

## Développement de composites à matrice minérale et à renfort textile

(TEXTILE REINFORCED CEMENT OR CONCRETE : TRC)

Jean Ambroise<sup>A</sup>, Marie Michel<sup>A</sup>, Patrice Hamelin<sup>A</sup>

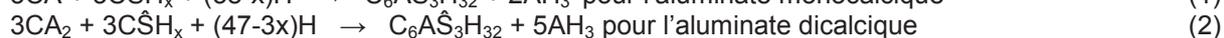
<sup>A</sup> Laboratoire de Génie Civil et d'Ingénierie Environnementale, INSA, UCBL, Lyon, France

**RÉSUMÉ** : Le CCV (Composite Ciment Verre) est un matériau dont les développements remontent aux années 1970 avec la mise sur le marché par la société Pilkington en 1971 d'une fibre de verre alcali – résistante. Le CCV est un mélange de micro- béton fluide et de roving de fibres de verre coupées dont la longueur varie entre 6 mm et 24 mm. Le dosage en fibres est de 1,5 à 2 % du poids total sec dans la solution prémélange (premix), il est de 5 % quand la mise en œuvre est réalisée par projection. La résistance en traction par flexion se situe entre 10 et 14 MPa dans le cas d'une mise en œuvre de type " coulé – vibré ". Dans le cas de la mise en œuvre par projection, la résistance en traction atteint des niveaux de 20 à 30 MPa. Une solution de renforcement alternative aux fibres courtes est l'utilisation de renforts textiles.

**MOTS CLES** : composite, ciment, verre, microstructure, durabilité

### 1. INTRODUCTION

Les CCV ou les TRC sont des matériaux dont le coût matière est très nettement supérieur à celui des bétons traditionnels, ce qui a un impact sur le prix des produits finis. La réduction des coûts passe par la réduction des épaisseurs et par une diminution des cycles de fabrication. Concernant la diminution des cycles de fabrication, les techniques classiques d'accélération du durcissement de la matrice (étuvage – emploi d'accélérateurs) permettent au mieux de démouler 3 à 4 heures après le coulage de la pièce. Une autre voie consiste à utiliser des liants à prise rapide tels que les systèmes [CAC – sulfate de calcium]. La montée rapide en résistance de ces mélanges est le fait de la précipitation rapide d'ettringite, cette précipitation dépendant de la nature cristalochimique des phases présentes dans le CAC et de la nature du sulfate :



Suivant le rapport CAC/sulfate de calcium, la nature du sulfate de calcium, on formera plus ou moins d'ettringite (AFt), d'AH<sub>3</sub> et dans le cas d'un sous dosage en sulfate de calcium du monosulfoaluminate de calcium (AFm).

Le processus de formulation visera à maîtriser la fluidité du mortier pour assurer l'imprégnation des renforts, le durcissement pour permettre un démoulage à 20 °C entre 40 minutes et 60 minutes, le retrait plastique et de dessiccation, les caractéristiques mécaniques et enfin la durabilité à long terme.

## 2. COMPOSITION DE LA MATRICE CIMENTAIRE

On distingue quatre grandes phases dans la composition qui chacune ont une action spécifique sur les propriétés recherchées :

- le liant,
- le squelette granulaire,
- les agents de rhéologie,
- les adjuvants modificateurs de prise.

Le Tableau 2 présente l'étendue des compositions possibles. Le liant est un système ternaire constitué de CAC, de sulfate de calcium et de ciment Portland, le CAC étant majoritaire. Le ciment Portland est ajouté pour avoir un pH initial du mortier > 10,5 qui assure la précipitation d'ettringite stable (Havlica et al., 1993). D'autre part la portlandite libérée au cours de l'hydratation du C<sub>3</sub>S va permettre d'augmenter la quantité d'ettringite formée. Par exemple, avec l'aluminate monocalcique, d'un point de vue stoechiométrique, la quantité d'ettringite formée est trois fois plus élevée :



La taille maximale du squelette granulaire a été fixée à 300 µm pour éviter un blocage des plus gros grains dans le renfort et une séparation des phases au cours de l'imprégnation du textile. Les charges utilisées sont choisies dans la gamme des fillers à béton telles que la silice broyée, les fillers calcaires, les cendres volantes ou les laitiers broyés de haut fourneau. Une courbe granulométrique d'un mélange liant – charge est donnée sur la Figure 9.

