



HAL
open science

Méthodes quantitatives de caractérisation de l'imprégnation d'un fil multifilamentaire par une matrice cimentaire

Hana Aljewifi, Bruno Fiorio, Jean-Louis Gallias

► **To cite this version:**

Hana Aljewifi, Bruno Fiorio, Jean-Louis Gallias. Méthodes quantitatives de caractérisation de l'imprégnation d'un fil multifilamentaire par une matrice cimentaire. AUGC 2009, Jun 2009, Saint Malo, France. hal-00563846

HAL Id: hal-00563846

<https://hal.science/hal-00563846>

Submitted on 7 Feb 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Méthodes quantitatives de caractérisation de l'imprégnation d'un fil multifilamentaire par une matrice cimentaire

Hana Aljewifi — Bruno Fiorio — Jean-louis Gallias*

* Université de Cergy-Pontoise, L2MGC
5 Mail Gay-Lussac, Neuville sur Oise, 95031 Cergy-Pontoise cedex

RÉSUMÉ. Les bétons textiles utilisent comme renfort des fils multifilamentaires dont l'imprégnation par la matrice cimentaire conditionne largement les propriétés mécaniques. Deux méthodes expérimentales qui permettent de quantifier le niveau d'imprégnation du fil sont présentées ici. Ces méthodes ont été testées sur trois types de fils multifilamentaires de verre, pour trois niveaux d'imprégnation. Les résultats des deux méthodes proposées sont mis en parallèle avec la caractérisation qualitative de l'interface fil/matrice réalisée par microscope électronique à balayage, ce qui permet de faire le lien avec l'imprégnation.

ABSTRACT. Textile reinforced concretes use multifilament yarns as reinforcement. Their mechanical properties are mainly governed by the impregnation of these yarns with the cementitious matrix. Two experimental methods that allow to quantify the level of impregnation of the yarn are presented. These methods were tested on three different glass yarns, with three level of impregnation. The results are discussed and compared to qualitative characterisation obtained from scanning electronic microscopy, which allows to link them with the impregnation.

MOTS-CLÉS : fil multifilamentaire, filament, imprégnation, béton textile, écoulement, porosité.

KEYWORDS: multifilament yarn, filament, impregnation, textile concrete, flow, porosity.

1. Introduction

Le béton textile (Textile reinforced concrete, TRC) est un micro-béton renforcé de nappes textiles constituées de fils multi-filamentaires. Ce nouveau composite permet de nouvelles applications car il est utilisable en faible épaisseur, ce qui permet d'obtenir des éléments de poids réduit, résistant à la traction et fortement ductile (Jesse *et al.*, 2001). Les fils multi-filamentaires utilisés pour le renforcement de ces bétons sont constitués d'un assemblage de filaments micrométriques indépendants, ce qui donne des propriétés particulières à ces renforts, en comparaison à des renforts plus traditionnels.

Les propriétés mécaniques des TRC dépendent des propriétés mécaniques de ses constituants et des caractéristiques de la liaison fil / matrice cimentaire. Cette dernière est caractérisée par l'imprégnation partielle des filaments par la matrice cimentaire, qui conduit à la distinction de deux familles de filaments : les filaments « périphériques », ancrés dans la partie imprégnée du fil, et les filaments « de cœur », non ancrés (Ohno *et al.*, 1994 ; Langlois, 2004). L'existence de ces deux familles de filaments conduit, dans les modèles d'interaction fil multifilamentaire / matrice, à définir des paramètres liés au degré d'imprégnation pour déterminer la proportion de filaments de chaque sorte et leur contribution à la résistance à l'arrachement du fil (Banholtzer, 2004 ; Hegger *et al.*, 2003 ; Langlois *et al.*, 2005). Jusqu'à présent, ces paramètres sont définis arbitrairement et il est souvent délicat de les relier aux paramètres physiques de l'interface.

Le travail présenté dans la suite se focalise sur la problématique de l'imprégnation du fil par la matrice, pour proposer des indicateurs de l'imprégnation susceptibles d'aider à déterminer les paramètres d'interface utilisés dans les modèles. Il a consisté à tester sur des fils multifilamentaires imprégnés deux méthodes de caractérisation spécifiques en étudiant l'effet de la variation du degré d'imprégnation des fils sur les résultats obtenus.

