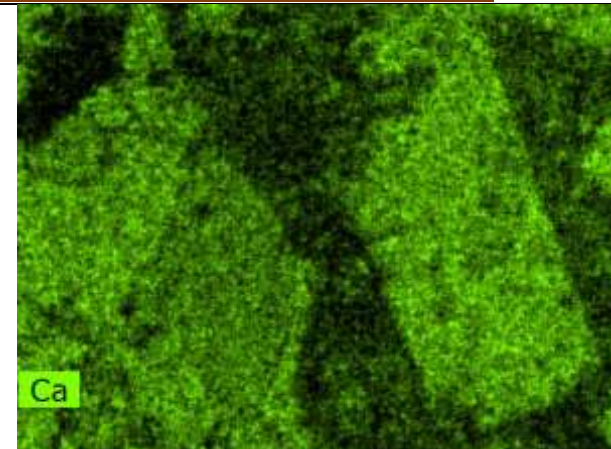
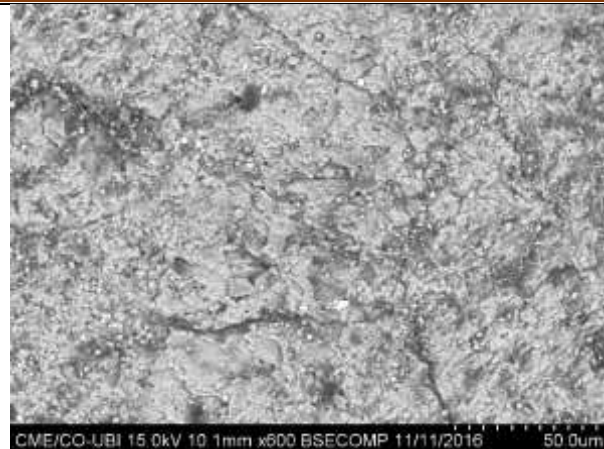
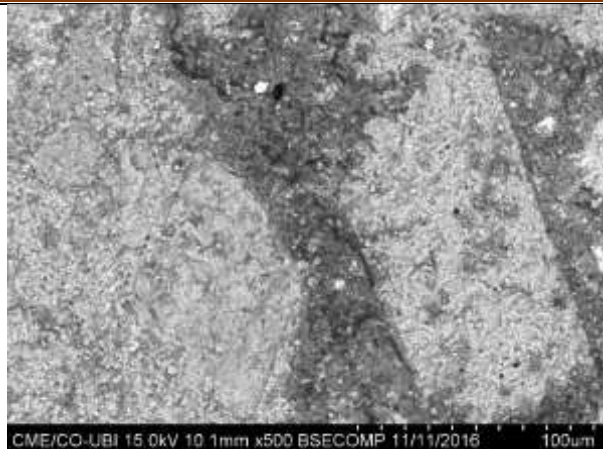
Les bétons avec des granulats siliceux présentant une importante fissuration aux niveaux du granulat dû au phénomène de clivage qui caractérise ces granulats. Ce type de fissures se propageant à partir de granulats dans la pâte.

Figure IX. 35 : Images MEB correspondant à béton G1 a 800 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G1
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G1



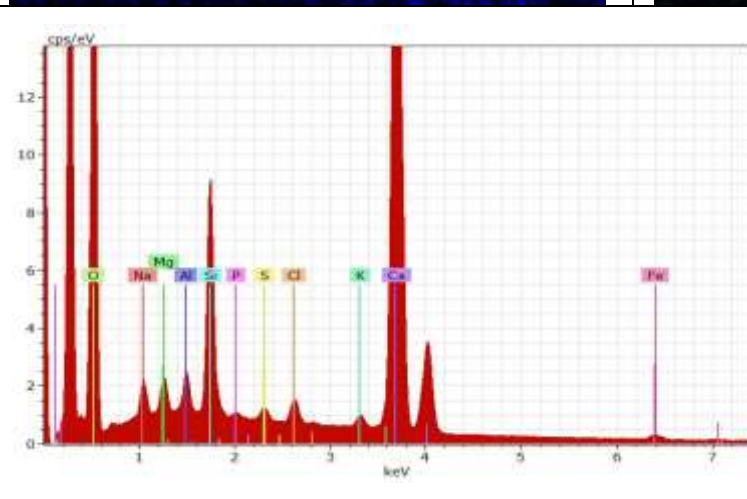
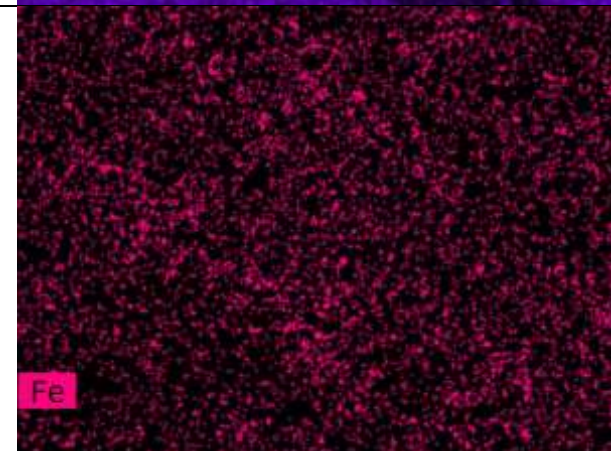
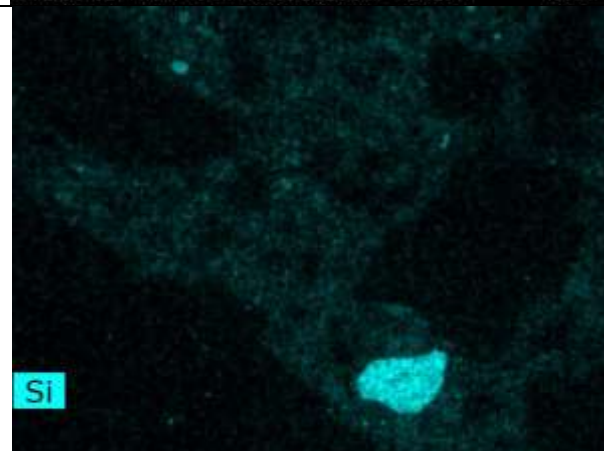
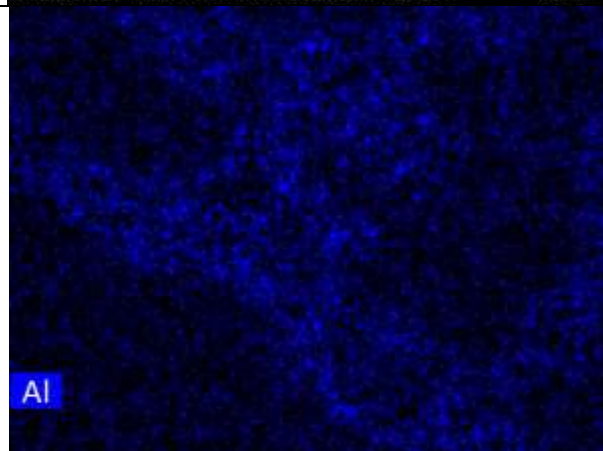
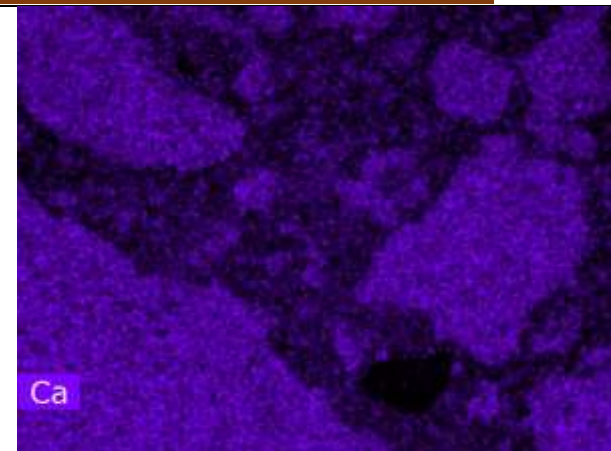
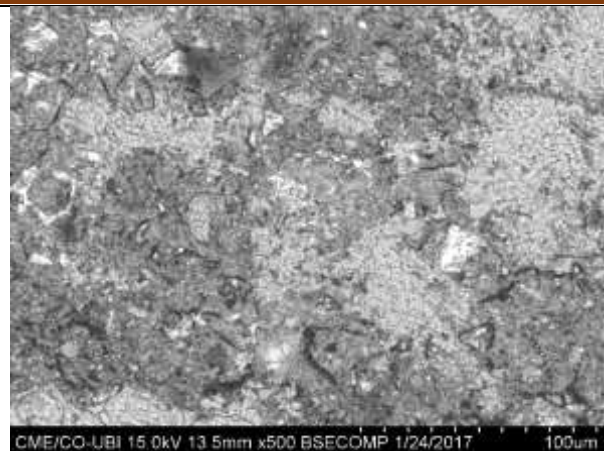
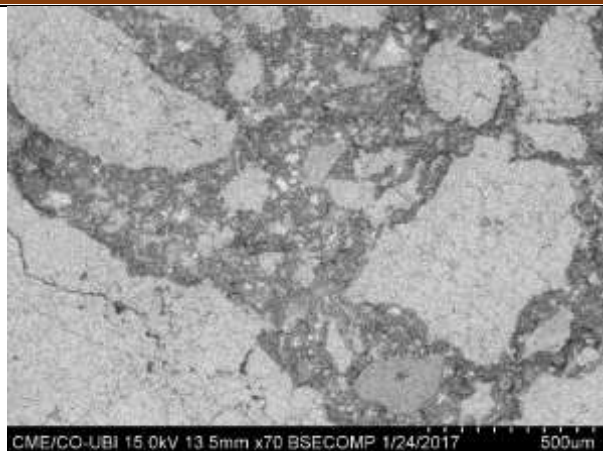
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.81	1.00	1.00	Na₂O	1.35	1.10	0.16
Magnesium	1.00	1.22	1.16	MgO	2.03	1.65	0.16
Aluminium	1.49	1.93	1.56	Al₂O₃	3.45	2.82	0.19
Silicon	18.23	22.37	18.32	SiO₂	47.85	38.99	1.57
Phosphorus	0.15	0.18	0.14	P₂O₃	0.33	0.27	0.07
Sulfur	0.40	0.49	0.35	SO₃	1.22	0.99	0.08
Chlorine	0.38	0.47	0.30		0.47	0.38	0.08
Potassium	0.48	0.59	0.35	K₂O	0.71	0.58	0.08
Calcium	23.79	29.20	16.76	CaO	40.85	33.29	1.47
Iron	1.00	1.23	0.50	Fe₂O₃	1.75	1.43	0.13
Oxygen	33.77	41.44	59.57		0.00	0.00	7.58
Total	81.49	100.00	100.00				