Les agents de rhéologie ont une double fonction : assurer une hyper fluidité et une stabilité de la matrice. Deux agents de rhéologie sont associés : un superplastifiant et un agent de viscosité. L'imprégnation nécessite une viscosité très faible et la formulation du couple [agents de rhéologie – eau de gâchage] est un facteur déterminant à l'obtention d'une matrice homogène sur l'épaisseur du composite. Les distributions poreuses d'une matrice et d'un TRC réalisé avec la même matrice et un renfort non tissé sont présentées sur la Figure 10. On notera la particularité des matrices ettringitiques qui est d'avoir une porosité centrée sur la méso porosité en l'occurrence ici 0,8 µm. La micro porosité est liée à la présence plus ou moins importante d'AH<sub>3</sub>.

La durée pratique d'utilisation du coulis et le temps de durcissement souhaités sont obtenus en associant un retardateur et un accélérateur. L'accélérateur est un sel de lithium et le retardateur un acide carboxylique.

Tableau 2 : Composition type de la matrice

| Constituants                     | Quantités     |               |
|----------------------------------|---------------|---------------|
|                                  | minimales [%] | maximales [%] |
| CAC                              | 23.0          | 54.0          |
| Sulfate de calcium               | 1.3           | 6.6           |
| Ciment Portland                  | 3.1           | 6.9           |
| Charges minérales                | 33.6          | 67.3          |
| Agents de rhéologie              |               |               |
| Adjuvants modificateurs de prise |               |               |

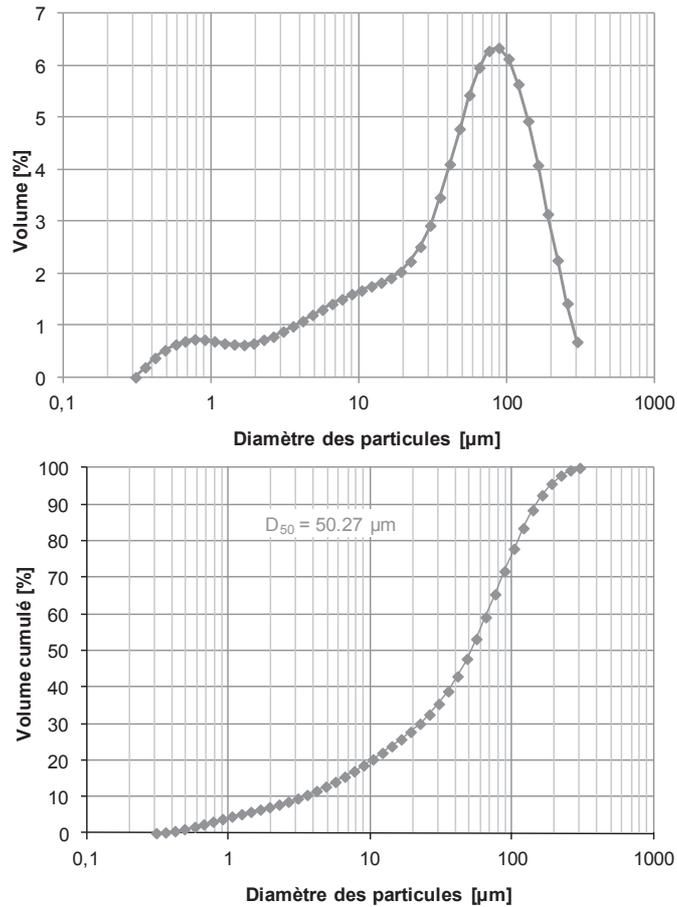
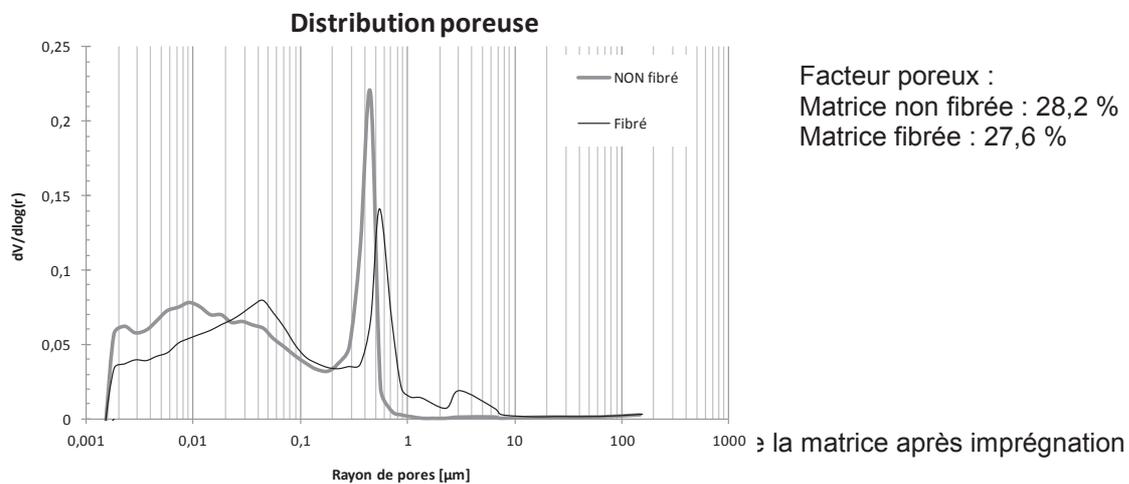