2. Préparation des éprouvettes

2.1. Matrice cimentaire utilisée

Afin d'éviter l'endommagement des filaments pendant la fabrication des éprouvettes, la matrice cimentaire utilisée pour l'étude est un micro-béton constitué de ciment CEMI 52,5 (C), de sable fin 0 - 1,25 mm (S) et d'un superplastifiant (SP ; 64,4% d'extrait sec selon NF P18-380) utilisé pour obtenir le mortier très fluide nécessaire à la bonne mise en œuvre dans les moules cylindriques (3,6 cm de diamètre, 25 cm de hauteur). On a : $E/C = 0,5$; $S/C = 1,4$; $SP/C = 0,0035$.

Un coulis de ciment a également été utilisé dans certains cas pour simuler une imprégnation complète du fil par la matrice cimentaire. Sa composition était la même que celle de la pâte de ciment du micro-béton utilisé. Compte tenu de

l'absorption d'eau du sable (1,10% selon NF EN 1097-6), les paramètres de formulation du coulis étaient les suivants : $E/C = 0,48$; $SP/C = 0,0035$.

2.2. Fils multifilamentaires

Trois fils multifilamentaires de verre, nommés dans la suite OC1, OC2 et SG1, ont été utilisés dans cette étude. Ce sont des rovings (fils fabriqués par assemblage de filaments continus) directs (assemblage direct des filaments en sortie de filière) ou assemblés (assemblage des filaments en sortie de filière pour constituer des mèches elles même assemblées ensuite pour constituer un fil). Un roving assemblé présente une sous structure de mèches qui n'existe pas dans le cas d'un roving direct. Les filaments sont revêtus d'une enduction (l'ensimage) dont le rôle est variable. Elle peut servir à agglomérer les mèches, protéger le verre, favoriser les interactions avec la matrice, etc. Sa composition exacte est inconnue car protégée par le secret de fabrication. Le tableau 1 donne les caractéristiques principales des trois fils utilisés.

	OC1	OC2	SG1
Type de verre	E	E	AR
Type de roving	assemblé	direct	assemblé
Diamètre filamenteaire (μm)	12	17	14
Titre ($\text{tex} = \text{g/km}$)	2400	2400	2450
Masse volumique du verre (kg/m^3)	2530	2530	2680
Nombre moyen de filaments	8388	4180	5939

Tableau 1. Caractéristiques des fils de verre.

2.3. Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes sont constituées d'un fil multifilamentaire rectiligne centré dans un cylindre de micro-béton (3,4 cm de diamètre, hauteur 25 cm). Des éprouvettes de référence, sans fils, sont également réalisées.

Le positionnement du fil est obtenu en utilisant un moule spécifique permettant le maintien en position du fil avant de couler le micro-béton. Les éprouvettes sont fabriquées suivant l'un des trois processus décrits ci-après, destinés à contrôler le degré d'imprégnation :

– Fil non-imprégné (N) : le fil est mouillé à l'eau avant coulage du béton afin de saturer les vides inter-filamentaires. Les forces capillaires induites conduisent dans ce cas à une réduction de la distance inter-filamenteaire comparé au cas du fil sec.

– Fil partiellement imprégné (P) : le fil est sec au moment du coulage. Par capillarité, l'eau de la pâte de ciment pénètre le fil en entraînant des particules de ciment qui restent en périphérie du fil (effet filtre de l'amas filamenteaire).

– Fil complètement imprégné (C) : pour simuler l'imprégnation complète du fil, le fil est saturé par le coulis de ciment décrit au 2.1. avant coulage de l'éprouvette. La saturation est obtenue par action manuelle sur le fil placé dans un bain de coulis.

Les éprouvettes sont démoulées à 24h et stockées 28 jours dans l'eau. Elles sont ensuite utilisées pour réaliser des essais de caractérisation de l'imprégnation suivant trois méthodes différentes. Deux méthodes basées sur la porosimétrie mercure et la mesure d'écoulement sont conçues pour donner des résultats quantitatifs. La troisième méthode (microscopie électronique) donne des résultats plus qualitatifs.

