

Amélioration du comportement mécanique en traction des composites verre-matrice ettringitique par un procédé de pré-imprégnation innovant

Omayma Homoro^a, Marie Michel^{a*}, Thouraya Baranger^a

^a Université de Lyon, Université Lyon 1, LMC2-EA7427, F-69622 Villeurbanne, France.

* Email : Marie.Michel@univ-lyon1.fr

RÉSUMÉ. Les composites TRC sont des matériaux constitués d'une matrice minérale contenant des granulats très fins et d'un renfort à base de fils multi-filaments de verre, de basalte, d'aramide ou de carbone. Grâce à leurs principaux avantages (grande résistance en traction, comportement pseudo-ductile, non toxicité, etc.), ces matériaux peuvent être appropriés pour plusieurs applications en génie civil, que ce soit pour la préfabrication des éléments de structures ou bien pour la réparation et le renforcement des anciens éléments en béton armé ou d'autres matériaux traditionnels. Cependant, l'efficacité du renfort du composite est souvent limitée par la faible pénétration des particules de la matrice dans les filaments internes du fil, ce qui entraîne une rupture prématurée du matériau en raison de la faible adhérence fil-matrice. Afin d'améliorer cette adhérence, le renfort est généralement pré-imprégné par voie humide par des charges minérales ou polymères. L'objectif de ce travail est de comparer cette méthode classique de pré-imprégnation par une méthode alternative appelée pré-imprégnation par voie sèche. Elle se base sur l'application d'un champ électrostatique alternatif qui permet la pénétration de la poudre au sein du fil. Une campagne d'essai de traction sur des composites fils de verre-matrice ettringitique, a été menée. Trois configurations ont été testées : fil sec (S), fil pré-imprégné par voie humide (PIH) et fil pré-imprégné par voie sèche (PIS) par différents types de poudre. Cette caractérisation mécanique et microscopique a permis de mettre en lumière l'effet de la pré-imprégnation sur la résistance des composites.

ABSTRACT. Textile reinforced concrete (TRC) is a composite material consisting of a mineral matrix with small maximum aggregate grain sizes and high-performance reinforcement made of multi-filament yarns of glass, basalt, aramid or carbon. Thanks to their main advantages (high tensile strength, pseudo-ductile behaviour, non-toxicity, etc.), these materials can be highly appropriate to several civil engineering applications, for the prefabrication of structural elements or for the repair and strengthening of old structural elements made of reinforced concrete or other traditional materials. However, the reinforcing efficiency of the composite is often limited by the low penetrability of the matrix particles into the inner filaments, leading to premature failure of the material due to low bonding strength. To improve this bond, the reinforcement is typically pre-impregnated in a wet manner using mineral or organic powders. The objective of this work is to compare this conventional method with an alternative method called pre-impregnation in a dry manner. It is based on using an alternating electrostatic field that allows powder to be impregnated into yarns. Classical tensile tests have been used for the mechanical characterization of glass yarn-ettringitic matrix composites. Three configurations have been tested: a dry yarn (S), a yarn pre-impregnated in a wet manner (PIH) with matrix particles, and a yarn pre-impregnated in a dry manner (PIS) with three different types of powders. This mechanical and microscopic characterization. This mechanical and microscopic characterization allowed to highlight the effect of pre-impregnation on strength of composites.

MOTS-CLÉS : Fil de verre multi-filaments, matrice ettringitique, pré-imprégnation, traction, adhérence fil/matrice.

KEY WORDS: Glass multifilament yarns, ettringitic matrix, pre-impregnation, tensile, yarn/matrix bond.

1. Introduction

Les composites TRC sont des matériaux à base d'une matrice minérale renforcée par des textiles constitués de fils multi-filaments de verre, de basalte, d'aramide ou de carbone. Grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques, ces matériaux se sont largement développés ces dernières années. Ils ont été utilisés avec succès pour la production de structures légères (coques minces, panneaux de revêtement), et pour réparer ou renforcer des structures en béton armé et en maçonnerie.