Figure 9 : Courbes granulométriques de la fraction solide d'une matrice



### 3. RESULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Déformation en phase plastique et retrait de dessiccation de la matrice

Contrairement à ce qu'on pourrait penser le fait de former majoritairement de l'ettringite ne signifie pas nécessairement gonflement même en conditions endogènes. La nature du sulfate de calcium influence le type de déformation : retrait ou gonflement (Figure 11). Dans les deux cas, les produits principaux d'hydratation identifiés en ATD (Figure 12) sont l'ettringite (pic endothermique à 125°C) et l'AH<sub>3</sub> (pic endothermique à 280°C). Ce qui différencie les ettringites formées est leur morphologie. Les observations au microscope électronique à balayage effectuées après 28 jours d'hydratation montrent

à même grossissement des morphologies d'ettringite différentes : de fines aiguilles et des ettringites creuses avec le plâtre et de l'ettringite "massive" avec l'anhydrite (

Figure 13). T. Le Bihan a mis en évidence dans sa thèse qu'il y avait une relation entre le comportement dimensionnel dans sa phase plastique d'un mortier de chape liquide réalisé avec du ciment sulfoalumineux et la morphologie des ettringites (Le Bihan, 2010).

L'amplitude du retrait de dessiccation dépend de deux facteurs : la présence ou non d'agent anti-retrait, de la cure du composite après démoulage. Dans ce type de matrice, l'apport d'un agent anti-retrait sur la réduction du retrait est significatif. Une diminution par deux du retrait de dessiccation est mesurée sur des prismes 4 x 4 x 16 cm pour les deux modes de conservation envisagés (avec et sans cure) sans pour autant que l'agent utilisé ait une action quelconque sur la cinétique et le pourcentage d'eau évaporée (Figure 14 ; Figure 15), (Figure 16 ; Figure 17).