3. Porosimétrie mercure comparée

3.1. Principe

L'objectif de cet essai est d'évaluer la porosité spécifiquement associée à la présence d'un fil multifilamentaire dans la matrice cimentaire (porosité interfilamentaire et porosité de l'interface fil / matrice). Pour cela, on compare la distribution des pores dans un échantillon contenant le fil à étudier avec la distribution des pores dans le mortier de référence. Ces distributions sont déterminées par porosimétrie mercure (Baudouin, 1979 ; Feldman *et al.*, 1991 ; Baroghel-Bouny, 1994). Compte tenu du diamètre des filaments constituant les fils étudiés, et en supposant un arrangement des filaments similaires à ceux présentés figure 1, le diamètre maximum des pores interfilamentaires est grossièrement estimé à 2 à 6 μm . En conséquence il a été choisi de s'intéresser plus particulièrement aux tailles de pores comprises entre 0,3 et 3 μm , dont la distribution est plus susceptible d'être influencée par la présence du fil.

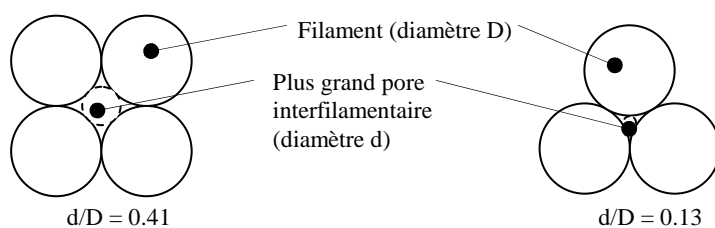


Figure 1. Porosité interfilamentaire.

A fin de comparaison, la distribution de référence du micro-béton a été déterminée à partir de mesures réalisées sur des échantillons de mortier sans fil. Les mesures de porosité mercure étant influencées par la taille et la géométrie de l'échantillon (Diamond *et al.*, 1993), deux types d'échantillon de référence ont été utilisés, l'un percé d'un trou de 2,5 mm de diamètre, l'autre non percé, afin de reproduire la percolation du mercure dans un échantillon contenant respectivement

un fil peu imprégné ou un fil très imprégné. La référence est constituée par la moyenne des distributions mesurées pour les échantillons percés et non percés.

3.2. Porosité liée au fil

Pour toutes les configurations (type de fil, degré d'imprégnation), la porosité interfilamentaire est étudiée en s'intéressant à la distribution des pores de taille comprise entre 0,3 et 3 μm . La figure 2 donne l'exemple du fil SG1. Pour permettre une comparaison simple des différentes configurations, nous réduisons la distribution des pores dans la gamme de diamètre étudiée au volume cumulé des pores correspondant, que nous noterons dans la suite $v_{0,3-3}$.

La figure 3 donne les valeurs de $v_{0,3-3}$ obtenus pour chaque configuration. Si on met de côté la mesure correspondant à OC1N, on constate toujours l'augmentation de $v_{0,3-3}$ lorsque le degré d'imprégnation du fil augmente, ce qui montre la pertinence de ce paramètre vis-à-vis de l'étude de l'imprégnation. Cette tendance s'explique par la méthodologie utilisée pour contrôler le degré d'imprégnation : le pré-mouillage du fil (N) entraîne, du fait des forces capillaires, la compaction des filaments tandis que la pré-imprégnation manuelle avec le coulis de ciment (C) désorganise les filaments et crée des vides entre les filaments enrobés de pâte de ciment. L'imprégnation partielle (P) conduit à un comportement intermédiaire.

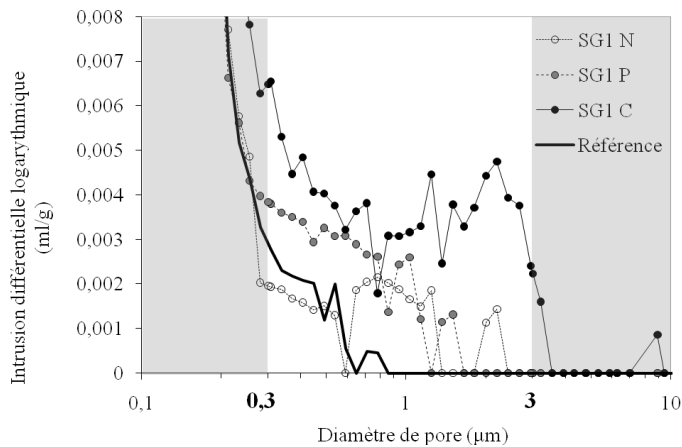


Figure 2. Porosité mercure comparée : distribution des pores pour le fil SG1.