Figure IX. 36 : Images MEB correspondant à béton G2 a 800 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G2
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G2



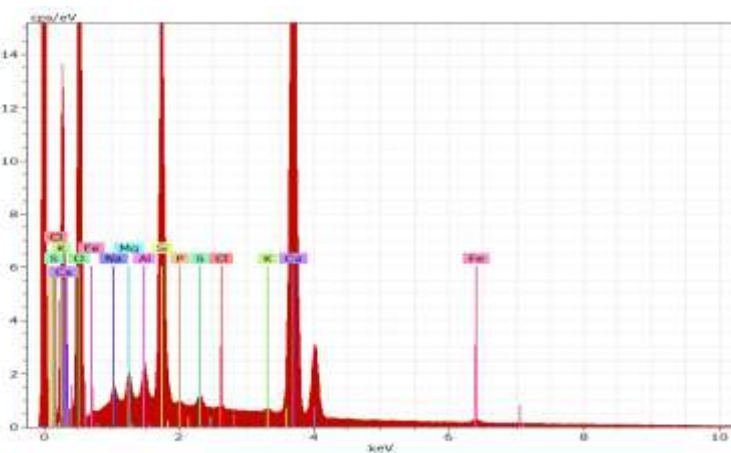
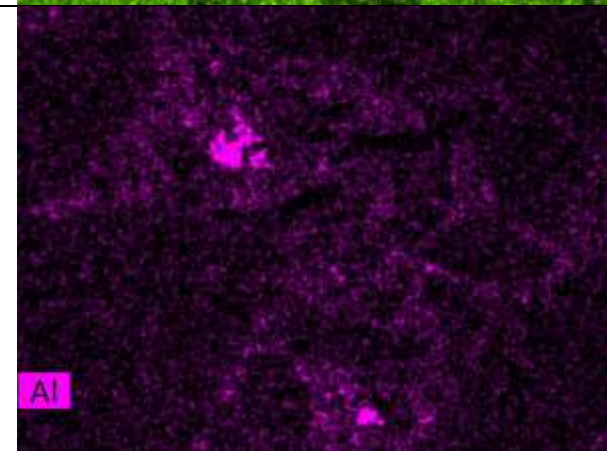
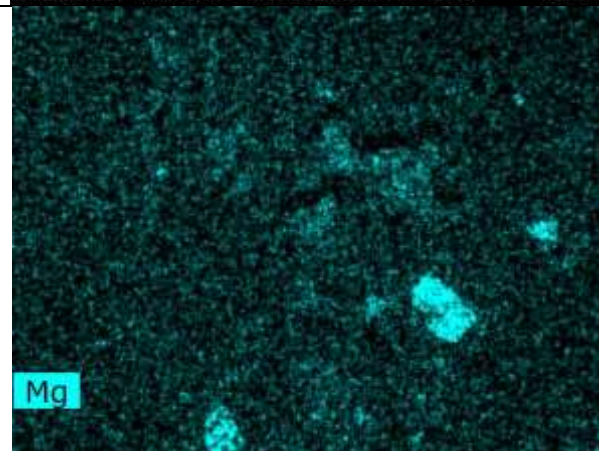
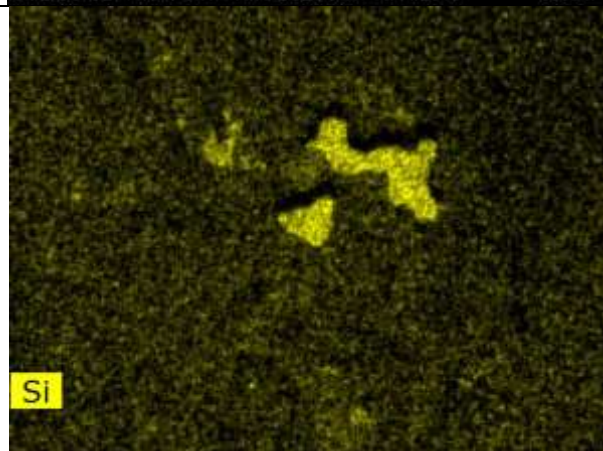
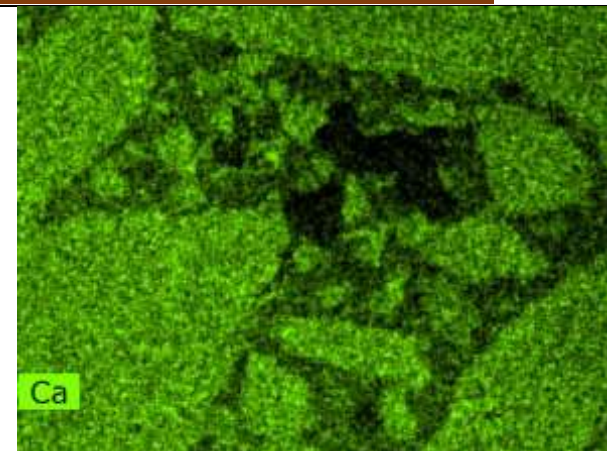
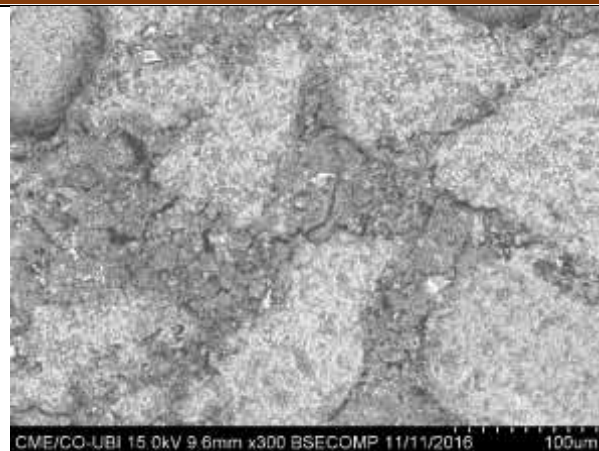
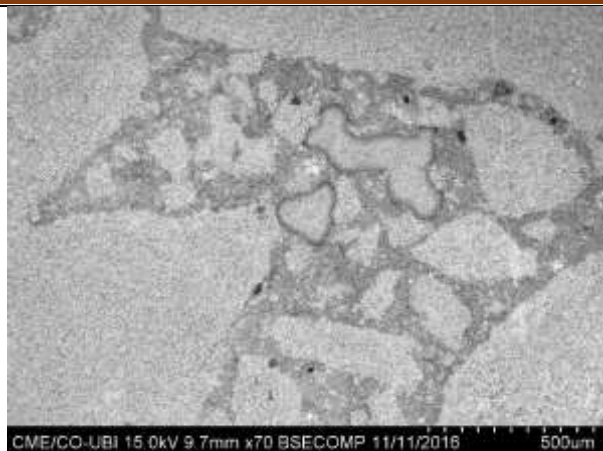
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.78	2.55	2.76	Na₂O	3.43	2.40	0.27
Magnesium	2.12	3.04	3.12	MgO	5.04	3.52	0.28
Aluminium	1.36	1.94	1.80	Al₂O₃	3.67	2.56	0.18
Silicon	5.90	8.44	7.50	SiO₂	18.05	12.61	0.54
Phosphorus	0.17	0.24	0.19	P₂O₃	0.42	0.29	0.06
Sulfur	0.73	1.04	0.81	SO₃	2.59	1.81	0.10
Chlorine	0.56	0.80	0.56		0.80	0.56	0.09
Potassium	0.40	0.57	0.36	K₂O	0.69	0.48	0.08
Calcium	30.86	44.16	27.52	CaO	61.79	2.47	0.16
Iron	1.72	2.47	1.10	Fe₂O₃	3.53	2.47	0.16
Oxygen	24.30	34.77	54.27		0.00	0.00	5.36
Total	69.88	100.00	100.00				