Généralement, la matrice minérale se compose de particules de diamètre relativement plus grand que l'espacement des filaments constituant le fil. Par conséquent, ces particules ne peuvent pas pénétrer complètement dans les espaces entre les filaments internes. Il en résulte une microstructure, dans laquelle les filaments externes sont en contact direct avec la matrice alors que les filaments internes restent relativement libres. Afin d'améliorer l'efficacité du renfort du composite, il est nécessaire d'assurer un bon transfert des forces de la matrice à l'ensemble des filaments du fil notamment les filaments internes. Pour cela, les renforts sont souvent pré-imprégnés soit par des polymères ou bien par des charges minérales [Dvo 16], [NAD 17]. La pré-imprégnation du renfort par charges minérales se fait par voie humide en l'immergeant dans une suspension de particules minérales dans l'eau (rapport de masse 1 :1). Cette méthode a contribué à l'amélioration de la performance du composite, cependant, son utilisation reste limitée aux éléments préfabriqués simples, elle ne peut pas être appliquée pour réaliser des éléments de construction de grandes tailles, ou bien pour le renforcement et la réparation des structures in situ. Cette méthode peut être remplacée de façon efficace par la nouvelle technique de pré-imprégnation par voie sèche, décrite dans la suite du présent article.

L'objectif de ce travail est d'évaluer l'effet de la pré-imprégnation des fils de verre selon les deux techniques sur la performance mécanique en traction des composites verre-matrice ettringitique. Trois types d'éprouvettes ont été testés : composite avec (i) fil sec (S), (ii) fil pré-imprégné par voie humide (PIH) et (iii) et fil pré-imprégné par voie sèche (PIS) par différents types de poudre. L'effet des taux de renforcement est également évalué dans cette étude.

2. Procédure expérimentale

2.1. Matériaux

Le fil utilisé dans cette étude est un roving de verre AR. Les filaments sont assemblés directement en fil par l'ensimage (direct roving). Ses principales caractéristiques données par le fabricant sont présentées dans le Tableau 1. L'effort de traction repris par un fil de verre est de l'ordre de 450 N.

Tableau 1. Propriétés physico-mécaniques du fil de verre AR données par le fabricant

Diamètre des filaments	Masse volumique	Masse linéique	Résistance en traction	Module d'élasticité	Point de ramollissement
19 μm	2.68g/cm ³	1200 Tex	1700 MPa	72 GPa	860 °C

La matrice cimentaire utilisée, appelé K3, est constituée d'un squelette granulaire (combinaison de silice broyée, de fillers calcaires, et d'additions silico-alumineuses), d'un liant ettringitique constitué de ciment alumineux (CAC), de sulfate de calcium et de ciment Portland et d'un système d'adjuvantation comprenant des agents modificateurs de prise et une association d'agents de rhéologie pour assurer la fluidité et la stabilité de la matrice. La particularité de cette matrice est son durcissement et sa montée en résistance rapides. Sa résistance moyenne à la compression et à la traction après sept jours est respectivement de 9,5±0,7 MPa et 3 ±0,2 MPa.

2.2. Préparation des éprouvettes

Deux types d'éprouvettes, désignés 1F et 3F par la suite, ont été étudiés. Ils sont constitués de la même matrice et du même fil mais avec un taux de renfort différent. Le composite 1F se compose d'un seul fil de verre, alors que le composite 3F est constitué de 3 fils de verre. Toutes les éprouvettes ont une forme parallélépipédique de dimensions 140 x 20 x 5mm (figure 1.a). Elles ont été confectionnées manuellement à l'aide d'un moule en silicone. (cf. figure 1.b). Une deuxième couche de matrice de même épaisseur a été ensuite appliquée. La surface supérieure du composite a été arasée, talochée et couverte par la suite d'un film polyane pour éviter la dessiccation et ainsi limiter le retrait prématuré de la surface. Les petites plaques sont ensuite démoulées 24 heures après leur mise en œuvre. Deux talons d'aluminium préalablement percés (\varnothing 8 mm), ont été collées (figure 46.c). Les éprouvettes sont ensuite stockées en condition ambiante 6 jours avant la mise en œuvre des essais de traction.

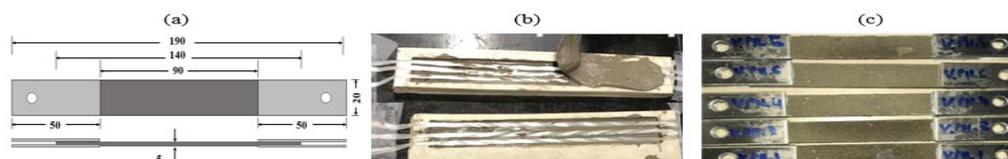


Figure 1. (a) Géométrie de l'éprouvette (dimensions en cm) ; (b) préparation des éprouvettes ; (c) éprouvettes prêtes à être testées

2.3. Méthodes de pré-impregnation

Afin d'améliorer l'adhérence fil-matrice, le fil a été pré-impregné, avant de le mettre dans le moule, selon deux procédés différents et avec différents types de poudres :