4. Essai d'écoulement

L'essai d'écoulement consiste à mesurer le débit d'un écoulement d'eau le long du fil sous l'effet d'un gradient de pression de 1,075 bar/cm. Les échantillons sont des cylindres de 2 cm de hauteur obtenus par sciage des éprouvettes décrites au 2.3.

Deux mesures sont faites pour chaque configuration (type de fil, degré d'imprégnation) ainsi que pour la matrice de référence. Les débits mesurés pour OC1P, OC2N et SG1N sont très supérieurs à celui mesuré pour la matrice (figure 4), ce qui dénote une porosité connectée parallèle au fil. Dans les autres cas, les débits sont au moins quatre fois plus faibles, signe d'une porosité moins connectée.

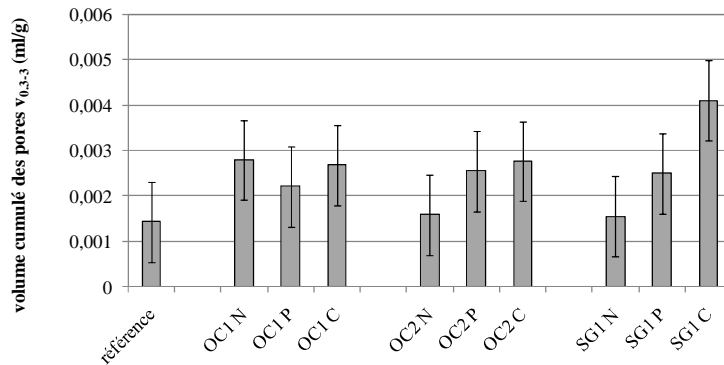


Figure 3. Volume cumulé des pores et précision des mesures.

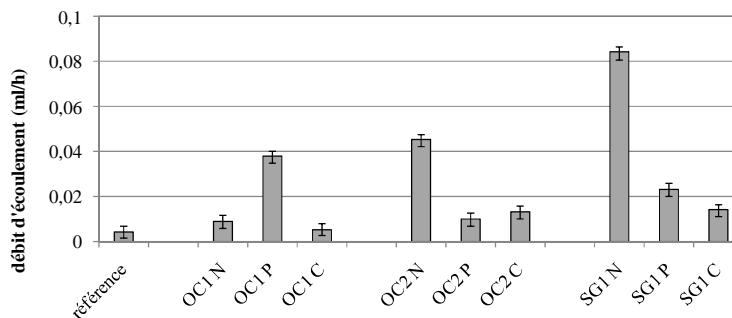


Figure 4. Débit d'écoulement le long des fils et précision des mesures.

5. Microscopie électronique à balayage

5.1. Préparation des échantillons

Des observations MEB ont été réalisées pour chaque configuration avec l'objectif de caractériser l'imprégnation du fil. En particulier, l'attention a été portée sur l'homogénéité de l'imprégnation et sur la recherche des filaments de cœur et des filaments périphériques. Les observations ont été faites à 28 jours, sur des sections

longitudinales (parallèles au fil) des éprouvettes. Ces sections étaient obtenues par fendage de tronçons d'éprouvette de 4 cm de long.

5.2. Fils OC1

La figure 5 montre les coupes longitudinales obtenues avec le fil OC1, pour les trois degrés d'imprégnation. Chaque mode de mise en œuvre du fil dans la matrice conduit à un faciès différents. Le pré-mouillage du fil (N) conduit à des filaments parallèles, en majorité non imprégnés. A l'inverse, la pré-imprégnation au coulis de ciment (C) conduit à la pénétration du coulis à cœur du fil, avec des filaments partiellement entremêlés du fait de l'action mécanique exercée sur le fil lors de la mise en œuvre. Dans le cas du fil partiellement imprégné (P), un faciès intermédiaire est observé, avec une majorité de filaments liés à la matrice, ce qui signifie que la longueur libre de la majorité des filaments (distance entre deux points de liaison avec la matrice) est inférieure à la longueur de l'échantillon (4 cm).