Figure IX. 37 : Images MEB correspondant à béton G3 a 400 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G3
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G3



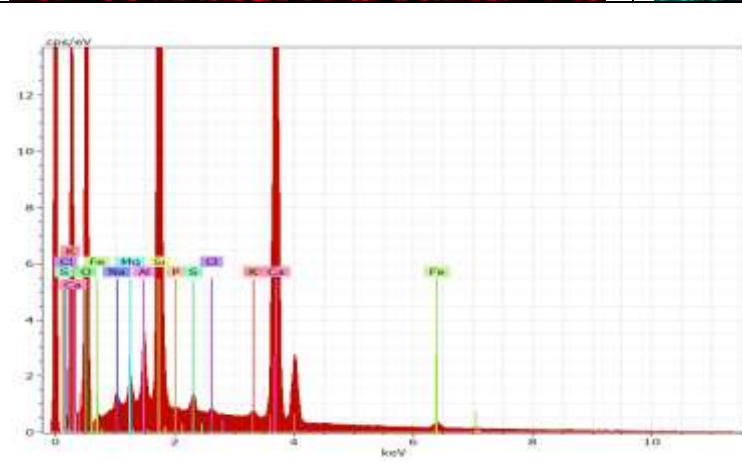
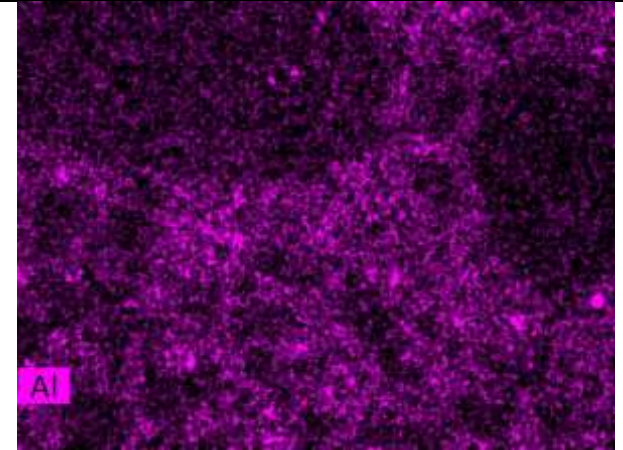
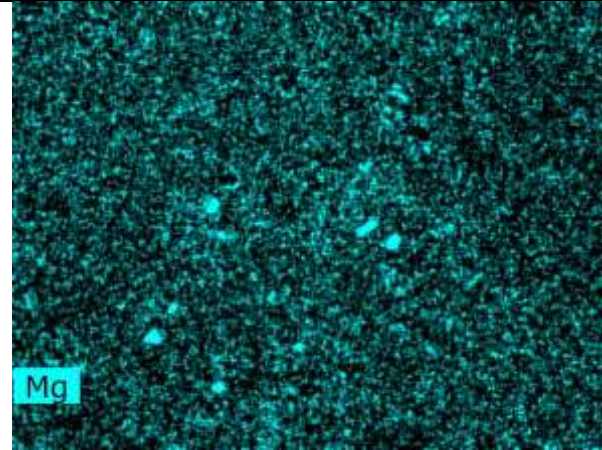
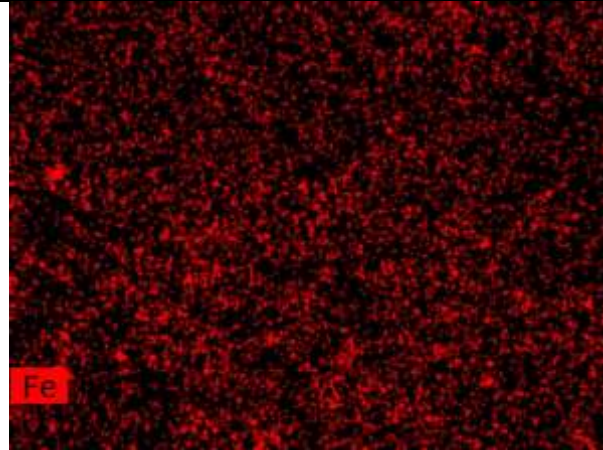
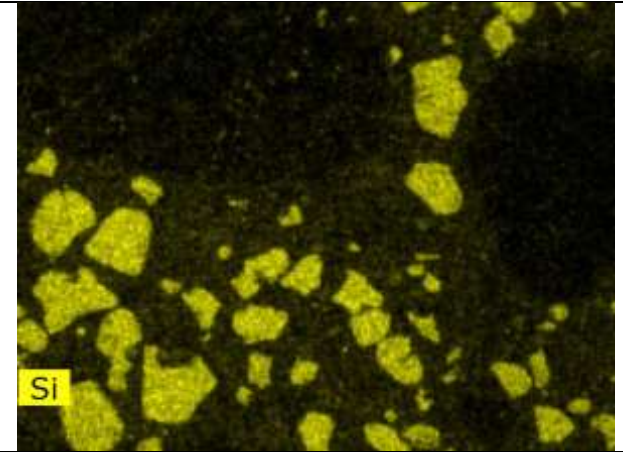
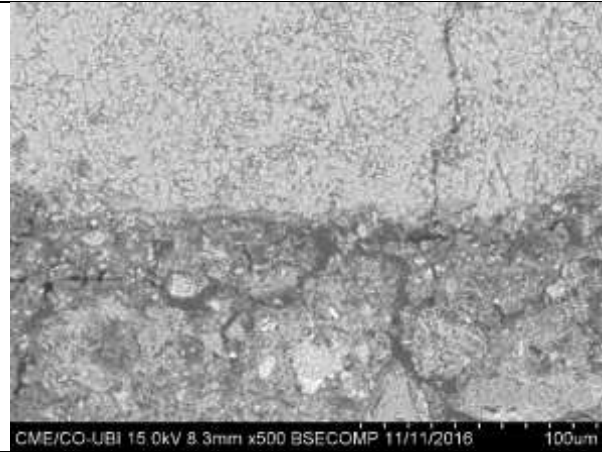
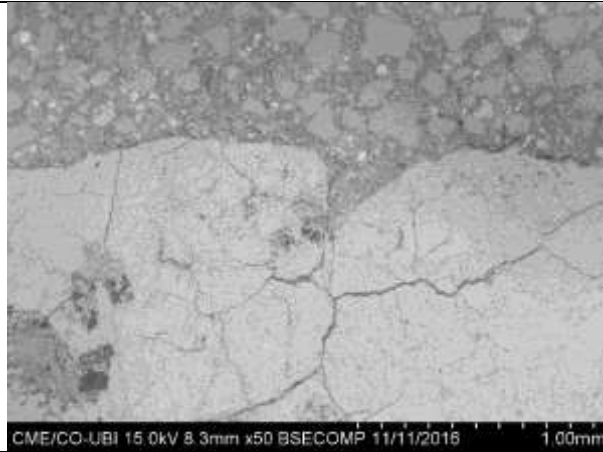
	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	1.31	1.83	2.06	Na₂O	2.46	1.76	0.22
Magnesium	0.94	1.31	1.39	MgO	2.17	1.55	0.15
Aluminium	0.91	1.27	1.22	Al₂O₃	2.39	9.98	0.44
Silicon	4.66	6.51	6.01	SiO₂	13.93	9.98	0.44
Phosphorus	0.14	0.20	0.16	P₂O₃	0.35	0.25	0.06
Sulfur	0.32	0.45	0.36	SO₃	1.12	0.81	0.08
Chlorine	0.63	0.97	0.64		0.87	0.63	0.09
Potassium	0.46	0.65	0.43	K₂O	0.78	0.56	0.08
Calcium	37.89	52.89	34.19	CaO	74.01	53.01	2.30
Iron	0.96	1.34	0.62	Fe₂O₃	1.91	1.37	0.12
Oxygen	23.42	32.69	52.93		0.00	0.00	5.17
Total	71.63	100.00	100.00				

Figure IX. 38 : Images MEB correspondant à béton G4 a 800 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G4
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G4



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.70	0.99	1.07	Na₂O	1.34	0.95	0.14
Magnesium	0.76	1.07	1.09	MgO	1.77	1.26	0.13
Aluminium	0.81	1.41	1.05	Al₂O₃	2.16	1.53	0.13
Silicon	9.10	12.85	11.33	SiO₂	27.48	19.47	0.81
Phosphorus	0.10	0.14	0.11	P₂O₃	0.24	0.17	0.06
Sulfur	0.29	0.41	0.32	SO₃	1.04	0.73	0.07
Calcium	32.44	45.78	28.29	CaO	64.06	45.39	1.98
Iron	0.70	0.99	0.44	Fe₂O₃	1.42	1.00	0.10
Potassium	0.21	0.30	0.19	K₂O	0.36	0.26	0.07
Chlorine	0.09	0.12	0.09		0.12	0.09	0.06
Oxygen	25.65	36.19	56.02		0.00	0.00	5.67
Total	70.85	100	100				

Figure IX. 39 : Images MEB correspondant à béton G5 a 800 °C