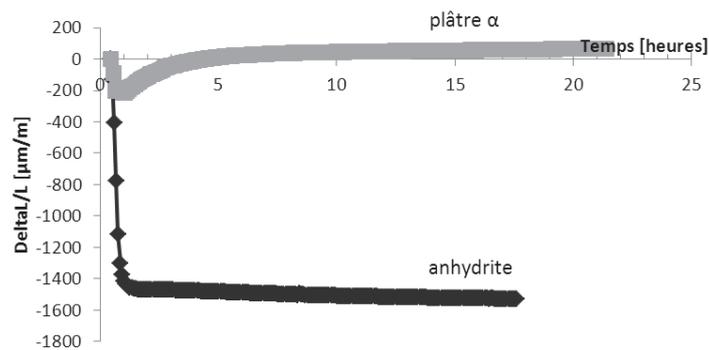


Figure 11 : Retrait plastique de la matrice

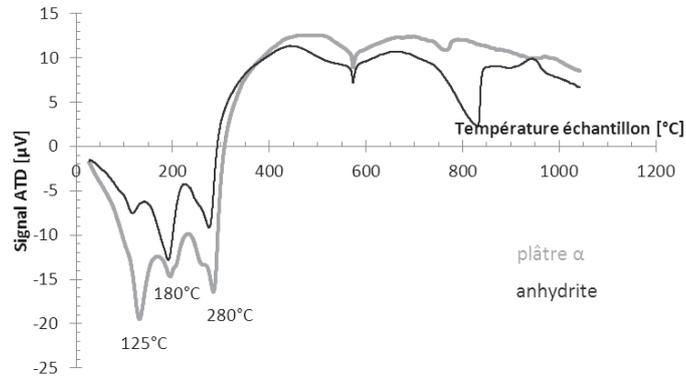
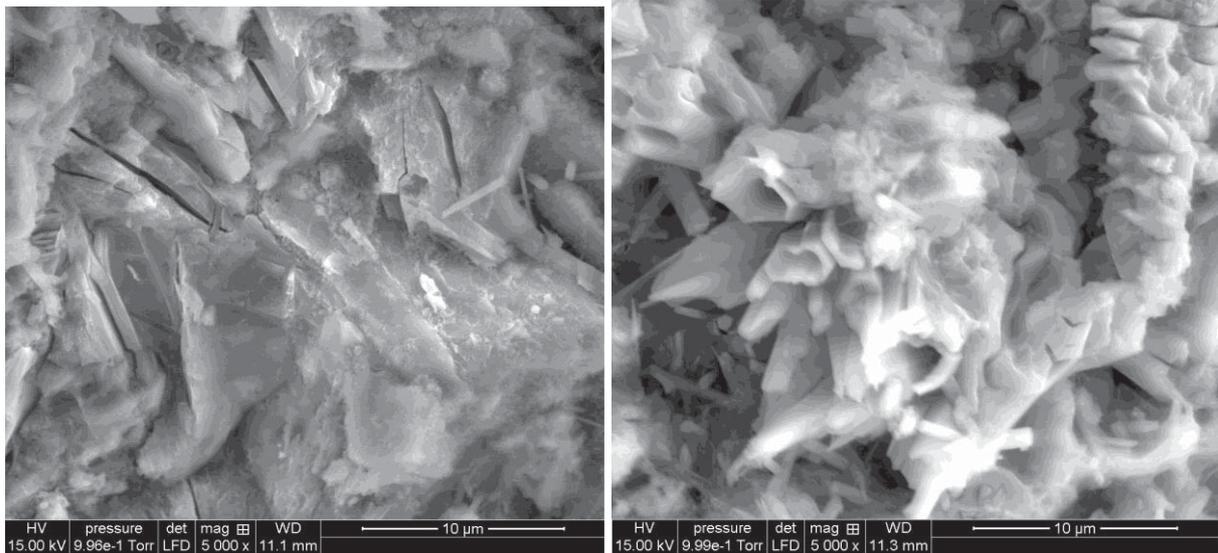


Figure 12 : Diagrammes ATD de la matrice



a) b)

Figure 13 : Clichés MEB  
conditions d'observation environnementales  
a) matrice à base d'anhydrite ; b) matrice à base de plâtre