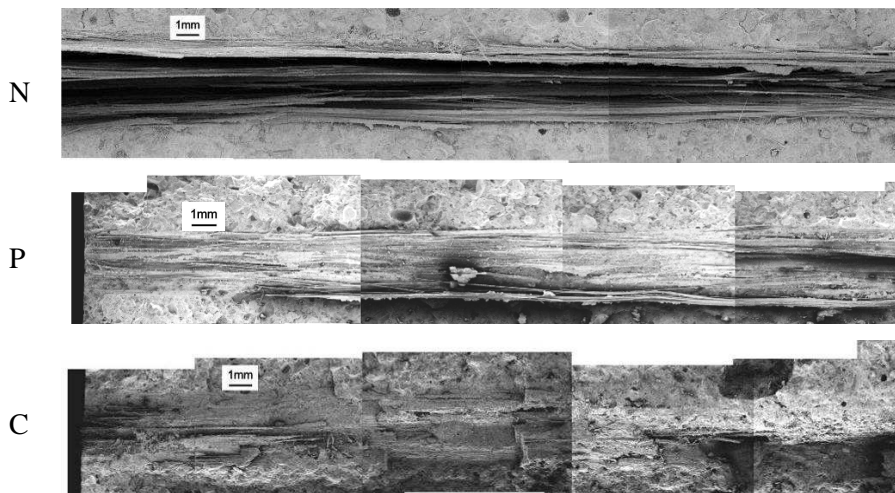


Figure 5. Sections longitudinales des fils OC1.

5.3. Fils OC2

Les observations réalisées sur les échantillons OC2 montre que l'imprégnation est similaire à celle observée pour les échantillons OC1 (voir figure 6). Les filaments de l'échantillon OC2N sont parallèles, non-imprégnés à l'exception d'une fine couche en périphérie. Le fil OC2P apparaît comme très similaire au fil OC2N. La principale différence est le désalignement plus marqué de certains filaments et la présence de produits d'hydratation au sein des filaments de cœur. Comme dans le cas du fil OC1C, le fil OC2C est organisé très différemment des fils N et P. Dans ce

cas, du fait de la structure spécifique du fil (roving direct), filaments et matrice sont intimement mêlés et on ne détecte pas de filaments de cœur. Le fil imprégné apparaît comme un corps fibreux homogène, noyé dans le micro-béton.

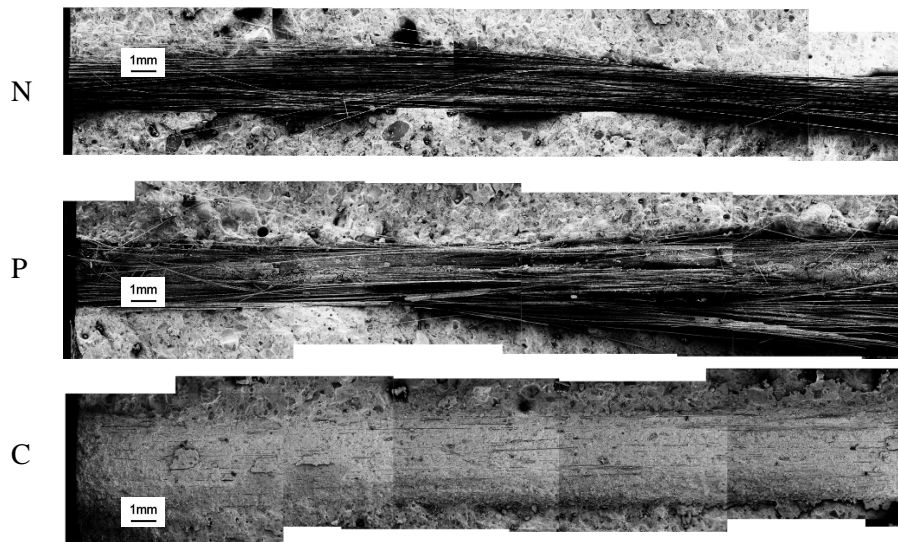


Figure 6. Sections longitudinales des fils OC2.