 Cartographies X montrent les répartitions de Si, Ca, Fe, Mg et Al dans le béton G5
 Identification EDS et spectres correspondant à béton G5



	Wt.%	Wt.%	At.%		Wt.%	Wt.%	Wt.%
Sodium	0.52	0.67	0.69	Na₂O	0.90	0.69	0.12
Magnesium	0.61	0.79	0.77	MgO	1.31	1.01	0.12
Aluminium	1.28	1.65	1.45	Al₂O₃	3.12	2.41	0.17
Silicon	14.43	18.68	15.77	SiO₂	39.95	30.87	1.25
Phosphorus	0.06	0.07	0.06	0.39	0.13	0.10	0.06
Sulfur	0.41	0.53	0.39	SO₃	1.33	1.03	0.08
Chlorine	0.12	0.16	0.11		0.16	0.12	0.06
Potassium	0.32	0.41	0.25	K₂O	0.50	0.38	0.07
Calcium	27.29	36.14	21.39	CaO	50.57	39.07	1.71
Iron	1.10	1.42	0.60	Fe₂O₃	2.03	1.57	0.13
Oxygen	30.50	39.48	58.52		0.00	0.00	6.71

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Vu les risques de l'endommagement par exposition thermique des structures en béton dans le monde, il est devenu primordial d'examiner l'impact de ce phénomène, d'où l'objectif de cette recherche qui a contribué de façon expérimentale et modélisatrice pour une meilleure compréhension du comportement des bétons soumis à des températures élevées. La présente étude s'intéresse au rôle et l'influence de la minéralogie, la morphologie et la géométrie des granulats sur l'endommagement thermique du béton.

Les bétons analysés sont confectionnés à partir de cinq types de granulats avec différents ; natures minéralogiques (silice, calcaire, et silico-calcaire), paramètres morphologiques et géométriques (8, 15, 20, et 25 mm de diamètre). Ces bétons sont soumis à quatre cycles de chauffage/refroidissement à 400°C, 550°C, 650°C, et 800°C avec une vitesse de montée de 1°C/min. afin de bien saisir le comportement de béton soumis à haute température plusieurs essais sont réalisés ; physiques (perte de masse et absorption capillaire), mécaniques (résistances à la compression et à la flexion) et chimiques (FX, EDS).