- Pré-impregnation par voie humide : le fil est saturé par la matrice K3 par action manuelle (figure 2.a).
- Pré-impregnation par voie sèche : cette nouvelle technologie développée par l'entreprise Fibroline permet une pénétration rapide et homogène de la poudre au sein du fil. Le principe de cette technique est présenté sur la figure 3. Trois types de poudre ont été saupoudrés sur des segments de fil de verre calandrés préalablement. Ensuite, un champ électrique alternatif a été appliqué perpendiculairement au système fils-poudre par l'intermédiaire d'un jeu d'électrodes raccordées aux pôles respectifs d'un générateur électrostatique. Les fils pré-impregnés (figure 2.b) ont été pulvérisés d'eau avant le coulage de la matrice cimentaire.

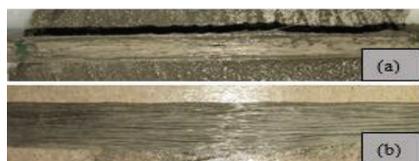


Figure 2. Fil pré-impregné par voie (a) humide et (b) sèche

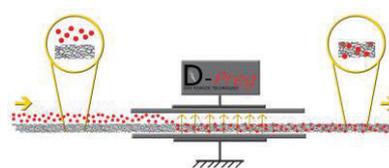


Figure 3. Principe du procédé de pré-impregnation par voie sèche Fibroline [CAR 16]

2.4. Configurations expérimentales

Pour les 2 types de composites 1F et 3F, cinq configurations expérimentales ont été envisagées :

- **S** : fil sec au moment du coulage. La pénétration de la matrice dans le fil est limitée ;
- **PIH.K3** : fil pré-impregné par voie humide par la matrice cimentaire K3 ;
- **PIS.L** : fil pré-impregné par voie sèche par le liant de la matrice cimentaire K3 seulement. Le système additif et les charges de la matrice K3 ont été éliminés car ils ont un effet négatif sur l'adhérence [HOM 18] ;
- **PIS.CSA** : fil pré-impregné par voie sèche par un liant mono-composant CSA (ciment sulfo-alumineux).
- **PIS.P** : fil pré-impregné par voie sèche par une poudre polymère (acétate de polyvinyle) ;

Des éprouvettes sans fil ont été aussi réalisées considérées comme éprouvettes de référence, désignées par la suite R. Six éprouvettes ont été réalisées pour chaque configuration.

2.5. Protocol expérimental

Tous les essais de traction ont été conduits en utilisant une machine de traction universelle Zwick/Roell à une vitesse de 1 mm/min. L'effort de traction est appliqué à travers des mors rotulés qui permettent une bonne caractérisation du comportement à la traction. Des éprouvettes représentatives (ayant une réponse mécanique proche de la moyenne) ont été comparées graphiquement et la force de traction ultime F_{max} a été évaluée.

3. Résultats et discussion

3.1. Comportement global

La figure 4.a présente les courbes effort-déplacement des éprouvettes représentatives 1F, pour les différentes configurations étudiées. Dans le cas d'un composite S, la première zone de la courbe correspond à une évolution linéaire jusqu'à atteindre l'effort ultime. Une seule fissure s'est développée à l'endroit de la rupture, entraînant une chute de force d'environ 60 %. L'effort est alors transféré aux filaments externes seulement (en raison de la pénétration limitée des particules de ciment dans le fil) au niveau de cette fissure permettant une légère augmentation de l'effort. Par la suite, le comportement est similaire à celui de l'arrachement, qui se caractérise par une rupture successive des filaments externes suivie d'un glissement des filaments internes [HOM 18]. Pour un fil pré-impregné par voie humide ou sèche, le comportement ressemble à celui d'un fil S, caractérisé par l'apparition

d'une seule fissure. Cependant, l'effort dans ce cas est transféré aux filaments externes et à un nombre important de filaments internes (en fonction de degré d'imprégnation), ce qui a permis une bonne reprise de l'effort après sa chute (fissure).