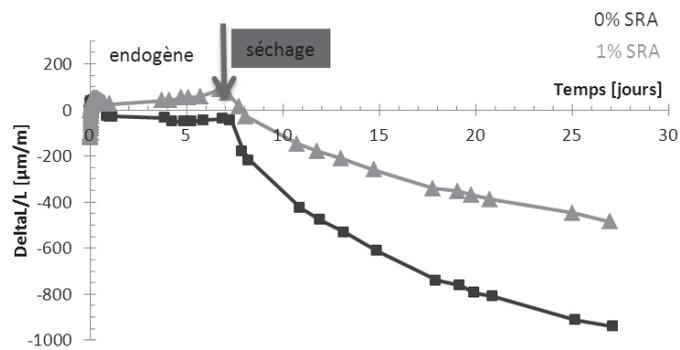


Figure 14 : Variations dimensionnelles avec cure

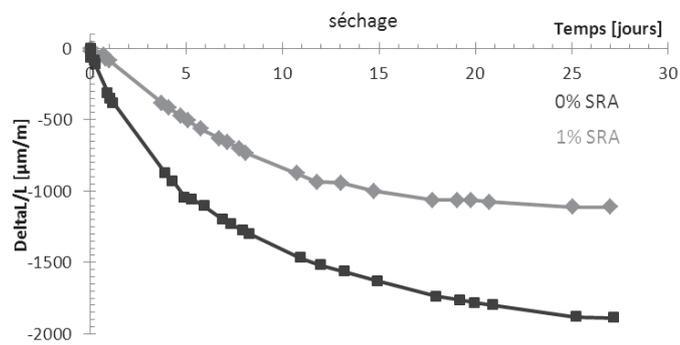


Figure 15 : Variations dimensionnelles sans cure

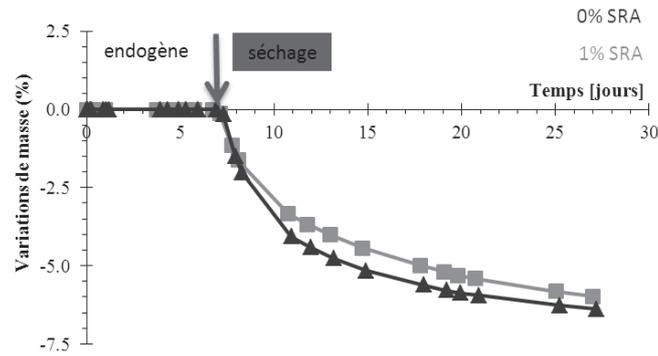


Figure 16 : Variations de masse avec cure

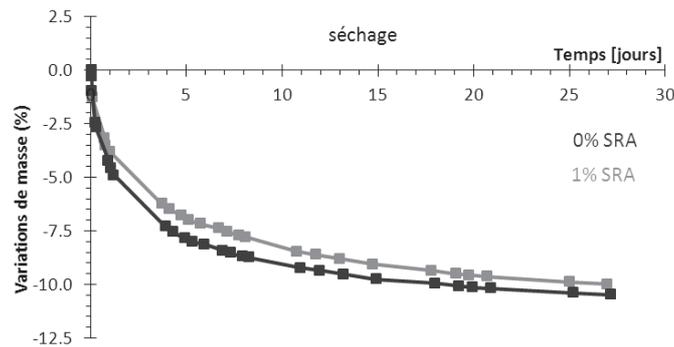


Figure 17 : Variations de masse sans cure

### 3.2 Propriétés mécaniques

La résistance en flexion a été mesurée sur des plaquettes de 1 cm d'épaisseur et de 7 cm de largeur prélevées dans des plaques de TRC réalisées avec un taux de renfort exprimé en volume de 4,8 % pour le renfort non tissé (Figure 18) et de 4,1 % pour le textile unidirectionnel (Figure 19). Les caractéristiques mécaniques et les courbes contrainte - flèches obtenues à partir d'un essai de traction par flexion quatre points (Figure 20) sont présentées dans le Tableau 3 et la Figure 21. Deux zones caractérisent les courbes contrainte - flèche :

- une zone de comportement élastique linéaire jusqu'à un point de rupture qui correspond à la rupture de la matrice (LOP). La contrainte de rupture de la matrice du TRC renforcé avec le textile unidirectionnel est égale à celle de la matrice seule. En présence du renfort non tissé, la rupture de la matrice se produit pour un niveau de contrainte plus élevé de 7,5 MPa contre 6 MPa.