L'approche expérimentale adoptée dans ce travail de recherche se base sur plusieurs analyses à multi-échelles ; macroscopique, microscopique et mésoscopique, ensuite une approche modélisatrice utilisant le plan d'expérience est effectuée afin de mieux comprendre l'effet de la composition chimique, la géométrie et les paramètres morphologiques des granulats constituant le béton soumis à haute température.

D'après la première démarche expérimentale qui comporte l'étude l'influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement du béton soumis à la température, L'ensemble des données récoltées à partir de cette investigation ont permis d'émettre les conclusions suivantes ;

- Le comportement mécanique du béton à températures élevées est principalement lié à la nature minéralogique des agrégats utilisés ; les bétons confectionnés avec des granulats siliceux, ont un meilleur comportement mécanique jusqu'à 400°C. Néanmoins, au-delà de 400°C, la résistance à la compression diminue plus rapidement comparativement au béton avec des agrégats calcaire et silico-calcaire.
- Une excellente corrélation est obtenue entre la perte de masse du béton et celle des granulats cela confirme l'influence des granulats sur le comportement du béton sous haute température indiquant une relation proportionnelle.
- L'absorption capillaire est fortement influencée par les cycles chauffage – refroidissement qui provoque d'importance fissuration suite aux exposition cycliques

CONCLUSION GÉNÉRALE

provoquant l'évolution de la porosité et la tortuosité. Une augmentation remarquable du coefficient d'absorption capillaire avec l'augmentation de la température des cycles est observée jusqu'à une température des 650°C, au-delà, le comportement devient inversement proportionnel, cela est due à l'augmentation du diamètre des pores capillaire provoquant une diminution des forces d'absorption ; La grande valeur du coefficient d'absorption capillaire a été noté pour le béton silico-calcaire entre 400 et 650°C.

La seconde démarche est une étude statistique et modélisatrice, qui consiste à mettre en évidence l'effet de la composition chimique des agrégats sur le comportement mécanique, la perte de masse et le coefficient d'absorption de béton soumis à la température, on se basant sur la méthode de plan d'expérience (surface de réponse). Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Selon les résultats d'analyse des variances (ANOVA), la composition chimique des granulats présentée par le taux de CaO influe fortement sur les paramètres mécanique (résistance à la flexion et la compression), et la perte de masse de béton soumis à la température. Cependant, la composition chimique affecte légèrement le coefficient d'absorption ; le mélange avec (10% CaO + 90% SiO₂) donne la meilleure stabilité thermique jusqu'à 650 °C.
- Le plan d'expérience est un outil efficace pour modéliser les différents comportements ; la résistance mécanique (résistance à la compression et à la flexion), la perte de masse et le coefficient d'absorption des bétons soumis à la température.

Dans cette étude, l'effet des propriétés morphologiques (la convexité, le facteur d'aspect, la circularité, et le diamètre) des agrégats sur la résistance à la compression résiduelle et la perte de masse des bétons soumis à haute température a été réalisée suivant une approche statistique (plan d'expérience) à la lumière des résultats de cette partie les constatations suivantes pouvant être tiré ;

- Les trois paramètres morphologiques influencent différemment le comportement du béton à température élevée ; La circularité des granulats influe fortement sur la perte de masse et la résistance à la compression du béton soumises aux sollicitations thermiques, par contre un effet moins significatif est observé pour les deux autres paramètres morphologiques (la convexité, le facteur d'aspect). Les granulats avec une valeur égale à 0.973 de la convexité donnent la meilleure valeur de la résistance à la compression résiduelle des bétons soumis à haute température.

CONCLUSION GÉNÉRALE

- Les granulats avec une valeur égale à 1.43 du facteur d'aspect donnent la meilleure valeur de la résistance à la compression résiduelle des bétons soumis à haute température.
- Le diamètre des granulats influe directement sur la résistance mécanique à la compression, sous haute température une relation proportionnelle entre le diamètre des granulats et la résistance à la compression.
- La perte de masse présente une relation inversement proportionnelle avec le diamètre des granulats ce comportement continue jusqu' à 20 mm au-delà de cette valeur le comportement devient proportionnel.

Notre recherche est finalisée par des analyse a multi échelles (macroscopique, misoscopique, misoscopique) pour bien seriné les phénomènes et le comportement au saine de bétons sous les sollicitations thermiques.

L'observation à l'œil nu met en évidence des changements remarquable sur les granulats par rapport à l'état initial après chaque cycle de chauffage ;

- Jusqu'à 550°C tous les types de granulats reste intacts, au-delà de 650°C un changement de couleur pour les granulats calcaire et silico-calcaire. Pour les granulats siliceux nous avons remarqué des fissures radiales et perpendiculaires aux surfaces des granulats.
- A 800°C les granulats calcaires présentes des fissurations et une couleur blanchâtre ; ces changements sont expliqués par la décarbonatation des calcaires, la calcite (CaCO_3) se transformant sous haute température en chaux vive (CaO) et un départ de gaz CO_2 .

De même Pour les bétons des dégradations importante son constaté après chaque cycle de chauffage – refroidissement ;

- Entre 650 et 800 °C, l'endommagement est plus intense en fonction de l'augmentation du diamètre des granulats causent une propagation préjudiciable de la fissuration.
- Les observations des lames minces effectué sur les différents bétons étudiées montre clairement la présence de plusieurs types des fissurations variantes selon le type de granulats utilisé et la température a laquelle son exposé.

Les analyses microscopiques nous a permet de bien comprendre les modifications qui se produisant au sien de béton après exposition à haute température ;

- L'évolution de la porosité au mercure confirme les résultats mécaniques obtenues dans lesquelles les bétons à base des granulats calcaires présentent une augmentation plus

CONCLUSION GÉNÉRALE

forte de la porosité au-delà de 550°C comparativement aux celle a base des granulats silico-calcaire et siliceux.

- La répartition porale est presque similaire pour tous les bétons confectionnés avant l'exposition a haute température. Après l'exposition au sollicitation thermique la répartition porale présente un changement suivant le type des granulats et la température d'exposition, les bétons à base des granulats silico-calcaires présente une répartition plus large que celles des autres bétons.
- Les observations au Microscope Electronique à Balayage de la microstructure interne des bétons montrent des géométries et répartition des fissures très différentes entre les différents types de béton. Cette variation ne dépend pas seulement de la nature minéralogique des granulats mais aussi de la zone de transition pâte/granat.

A travers cette thèse nous avons pu analyser le comportement a multi échelle des béton à base de différents types de granulats soumis à haute température et bien comprendre les mécanismes qui se déroulent au sein de ces derniers pendant les remontées thermiques d'une part, et analyser statistiquement l'effet de certaines propriétés chimiques et morphologiques des granulats sur le béton a des conditions extrêmes de température et aboutir à des modèles mathématiques qui gèrent la loi de comportement thermo-physico-mécanique des bétons d'autre part.