La figure 4.b présente l'évolution de l'effort de traction en fonction du déplacement des composites représentatifs 3F pour les différentes configurations étudiées. Une tendance commune peut être observée dans le cas des configurations PIH.K3, PIS.B, PIS.SAC et PIS.P : les courbes sont constituées d'une zone linéaire qui se caractérise par une matrice non fissurée, suivie d'une zone non linéaire de rigidité largement inférieure et qui se caractérise par la formation de multiples fissures avec une augmentation de l'effort jusqu'à atteindre la valeur ultime. Ce comportement, qui n'est pas observé dans le cas des composite 3F.S (où seulement une fissure a été créée), est dû à l'amélioration de l'adhérence fil-matrice par pré-imprégnation du fil. En effet, une fois la résistance en traction de la matrice atteinte dans une section, une fissure apparaît, l'effort est donc repris par les fils au niveau de cette section. Puisque les fils adhèrent bien à la matrice, ils redistribuent la force jusqu'à atteindre la résistance ultime de la matrice dans une autre section de composite, ainsi une autre fissure se produit. La répétition de ce processus conduit à la formation de multiples fissures le long du composite. Nous constatons aussi que l'ouverture des fissures est importante dans le cas des composites PIH, représentée sur la courbe par de grandes chutes successives de l'effort dans la deuxième zone, contrairement aux composites PIS.L, PIS.CSA et PIS.P, qui sont caractérisés par des microfissures.

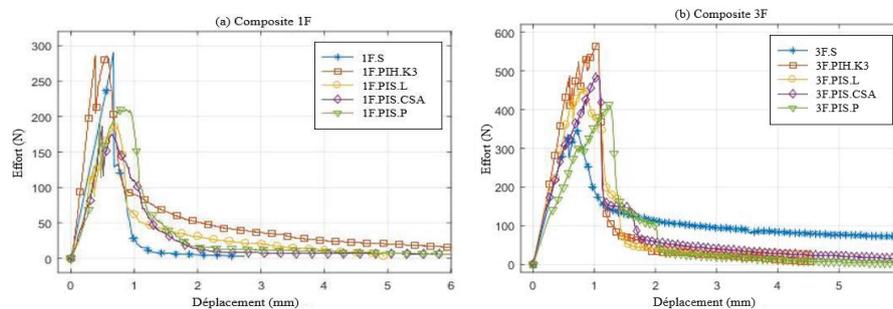


Figure 4. Comportement en traction des composites (a) 1F et (b) 3F pour différentes configurations

3.2. Mode de ruine

La rupture de la quasi-totalité des éprouvettes a été localisée au niveau des fissures situées au voisinage des talons. Trois modes de ruptures ont été observés lors de cette étude : (i) Rupture télescopique des fils au voisinage des talons, correspondant à la rupture successive des filaments externes et le glissement des filaments internes (figure 5.a). Ce mode de rupture a été observé dans le cas des composites 1F.S et 3F.S dont le renfort n'a pas été pré-imprégné. (ii) Rupture totale des filaments constituant les fils au niveau de l'une des fissures périphériques (figure 5.b). Cela est apparu dans le cas de la pré-imprégnation par voie humide permettant de répartir la contrainte dans la majorité des filaments grâce à la bonne adhérence fil-matrice. (iii) Mode de rupture intermédiaire dans le cas de la pré-imprégnation par voie sèche, caractérisé par la rupture des filaments externes mais aussi d'un nombre significatif de filaments internes, suivi par le glissement des filaments non rompus (figure 5.c). Notons qu'une bonne adhérence favorise le transfert de la charge du renfort à la matrice dès l'apparition de la première fissure, ainsi elle entraîne la création de plusieurs fissures sur différentes sections de l'éprouvette. Cependant, cela ne se produit pas si un faible taux de renfort est utilisé comme dans le cas du matériau 1F, où une seule fissure a été observée malgré la bonne imprégnation du fil.



Figure 5. Modes de ruptures des composites (a) 3F.S, (b) 3F.PIH et (c) 3F.PIS.CSA

3.3. Propriétés mécaniques

La dépendance de l'effort maximal F_{max} vis-à-vis de la pré-imprégnation (procédé + type de poudre) et du taux de renfort est représentée sur la figure 6. Le premier constat que nous pouvons faire est la forte influence du taux de renfort sur la résistance en traction : dans le cas d'utilisation d'un seul fil de verre comme renfort, qu'il soit sec ou bien pré-imprégné selon les deux procédés, l'effort F_{max} reste inférieur à celui de la matrice (chute entre 10 et 35%). Il semblerait donc que l'intégration d'un seul fil ne permet pas de renforcer le ciment mais plutôt d'engendrer des défauts dans la matrice, qui peuvent être liés à la réduction de sa compacité, et qui

conduisent à l'affaiblissement de sa résistance. En revanche, la mise en place de 3 fils dans la matrice a contribué à son renforcement. En effet, les composites 3F présentent une augmentation de F_{max} comprise entre 26 et 65% (en fonction de type de pré-imprégnation) par rapport au matériau R. Nous remarquons aussi que l'augmentation du taux de renfort permet l'augmentation de F_{max} que ce soit pour un fil sec ou bien pré-imprégné.