- une zone de comportement post-fissuration non linéaire caractérisée par une contrainte maximale appelée module de rupture (MOR). La dissipation d'énergie après fissuration est contrôlée par l'adhérence fibre matrice, par la résistance frictionnelle de la fibre après perte d'adhérence des fibres. Il est important de prêter attention à l'adhérence du faisceau de fibres avec la matrice. A la rupture les fibres du faisceau se déchaussent (Figure 22). Les observations de l'empreinte des fibres réalisées en microscopie électronique à balayage montrent que les hydrates pénètrent difficilement à l'intérieur du faisceau de mono-filaments (Figure 23). C'est donc la résistance frictionnelle qui va piloter le comportement post fissuration du composite d'où l'importance du mode de tissage du renfort. Avec le renfort tissé unidirectionnel on atteint un module de rupture de 52 MPa à 28 jours et 20 MPa avec le renfort non tissé. Le mode de tissage a aussi tout naturellement des répercussions sur la résistance disponible après fissuration caractérisée par le facteur résiduel de résistance déduit du calcul des indices de ténacité de Johnston (Johnston, 1982). Dans les deux cas, les facteurs résiduels de résistance étant supérieurs à 100, les matériaux sont considérés comme écrouissables.



Figure 18 : renfort non tissé

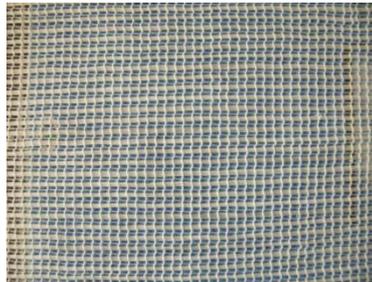


Figure 19 : renfort tissé

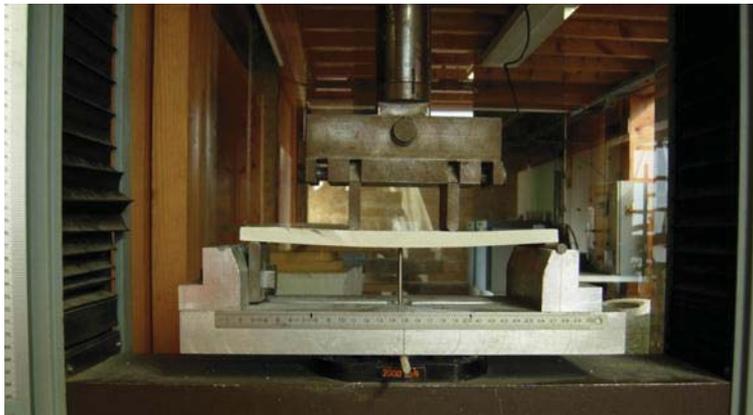


Figure 20 : Dispositif expérimental de l'essai de flexion 4 points

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques

|                       |                | Renfort |        |           |
|-----------------------|----------------|---------|--------|-----------|
|                       |                | SANS    | TISSÉ  | NON TISSÉ |
| E [MPa]               |                | -       | 11 890 | 11 845    |
| LOP                   | $\delta$ [mm]  | -       | 0.67   | 0.73      |
|                       | $\sigma$ [MPa] | 6.1     | 5.9    | 7.5       |
| MOR                   | $\delta$ [mm]  | -       | 17.4   | 8.2       |
|                       | $\sigma$ [MPa] | -       | 52.1   | 19.4      |
| Indice de<br>ténacité | I.T. 1         | -       | 6.34   | 4.84      |
|                       | I.T. 2         | -       | 0.876  | 0.815     |
|                       | I.T. 3         | -       | 179    | 47.6      |
| Facteur<br>résiduel   | R10,5          | -       | 247    | 160       |
|                       | R20,10         | -       | 389    | 215       |