Il reste cependant un certain nombre d'interrogations afin de pouvoir généraliser ces résultats sur d'autres types de bétons tel que les BHP et des bétons à base de granulats recyclés pour estimer l'influence de ce type de granulats sur l'interface pâte /granulats d'une part, et de réaliser des études approfondies sur leur comportement lors de l'exposition a des températures extrêmes a multi échelles.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIES

Références bibliographies :

[Alar 2005] Alarcon-Ruiz L., Platret G., Massieu E., Ehlacher A., The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. Cement and Concrete research, Vol. 35, (2005), p 609-613

[Alon 2004] Alonso C, Fernandez L., Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments. Journal of materials sciences, Vol. 39, 2004, p.3015-3024.

[ALI 2002] F. Ali. Is high strength concrete more susceptible to explosive spalling than normal strength concrete in **fire**; In Fire and materials, volume 26, pages 127–130, 2002

[ALRX 2005] M. Alexander, S. Mindess” Aggregates in Concrete” (Modern Concrete Technology) 1st Edition, taylor and francis,2005.

[AKCA 2004] Akçaoglu, T., M. Tokyay, et T. Çelik , Effect of coarse aggregate size and matrix quality on ITZ and failure behavior of concrete under uniaxial compression, Cement and Concrete Composites, 26(6), 633-638,2004.

[Ario 2007] O. Ario, Effects of elevated temperatures on properties of concrete, Fire safety journal, 42 (2007) 516-522.

[ANDR 1999] André LE ROUX, Pierre MORIN : L'Évolution de la microscopie électronique à balayage Un progrès pour les applications **géoenvironnementales**, **bulletin des laboratoires des ponts et chaussées -222 ; p 85,89, 1999.**

[ALAR 2005] Alarcon-Ruiz.L, Platret.G, Massieu.E. A and Ehlacher, (2005), ”The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste,” Cement and Concrete research. Vol 35, pp: 609-613.

[Baža 1996] Z.P. Bažant and M.F. Kaplan. Concrete at high temperatures: material properties and mathematical models. Longman, © longman group limited edition, 1996.

[BLUN 1976] BLUNDELL R., DIAMOND C. and BROWNE R.G. : the properties of concrete subjected to elevated temperatures. Imperial College (London): CIRIA Underwater Group, 1976. 20p. Technical note n° 9, 1976.

[BOST 2006] L. Bostrom& C.K. Larsen. Concrete for tunnel linings exposed to severe exposure. Fore technology, vol. 42, pages 351–362, 2006.

[Baro 1982] Baron, J., et J. Ollivier La durabilité des bétons, Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris ;(1992),

[BRIG 1970] BRIGHENTI, G. Influence of cryogenic temperatures on the mechanical characteristics of rocks. C.R. 2 Congr. Internat. Méc. Roches, Belgrade, vol. 1, comm. 2-27, 5 p, 1970).

[BERE 1988] P. Berest, Ph. Weber, la thermomécanique des roches : Manuels et méthodes, BRGM Editions, Orléans, 1988.

[BERR 1959] L.G. Berry, B. Mason, Mineralogy Concepts Descriptions Determinations, W.H. Freeman Company, San Francisco, 630 pages, 1959.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIES

- [BELA 1999] Belaroui, K. . Compréhension des mécanismes de fragmentation par analyse granulométrique et morphologique. PhD thesis. Institut national polytechnique de lorraine 1999.
- [BECK 2003] K. Beck, M. Al-Mukhtar, O. Rozenbaum. Pierres des Monuments Historiques : Caractérisations et mécanismes d'altération du tuffeau. 2003, AFGC, pp.1-16, 26-27 2003
- [BEHN 2008] A. Behnood, Effects of silica fume addition and water to cement ratio on the properties of high-strength concrete after exposure to high temperatures, *Cement & Concrete Composites* 30, 2008, pp106 –112.
- [BROD 2010] N. Brodie-Linder, Sophie Le Caër, Mohammad Shahdo Alam, Jean Philippe Renault, Christiane Alba-Simionesco, H₂ formation by electron irradiation of SBA-15 materials and the effect of CuII grafting, *Physical chemistry chemical physics*, 12 (2010) 14188-14195.
- [CAST 2004] M. Castellotea, C. Alonso, C. Andrade, X. Turillas, and J. Campo. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cement and Concrete Research*, 34(9) :1633–1644, 2004.
- [CHAN 2005] Chang Y.F., Chen Y.H., Shen M.S., Yao G.C., Residual stress-strain for concrete after exposure to high temperatures. *Cement and concrete research*, Vol. 36, 2006, p.1999-2005.
- [CHAR 2007] A. CHAREF, "La problématique des granulats au Maroc", Push-Button Publishing, (2007).
- [COOP 1977] Cooper H.W., Simmons G., The effect of cracks on the thermal expansion of rocks, *Earth and Planetary Science Letters*, Vol. 36, pp. 404-412, 1977,
- [COST 1981] Costa, J.E. and Baker, V.R. *Surficial Geology, Building with the Earth*, Wiley, 1981.
- [Dias 1990] WPS. Dias, GA. Khoury and PJE. Sullivan. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700 °c. *ACI Material Journal*, no 87:160–166, 1990.
- [DOMA 1992] M. Domanski, J.A. Webb, Effect of heat treatment on siliceous rocks used in prehistoric lithic technology, *Journal of Archaeological Science* 19, 601-614, 1992.
- [DEER 1992] W.A. Deer, R.A. Howie, J. Zussman, *An introduction to the rock-forming minerals* (2nd edition). Longman Scientific & Technical. 696 pages, 1992.
- [DE SA 2007] De Sa, C, *Etude hydro-mécanique et thermo-mécanique du béton. Influence des gradients et des incompatibilités de déformation*, Thèse de doctorat, LMT ENS Cachan, Paris, 2007.
- [DREU 1998] J .FESTA ;G. DREUX: "Nouveau guide du béton et de ses constituants", Huitième édition, Eyrolles 1998.
- [DROE 1997] J.J. Drosbeke J. Fine G. Saporta, "Plan d'expériences – Application à l'entreprise", Ed. Technip, 1997.
- [ELER 2002] Elert, K., Rodriguez-Navarro, C., Sebastian Pardo, E., Hansen, E., and Cazalla, O. Lime mortars for the conservation of historic buildings. *Studies in Conservation*, 47, 62–75, 2002
- [FIB 2007] FIB. Fire design of concrete structures - Materials, structures and modeling. State-of-art report, *Bulletin* 38 :106 pages, 2007