Dans le cas des composites 1F, la pré-imprégnation du fil par voie humide n'a pas un effet significatif sur F_{max} si nous prenons en considération la dispersion des valeurs des composites 1F.S et 1F.PIHK3. Cela était attendu puisque c'est la matrice qui gouverne le comportement du matériau à cause du faible taux de renfort, l'imprégnation ou pas du fil n'est pas très importante dans ce cas. Concernant la pré-imprégnation par voie sèche, l'effort maximal obtenu pour les trois types de poudre a chuté de 21 % en comparaison avec le composite 1F.S, cela peut être expliqué par l'augmentation du pourcentage du vide dans la matrice causée par le calandrage des fils qui est censé augmenter l'espace inter-filamentaire. Quant aux composites 3F, l'effort maximal est fortement influencé par le procédé de pré-imprégnation et le type de poudre utilisé. La plus grande valeur de F_{max} est atteinte quand les fils sont pré-imprégnés par voie humide (gain de 52%), grâce à la bonne pénétration des particules au sein des fils qui améliore l'adhérence fil-matrice. La pré-imprégnation par voie sèche avec du CSA, L et P a également contribué à l'amélioration de la résistance en traction du composite (gain de 37%, 25% et 16% respectivement). Ce procédé de pré-imprégnation à sec reste moins efficace que la pré-imprégnation manuelle par voie humide à cause de la structuration du fil d'une part et la perte d'une quantité de la poudre de pré-imprégnation pendant le transport des fils de l'entreprise au laboratoire ou pendant leur manipulation au moment de la fabrication des éprouvettes d'autre part.

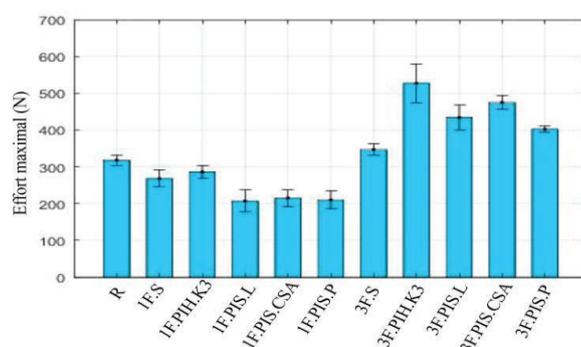


Figure 6. Evolution de l'effort ultime F_{max} en fonction des différentes configurations étudiées

4. Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus permettent de tirer les conclusions suivantes : (i) La charge de traction maximale est largement influencée par le taux de renforcement ; l'insertion d'un seul fil dans la matrice de ciment a réduit les propriétés mécaniques en créant des défauts dans la matrice, tandis que l'utilisation de trois fils comme renforcement est bénéfique. (ii) Les deux méthodes de pré-imprégnation, ont contribué à l'amélioration du comportement mécanique des composite 3F. La méthode humide a montré la meilleure amélioration mais avec une variabilité supérieure à celle de la méthode sèche car il s'agit d'un procédé manuel donc non contrôlé. (iii) Le mode de rupture des composites dépend de type pré-imprégnation utilisé. Bien que la méthode de pré-imprégnation humide montre la meilleure amélioration des propriétés mécaniques, elle reste limitée aux éléments préfabriqués simples, contrairement à la méthode de pré-imprégnation sèche qui permet la production d'éléments de grandes dimensions in situ en assurant une distribution homogène et contrôlée de la poudre dans le textile.

5. Bibliographie

[CAR 16] CARAMARO L., MARDUEL J., « Imprégnation voie sèche - Procédé d'imprégnation électrostatique de la société Fibroline », *Techniques de l'Ingénieur*, 2016.

[DVO 16] DVORKIN D., PELED A., « Effect of reinforcement with carbon fabrics impregnated with nanoparticles on the tensile behavior of cement-based composites », *Cement and Concrete Research*, vol. 85, 2004, p. 28-38.

[NAD 97] NADIV R., PELED A., MECHTCHERINE V., ET AL., « Micro-and nanoparticle mineral coating for enhanced properties of carbon multifilament yarn cement-based composites », *Composites Part B: Engineering*, 2017, vol. 111, p. 179-189.

[HOM 18] HOMORO O., MICHEL M., ET BARANGER T. N., « PULL-OUT RESPONSE OF GLASS YARN FROM ETTRINGITE MATRIX: EFFECT OF PRE-IMPREGNATION AND EMBEDDED LENGTH ». *COMPOSITES SCIENCE AND TECHNOLOGY*, 2018.