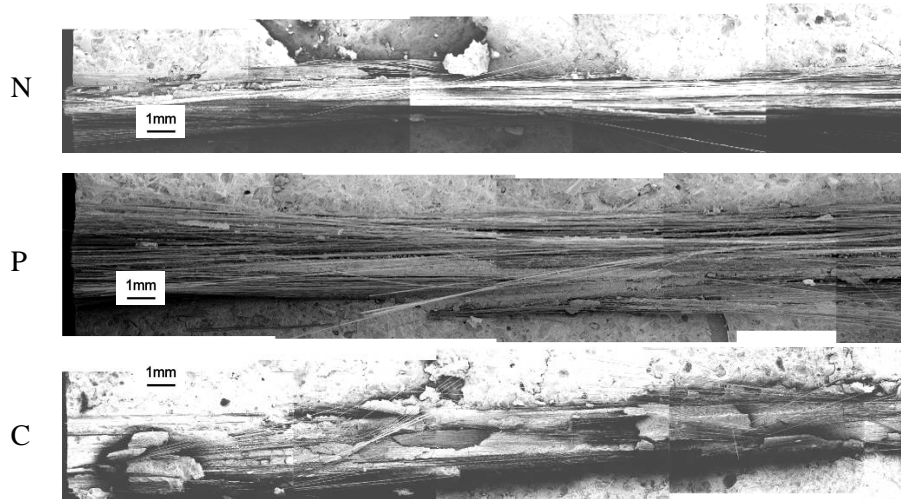


Figure 7. Sections longitudinales des fils SG1.

5.4. Fils SG1

La figure 7 montre l'imprégnation du fil pour les différents degrés d'imprégnation. Comme pour les autres fils, la configuration N conduit à un fil peu imprégné, avec une part importante de filaments de cœur. SG1P est similaire à SG1N : de large portion de filaments sont non revêtues par la matrice cimentaire. Cependant, la matrice cimentaire a pénétré en certain endroit le fil, ce qui se manifeste par des amas de pâte de ciment dans lesquels des filaments sont enrobés. Le fil SG1C est beaucoup plus imprégné que les fils SG1N et SG1P. Contrairement aux autres fils C, d'importantes portions de filaments ne sont pas en contact avec la matrice (décohésion filaments / matrice au cours du fendage préalable à l'observation MEB) ce qui signe une adhésion matrice cimentaire / filaments moins importante que dans le cas des fils OC1 et OC2.

5.5. Imprégnation des fils

Le diamètre du fil imprégné et la profondeur de pénétration de la matrice cimentaire dans le fil ont été estimés à partir des observations MEB pour chaque configuration (cf. tableau 2). On définit l'indice d'imprégnation i_Y comme le rapport de la surface imprégnée à la surface apparente totale de la section du fil, en supposant le fil de section cylindrique et une profondeur de pénétration constante de la matrice dans le fil. Compte tenu des observations MEB, nous avons supposé l'imprégnation des fils C totale ($i_Y = 100\%$). On constate une augmentation progressive de i_Y lorsque le degré d'imprégnation augmente pour les fils OC1 et SG1 (rovings assemblés). Dans le cas du fil OC2 (roving direct), i_Y n'augmente que lorsque le fil est soumis à l'action mécanique permettant l'introduction de la matrice dans le fil.

Configuration	Diamètre du fil imprégné (μm)	Profondeur d'imprégnation (μm)			i_Y
		Min.	moyenne	Max.	
OC1 N	3520	250	375	500	38%
OC1 P	3260	600	700	800	67%
OC1 C	4190				100%
OC2 N	2690	160	170	180	24%
OC2 P	3390	160	170	180	19%
OC2 C	4260				100%
SG1 N	3190	100	125	150	15%
SG1 P	4270	300	325	350	28%
SG1 C	3220				100%

Tableau 2. Caractérisation de l'imprégnation des fils.

6. Analyse et conclusion

La figure 8 montre les relations entre débit mesuré lors des essais d'écoulement, volume cumulé des pores et indice d'imprégnation. Des tendances grossières sont observables :

– L'écoulement est une fonction décroissante de l'indice d'imprégnation. Cette tendance s'explique, pour les fils les moins imprégnés (N), par l'alignement des filaments observé (figures 5, 6 et 7). Celui-ci est dû à l'action capillaire de l'eau utilisée pour saturer le fil avant coulage du mortier. Cet alignement favorise l'existence de pores parallèles à la direction d'écoulement. Dans le cas des fils les plus imprégnés (C), la présence de la matrice cimentaire dans les vides interfilamentaires conduit l'écoulement à se mettre en place dans la porosité du mortier, ce qui est moins favorable. Pour les débits les plus importants, les différences observées entre les différents types de fils sont imputables à la nature de l'ensimage, qui influence la mouillabilité des filaments.