REFERENCES BIBLIOGRAPHIES

- [FARE 2009] H. FARES. Contribution à l'étude des propriétés mécaniques et physico-chimique des bétons autoplaçants soumis à de haute température. Thèse de doctorat, université de cergy pontoise, 2009
- [FELI 1985] Felicetti, R., Gambarova, P.G., Sora, MP.N., Khoury, G.A. Mechanical Behaviour of HPC and UHPC in Direct Tension at High Temperature and After Cooling ,1985.
- [FELI 1999] Felicetti R. and Gambarova P. G. 'The Residual Tensile Properties of Performance Siliceous Concrete Exposed to High Temperature'. Mechanics of Quasi-Brittle Materials and Structures, HERMES Science Publications, Paris, p.167 -186, 1999.
- [FRED 1986] Fredrich J.T., Wong T.F., Micromechanics of thermally induced cracking in three crustal rocks, Journal of Geophysical Research, Vol. 91, pp. 743-764, 1986,
- [FENN 1913] C.N. Fenner, The stability relations of the silica minerals, Amer Jour Sci, 4th, 36, 331, 1913
- [FRED 1995] G. Frédéric : modélisation et optimisation par plan d'expériences d'un moteur à commutation électronique'. Thèse de doctorat de l'université des sciences et technologie de Lille, janvier 1995.
- [Fred 1986] J.T.Fredrich, T.F. Wong, Micromechanics of thermally induced cracking in three crustal rocks,J. Geophys.Res.91(1986)12,743-12,764.
- [GRON 2011] GRONDIN Aurélie 2011 : valorisation des granulats recyclés de béton : étude des caractéristiques physiques et mécaniques des bétons de granulats recyclés de béton ; Mémoire Projet de fin d'étude, INSA Strasbourg.2011
- [GREE 1968] Greenberg D.B., Cresap R.S., Malone T.A., Intrinsic permeability of hydrological porous mediums : variation with temperature, Water Resources Research, Vol. 4, pp. 791-800, 1968,
- [GERA 1992] Y. Géraud, F. Mazerolle, S. Raynaud, Comparison between connected and overall porosity of thermally stressed granited, Jounal of structural geology, 14 981-990,1992
- [Gunz 2007] Gunzberger, Y., and Cornet, F.H., Rheological characterization of a sedimentary formation from a stress inversion. Geophys. J. Int., v. 168, p. 402-418, 2007.
- [GOUP 1999] J. GOUPY « Plans d'expériences pour surfaces de réponse » Ed. Dunod – 1999
- [GOUP 1996] J. Goupy, "La méthode des plans d'expériences – Optimisation du choix des essais et de l'interprétation des résultats", Ed. Dunod, 1996.
- [Géra 1992] Y. Géraud, F. Mazerolle, S. Raynaud, Comparison between connected and overall porosity of thermally stressed granited, Jounal of structural geology, 14 (1992) 981-990.
- [Hage 2004] I. Gaweska Hager. Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris/Marne la Vallée et Ecole polytechnique de Cracovie, 2004.
- [HAN 2005] C.G. Han, Y.S. Hwang, S.H Yang & N. Gowripalan. Performance of spalling resistance of high performance concrete with polypropylene fiber contents and lateral confinement. Cement and concrete research, 2005.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [HOUP 1970] HOUPERT, R. La résistance o la rupture des roches en compression simple C. R.2 Congr. Internat. Méc. Roches, Belgrade, vol. 2, comm. 3-8, 7 p, 1970.
- [HOUP 1979] HOUPERT, R.; HOMAND-ETIENNE, F. Influence de la température sur le comportement mécanique des roches C.R. 4n Congr. Internat. Méc. Roches, Montreux, p. I77 -180, 1979.
- [Homa 1986] F. Homand-Etienne, Comportement mécanique des roches en fonction de la température, Thèse de doctorat d'Etat des Sciences, INPL, Nancy, Mémoire Sciences de La Terre n°46, 261 pages, 1986.
- [HANK 1985] M. Hanckel, Hot rocks : heat treatment at Burrill Lake and Currarong, New south wales, Archaeology in oceania, 20 , 98-102, 1985.
- [HETT 1996] Hettema M.H.H., The thermo-mechanical behaviour of sedimentary rock : an experimental study, Ph. D., Delft University, 1996,
- [HATH 1989] Hatheway, A.W., and Kiersch, G.A., Engineering Properties of Rock. In Pratical Handbook of Physical Properties of Rocks and Minerals, p. 671-715, 1989.
- [Hami 2010] Hamid F. Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais : étude sur systèmes modèles. PhD thesis. Université Paris-Est, 2010.
- [JOUE 1980] C.A. Jouenne, Traité de céramiques et matériaux minéraux, Septima, 657p, Paris, 1980.
- [Jone 1997] C. Jones, G. Keane, P.G. Meredith, S.A.F. Murrell, Acoustic emission and fluid permeability measurements on thermally cracked rocks, Phys. Chem. Earth, 22 (1997) 13-17.
- [Khou 1984] G.A. Khoury, G.P. Sullivan, and B.N. Grainger. Radial temperature distributions within solid concrete cylinders under transient thermal states. Magazine of concrete research, Vol. 36, 1984.
- [KANE 2007] Kanéma, M., Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons, Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, 2007.
- [Khou 2003] Khoury G.A, Effect of heat on concrete. International Centre for mechanical sciences (2003).
- [KUMA 1968] KUMAR, A. The effect of stress rate and temperature on the strength of basalt and granite. Geophysics, vol. 33, p. 501-510, 1968.
- [KHOU 2007] G.A. Khoury, Y. Anderberg, K. Both, J. Fellingner, N.P. Hoj, C. Majorana, Firedesign of concrete structures-materials, structures and modelling, State-of-art report, Fib Bulletin 38, 2007.
- [Kodu 2003] V.K.R. Kodur, M.A. Sultan, Effect of temperature on thermal properties of high-strength concrete, Journal of materials in civil engineering, 15 (2003) 101-107.
- [KHOD 2001] K. KHODER : Optimisation de composants hyperfréquences par la technique Thèse de doctorat de l'Université de Limoges, Décembre 2011

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[KALI 2001] P. Kalifa, , G. Chéné, and C. Gallé "High-temperature behaviour of HPC with polypropylene fibres: From spalling to microstructure." *Cement and Concrete Research* 31 (2001) 1487-1499.

[Kane 2007]. [15] Kanéma, M., Influence des paramètres de formulation sur le comportement à haute température des bétons, Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, 2007.

[Lion 2004] M. Lion, Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier, Thèse de doctorat de l'Université des sciences et technologies de Lille, 2004.

[LETO1971] Letourneur, J., et R. Michel , *Géologie du Génie Civil*, Armand Colin, Paris, 1971.

[Maso 1980] Maso J.C., La liaison entre les granulats et la pâte de ciment hydraté, 7ème Congrès International de Chimie des Ciments, Rapport principal, Paris, 1980.

[MUST 1994] K. Mustapha. Modelling the effects of spalling on the failure modes of concrete columns in fire. PhD thesis, University of Aston in Birmingham, 1994.

[Mahm 1998] Y. Mahmutoglu, Mechanical behaviour of cyclically heated fine grained rock, *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 31 169-179, 1998.

[MCLE 1985] A.C.McLean ;C.D.Gribble 1985, *GEOLOGY FOR CIVIL ENGINEERS* ;Second Edition University of Glasgow;1985.

[MESS 2015] Messaoudene.I, Molez.L, Jauberthie.R, Kessal.O and Slama.L, (2015), "Effect of the Quenching in Water of the Cementitious Materials Subjected to Fire," *Courrier du Savoir*. Vol 20, pp: 09-14.

[Mind 2010] J-C. Mindeguia, P. Pimienta, A. Noumowé, M. Kanema, Temperature, pore pressure and mass variation of concrete subjected to high temperature, *Cement and Concrete Research* 40 (2010) 477-487.

[NOUM, 1995] Noumowe. N.A, (1995), "Effet de hautes températures (20-600°C) sur le béton - Cas particulier du béton à hautes performances," Thèse de doctorat, INSA de Lyon, France.

[Past 1984] J. Pasta. Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. *Materials and structures research and testing, RILEM*, Vol. 17, N°102:415–420, 1984.

[PLIY 2010] PLIYA P., Contribution des fibres de polypropylène et métallique a l'amélioration du comportement du béton soumis à une température élevée, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2010.

[PHAN 2007] L.T. Phan. Spalling and mechanical properties of high strength concrete at high temperature. *Concrete under sever conditions environment and loading. CONSEC 07 France*, 2007.