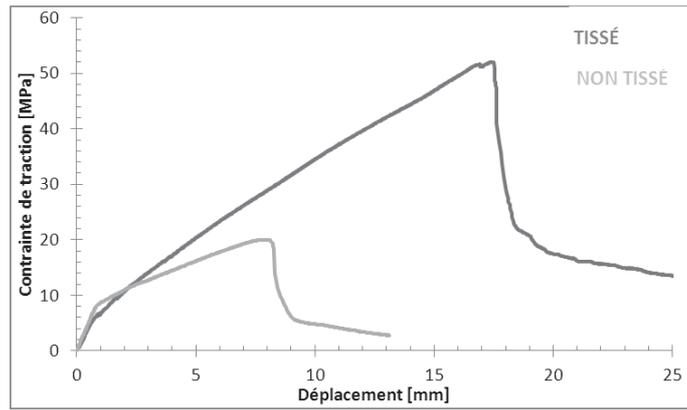


Figure 21 : Courbes contrainte-flèche



Figure 22 : Déchaussement des fibres du faisceau

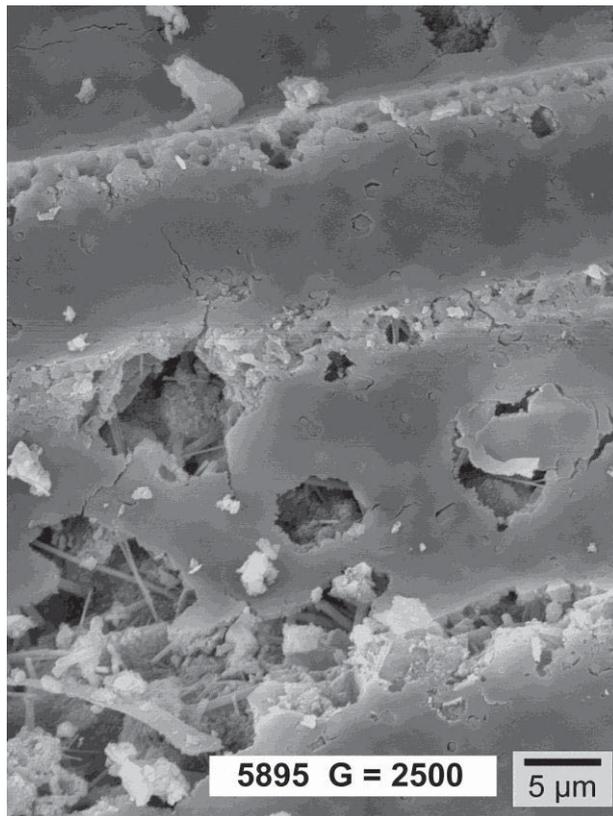
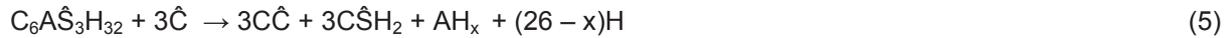


Figure 23 : Cliché MEB de l’empreinte des fibres  
Échantillons métallisés à l’or-palladium  
Observés sous haut vide

### 3.3 DURABILITE

Dans les années 80, des tentatives de développement de CCV avec des ciments sursulfatés laitier – sulfate de calcium – activateur ont été abandonnées du fait de la chute des résistances à long terme

liée à la carbonatation de l'ettringite (Majumdar et al., 1991), principal hydrate formé dans ce type de matrice. Concernant la carbonatation des ettringites dans les systèmes [CAC – sulfate de calcium – CEM], il y a une analogie avec le ciment Portland. La carbonatation de l'ettringite est contrôlée par la progression du CO<sub>2</sub>, l'humidité dans la matrice et la porosité. La carbonatation des ettringites conduit à la formation de gypse, de carbonate de calcium, d'hydroxyde d'alumine :



L'eau libérée au cours de la réaction favorise la progression du gaz et après dessiccation entraîne une augmentation de la porosité. Le rapport CAC / Sulfate de calcium, la nature des charges choisies ont un impact sur la résistance à la carbonatation de la matrice. Les résistances en traction par flexion mesurées sur deux matrices différentes sont présentées sur la Figure 24. Les essais de flexion ont été effectués sur des plaquettes non fibrées conservées sans cure préalable 28 jours à 20°C et 50 % d'HR et 4 mois aux intempéries. Quand le squelette granulaire est constitué de silice broyée, on enregistre après quatre mois aux intempéries une résistance en traction par flexion deux fois plus élevées qu'à 20°C et 50 % d'HR. Si on remplace la silice broyée par du laitier moulu, dans ce cas la résistance en traction par flexion chute de 6 à 4 MPa. Bien qu'il n'y ait pas de charges calcaires dans les deux matrices, les bandes d'absorption à 712 et 876 cm<sup>-1</sup> caractéristiques du carbonate de calcium sont détectées sur les deux matrices en spectrométrie IR (Figures 10 et 11) ce qui traduit une carbonatation des ettringites. La chute des résistances ou l'augmentation des caractéristiques mécaniques ne s'explique donc pas uniquement par le simple fait que la matrice carbonate ou non. Ces premiers résultats montrent que les charges ont un effet sur le développement de la microstructure et par voie de conséquence sur la stabilité des performances mécaniques.