– Le volume cumulé des pores est une fonction croissante de l'indice d'imprégnation. Cela est attribué à l'augmentation des désordres dans l'organisation des filaments, sous l'effet de l'introduction de la matrice cimentaire dans le milieu interfilamentaire. Cet effet est particulièrement sensible dans le cas C.

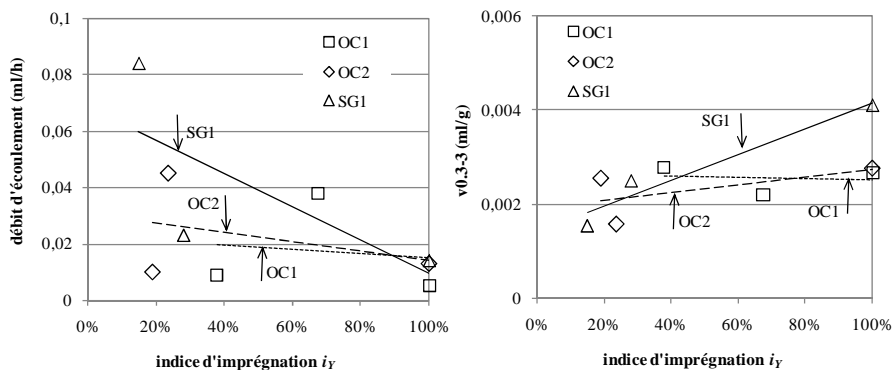


Figure 8. Evolution du débit d'écoulement (à gauche) et du volume cumulé des pores (à droite) en fonction de l'indice d'imprégnation.

Ces résultats relient l'imprégnation aux paramètres physiques mesurés par l'essai d'écoulement et l'essai de porosimétrie comparée. Ils présentent des tendances qui permettent d'envisager d'évaluer le degré d'imprégnation des fils multifilamentaires à partir d'essais de type écoulement et porométrie. Cependant, les relations mises en évidence restent complexes et ne sont que partiellement interprétées. Des mesures complémentaires, destinées à préciser le rôle des paramètres mis en jeu, sont encore

nécessaires pour pouvoir utiliser pleinement ce type de mesures pour déterminer simplement le degré d'imprégnation d'un fil.

7. Références bibliographiques

- Banholzer B., Bond behaviour of a multi-filament yarn embedded in a cementitious matrix, thèse, RWTH Aachen University, Germany, 2004.
- Baroghel-Bouny V., Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons méthodes, analyse, interprétations, thèse de doctorat, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) Paris, France, 1994.
- Beaudoin J.J., «Porosity measurement of some hydrated cementitious systems by high pressure mercury intrusion-microstructural limitations», *Cement and Concrete Research*, vol. 9, 1979, p. 771-781.
- Diamond S., Bonen D., «Microstructure of hardened cement paste—A new interpretation». *J Amer Cer Soc*, vol. 76, 1993, p. 2993-2999.
- Feldman R.F., Beaudoin J.J., «Pretreatment of hardened hydrated cement pastes for mercury intrusion measurements», *Cement and Concrete Research*, vol. 21, 1991, p. 297-308.
- Hegger J., Bruckermann O., «WILL, N.: Bond characteristics of multi-filament yarns in a cementitious matrix: Pull-out tests and their numerical simulation», *Techtextil-Symposium 2003. 12th International Symposium for Technical Textile, Nonwovens and Textile Reinforced Materials*, April 9, 2003, Frankfurt/ Main, Germany, Lecture No. 4.24.
- Jesse F., Curbach M., «The present and the future of textile reinforced concrete», In: *5th International Conference on Fibre Reinforced Plastics for Reinforced Concrete Structures, July 16-18, 2001, Cambridge, UK*, p. 593-608.
- Langlois V., Etude du comportement mécanique des matériaux cimentaires à renforts synthétiques longs ou continues, thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, France, 2004.
- Langlois V., Beaucour A.L., Cabrillac R., Fiorio B., GOUVENOT D., «Study and model of the bond of carbon yarn embedded in a cementitious matrix», *3rd International Congress Composites in Construction*, July-11-13, 2005, Lyon, France.
- Ohno S., Hannant, D.J.: «Modelling the stress-strain response of continuous fiber reinforced cement composites», *ACI Materials Journal*, vol. 91, 1994, p. 306-312.