[PHAN 2001] Phan L.T, Lawson J.R., Davis F.L., effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling, and residual properties of high performance concrete. *Materials and structures*, Vol. 34, 2001, p.83-91.

[Plua 2002] Le Pluart, L., "Nanocomposites Epoxyde/amine/montmorillonite : Rôle des interactions sur la formation, la morphologie aux différents niveaux d'échelle et les propriétés

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

mécaniques des réseaux," Thèse de doctorat de L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2002).

[PERA 1971] R. Pérami, Contribution à l'étude expérimentale de la microfissuration des roches sous actions mécaniques et thermiques, Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, 1971.

[PHIL 2005] Philippe JOYE 2005 : COURS DE GEOLOGIE APPLIQUEE AU GENIE CIVIL Chapitre 1 : Notions de minéralogie ,Corrigé par Jean-Pierre MICHEL, 2005.

[PHAN 2001], Phan L.T, Lawson J.R., Davis F.L., effects of elevated temperature exposure on heating characteristics, spalling, and residual properties of high performance concrete. Materials and structures, Vol. 34, 2001, p.83-91.

[Pliy 2010] P. Pliya, Contribution des fibres de polypropylène et métalliques à l'amélioration du comportement du béton soumis à une température élevée, Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, 2010.

[Rao 2007] Q. Rao, Zhi Wang, Haifeng Xie, Qiang Xie, Experimental study of mechanical properties of sandstone at high temperature, Journal of Central South University of Technology, 14 , 478-483, 2007

[ROBE 2009] F. Robert, H. Colina, The influence of aggregates on the mechanical characteristics of concrete exposed to fire, Magazine of Concrete Research 61 311-321, (2009).

[RABI 2007] F. RABIER : Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire, Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, septembre 2007

[Schn 1981] U. Schneider, U. Diederich, and C. Ehm. Effect of temperature on steel and concrete for PCRV'S. Nuclear engineering and design, Vol. 67:245–258, 1981.

[SCHN 1976] SCHNEIDER, U. 'Behavior of concrete under thermal steady state and non-steady state conditions', Fire and Materials 1976. 1, pp. 103-115

[STEP 1978] STEPHANSSON, O.; SWAN, G.; LEIJON, B. Mechanical properties of Stnpa granite. In situ heating experiments in geological formations. Ludvika-Stripa, 13-15 septembre 1978, p. 191 -204, (1978).

[SHMO 1994] Shmonov V.M., Vitovtova V.M., Zarubina I.V., Permeability of rocks at elevated temperatures and pressures dans Fluids in the crust, Chapman et Hall, 1994,

[SORR 1974] C.A. Sorrell, H.U. Anderson, R.J. Ackermann, Thermal expansion and the high-low transformation in quartz : II. Dilatometric studies, Journal of applied crystallography, 7 468-473, 1974.

[SOME 1992] W.H. Somerton, Thermal properties and temperature-related behavior of rock/fluid systems, Elsevier, 1992.

[STEP 2007] V. stéphane, vauquelin aurélien, vilain jean-paul ;configuration d'une structure « halbach » par plans d'expériences treillis, Conférence EF 2007 ENSEEIHT, Toulouse, 6-7 Septembre 2007.

[SCHI 1998] P. Schimmerling, J. Claude Sisson, Ali Zaidi "Pratique des plans d'expériences" Editeur Lavoisier – Tec & Doc -1998

REFERENCES BIBLIOGRAPHIES

- [SAPO 1990] G. Sapora, "Probabilité, analyse des données statistiques", Eds Technip, 1990.
- [Savv 2005] A. Savva, P. Manita, K.K. Sideris, Influence of elevated temperatures on the mechanical properties of blended cement concretes prepared with limestone and siliceous aggregates, *Cement and Concrete Composites* 27 (2005) 239–248.
- [THEL 1971] Thelandersson S. 'Effect of high temperatures on tensile strength of concrete. Lund Institute of Technology, Division of Struct. Mech. And Concrete Constr., Neostyled. pp 27,1971.
- [TOLE 2002] Tolentino, E., Lameiras, F.S., Gomes, A.M., Rigo da Silva, C.A., Vasconcelos, W.L., Effects of high temperature on the residual performance of Portland cement concretes, *Materials Research*, Vol. 5, n°3, 2002, pp. 301-307.
- [TALE 2000] Taleb Al-Rousan , Eyad Masad , Erol Tutumluer ,Tongyan Pan ;Evaluation of image analysis techniques for quantifying aggregate shape characteristics.2000
- [TINS 2010] W Tinsson : Plans d'expérience : constructions et analyses statistiques, *MATHÉMATIQUES & APPLICATIONS*, Springer Heidelberg Dordrecht London New York ;2010
- [West 2001] G. West, P. G. Fookes , J. Lay , I. Sims , M. R. Smith , L. Collis "Aggregates: Sand, Gravel and Crushed Rock Aggregates for Construction Purposes" (Geological Society Engineering Geology Special Pub. No.17) Hardcover – July, 2001.
- [WING 1969] WINGQUIST, C.F. Elastic moduli of rock at elevated temperatures. U.S. Dep. Inter. Bur. Mines rep. invest. 7269,, 18 p, 1969.
- [WEIN 1975] Weinbrandt R.M., Ramey H.J., Cassé F.J., The effect of temperature on relative and absolute permeability of sandstones, *SPE Journal*, pp . 376-384, 1975,
- [Xiao 2006] J. Xiao, On residual strength of high-performance concrete with and without polypropylene fibres at elevated temperatures, *Fire safety journal*, 41 (2006) 115-121.
- [XING 2011]. Zhi XING, Beaucour A. L., Hebert R., Noumowé A., & Ledesert, B. (2011), Influence of the nature of aggregates on the behaviour of concrete subjected to elevated temperature. *Cement and Concrete Research*, 41(4), 392-402.
- [ZHAN 2009]L.Y. Zhang, X.B. Mao, A.H. Lu, Experimental study on the mechanical properties of rocks at high temperature, *Science in China series E: Technological sciences*, 52 ,641-646, 2009
- [ZHAN 2007] Zhang, C.L., Rothfuchs, T., Su, K., Hoteit, N., Experimental study of the thermo-hydromechanical behaviour of indurated clays. *Physics and Chemistry of the Earth*, v. 32, p. 957-965, 2007.
- Les Normes :
- NBN EN 1008 : Eau de gâchage pour bétons - Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton, 1e éd., septembre 2002.
- NF EN 933-1 : Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 1 : détermination de la granularité - Analyse granulométrique par tamisage, Mai 2012.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

NF EN 1097-6 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau, Janvier 2014.

NF EN 1097 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques de granulats - Partie 2 : méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation - 2 Juin 2010

NF EN 12390-2 : Essais pour béton durci - Partie 2 : confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance - Avril 2012

NF EN 12390-4 : Essais pour béton durci - Partie 4 : résistance en compression - Caractéristiques des machines d'essai, 4Août 2000

NF EN 12390-5 : Essais pour béton durci - Partie 5 : résistance à la flexion sur éprouvettes - Avril 2012

NF P18-364 : Adjuvants pour bétons, mortiers et coulis - Coulis courants d'injection pour précontrainte - Essai d'absorption capillaire, Janvier 2016

NF EN 1744-1/IN1 : Essais visant à déterminer les propriétés chimiques des granulats - Partie 1 : analyse chimique - Février 2014

XP P 18-540 Norme Française XP P 18-540, "Granulats - Définitions, conformité, spécifications, indice de classement : P 15-540", (1997).