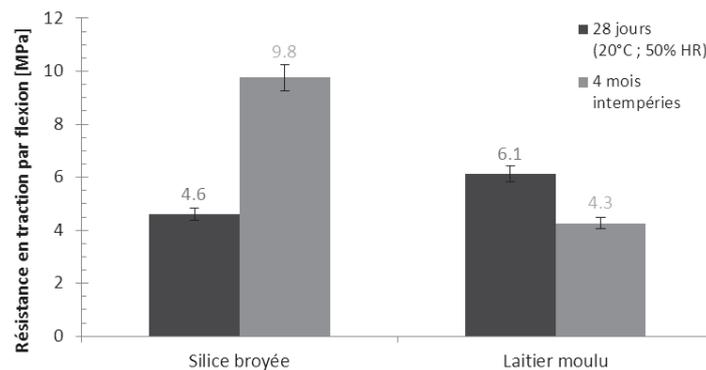


Figure 24 : Résistances en traction par flexion

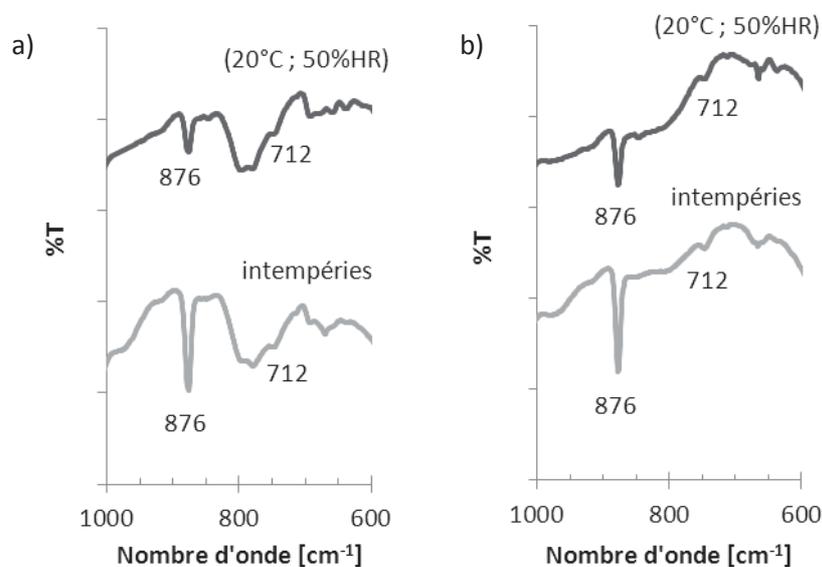


Figure 25 : spectres infrarouge

a) matrice à base de silice broyée ; b) matrice à base de laitier moulu

#### 4. CONCLUSIONS

Les TRC à matrice ettringitique offrent des perspectives intéressantes :

- pour leur facilité de fabrication, en particulier l'opération de malaxage ne nécessite pas de malaxeurs à cisaillement élevé,
- pour leur montée rapide en résistance qui permet de démouler moins d'une heure après le coulage,
- pour leurs caractéristiques mécaniques en flexion du même niveau qu'un BEFUP.

Un point important reste cependant à approfondir : la stabilité de la matrice à la carbonatation.

#### REFERENCES

- Havlica, J. et Rotztoka, D. (1993) Hydration kinetics of calciumaluminate phases in the presence of various ratio  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{SO}_4^{2-}$  ions in liquide phase, *Cement and Concrete Research* 23 : 294–300.
- Johnston, C.D. (1982) Definition and measurement of flexural toughness parameters for fibre reinforced concrete, *Cement Concrete and Aggregates*, ASTM C 1018, 211 : 15–24.
- Le Bihan, T. (2010) Etude du comportement des chapes autonivelantes en ciment sulfoalumineux : outils expérimentaux et modélisation, *Thèse*, INSA de LYON, 193 p.
- Majumdar, A.J. LAWS, V. (1991) Glass fibre reinforced cement OXFORD – *BPS Professional books* : 134–139.