

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة سعد دحلب - البليدة
Université de SAAD DAHLAB - Blida
كلية علوم الهندس
Faculté des Sciences de l'Ingénieur
قسم الهندسة المدنية
Département de Génie Civil
Laboratoire de Matériaux et Génie Civil

أطروحة دكتوراه
Thèse de Doctorat

En Cotutelle avec l'Université de Cergy-Pontoise
-France -

Présentée par :

Mr: Mohamed SAID MANSOUR
Magister en Génie Civil

Thème

***Influence du Métakaolin sur le Comportement Rhéologique et Mécanique
des Bétons à Hautes Performances***

Soutenue le 29 décembre 2010 devant le jury composé de:

B. MENADI	Maître de Conférences, Université de Blida	Président du jury
K. AIT-MOKHTAR	Professeur, Université La Rochelle (France)	Examineur
K. EZZIANE	Maître de Conférences, Université de Chlef	Examineur
R. BENNACER	Professeur, ENS Cachan (France)	Examineur
S. KENAI	Professeur, USD de Blida	Directeur de Thèse
E. KADRI	Maître de Conférences, Université de Cergy Pontoise (France)	Co-Directeur de Thèse

REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche a été effectué dans le cadre d'une convention de cotutelle entre l'Université SAAD DAHLEB de Blida (Algérie) et l'Université de CERGY-PONTOISE (France).

Je tiens à exprimer mes profonds remerciements Monsieur K. EZZIANE, Maître de Conférences HDR à l'Université Hassiba Benbouali de Chlef (Algérie) et Monsieur K. AIT-MOKHTAR, Professeur à l'Université de la Rochelle (France) pour avoir accepté d'examiner cette étude dans le détail et d'en avoir été les rapporteurs.

Je souhaite exprimer mes remerciements à Monsieur B. MENADI, Maître de Conférences HDR de l'Université Saad Dahleb de Blida (Algérie), à Monsieur M. GHRICI, Maître de Conférences HDR à l'Université Hassiba Benbouali de Chlef (Algérie) et à Monsieur R. BENNACER, Professeur à l'ENS Cachan, pour avoir bien voulu accepter de participer à ce jury, prouvant ainsi l'intérêt qu'ils portent à ce travail.

Je voudrais également exprimer mes remerciements aux Directeurs de thèse, Monsieur S. KENAI, Professeur à l'Université Saad Dahleb de Blida et Monsieur E. KADRI, Maître de conférences HDR à l'Université de Cergy-Pontoise, pour leurs conseils précieux, leurs remarques et leur disponibilité. Nos échanges et nos discussions ont engendré une partie consistante de ce travail.

J'exprime ma gratitude à l'ensemble du personnel enseignant, personnel technique et administratif ainsi qu'à l'ensemble des chercheurs du LMGC à l'Université de Blida et du L2MGC à l'Université de Cergy Pontoise pour leur disponibilité et leur gentillesse.

Je souhaite enfin, remercier tous ceux qui d'une manière ou d'une autre ont contribué au bon déroulement de ce travail.

DEDICACES

A la mémoire de mon père

A ma mère

Ma femme et mes deux filles: Khadidja et Hala

Mes frères et sœurs

RESUME

L'utilisation de l'argile calcinée, sous forme de métakaolin, en tant que matériau pouzzolanique pour le mortier et le béton a suscité l'attention considérable ces dernières années.

Le présent travail décrit les résultats d'un projet de recherche lancé pour étudier la calcination d'un kaolin local à diverses températures (650, 750, 850 et 950 °C) et les diverses durées (2, 3 et 4 heures). Ce traitement a produit un métakaolin avec une activité pouzzolanique élevée. L'activité pouzzolanique a été évaluée par la chaleur d'hydratation et la résistance à la compression à 28 jours. L'activité maximale a été obtenue à 850 °C pendant une durée de 3 heures. Les résultats observés ont montré qu'une substitution du ciment par 10% de métakaolin augmente la chaleur d'hydratation et améliore la résistance à la compression. L'utilisation combinée du filler calcaire et métakaolin pour produire un ciment ternaire a amélioré la résistance à la compression au jeune âge et à long terme. La durabilité a été également améliorée par une meilleure résistance aux acides.

L'application d'une approche non paramétrique de Réseaux de Neurones Artificiels (RNAs) pour prévoir le coefficient d'efficacité du métakaolin est très bénéfique car elle est basée sur des approximations qui permettent de tenir compte des facteurs essentiels tels que le dosage en ciment, le taux de substitution par l'ajout, le rapport E/C et l'âge du béton.

Mots clés : Métakaolin, filler calcaire, chaleur d'hydratation, résistance à la compression, résistances aux acides, réseaux de neurones, coefficient d'efficacité.

ABSTRACT

The use of calcined clay, in the form of metakaolin (MK), as a pozzolanic materials for mortar and concrete has received considerable attention in recent years. The present paper describes the results of a research project initiated to study the calcination of a local kaolin at various temperatures (650, 750, 850 and 950°C) and durations (2, 3 and 4 hours) to produce metakaolin with a high pozzolanic activity. The pozzolanic activity was assessed by 28-days compressive strength and hydration heat methods. The maximum identified activity was obtained at 850°C for 3 hours duration. The observed results establish that an increase of both hydration heat and compressive strength was obtained when ordinary Portland cement was replaced by 10% MK. The combined use of limestone filler and metakaolin to produce ternary blended cement improves the early age and the long-term compressive strength. The durability was also enhanced as better acidic resistance was observed.

In the present studies, the models in artificial neural networks (ANN) for predicting efficiency factor of metakaolin have been developed; this model is based on approximations which make it possible to take account of the essential factors such as cement proportioning, the rate of substitution by addition, ratio W/B and the age of concrete.

Key words: Metakaolin, limestone filler, heat of hydration, compressive strength, acid resistance, neural networks, efficiency factor.

ملخص

جلب استعمال المتكاولان الناتج عن الطين المحروق، كمادة بوزولانية للمونة و الخرسانة، انتباها كبيرا في هذه السنوات الأخيرة.

تهدف الدراسة الحالية إلى عرض نتائج مشروع بحث حول المعالجة الحرارية للكاولان المحلي تحت درجات حرارة مختلفة (650، 750، 850 و 950 م°) و مدة مكوث الكاولان داخل الفرن (2، 3 و 4 ساعات) لإنتاج مادة الميتاكاولان ذات نشاط بوزولاني مرتفع. تم تحديد هذا النشاط البوزولاني عن طريق حرارة هدرجة المونة و المقاومة للضغط لمدة 28 يوما. الكاولان المعالج تحت درجة حرارة 850 م° لمدة 3 ساعات أعطى نشاطا عاليا. أثبتت النتائج الأولية أن استعمال الميتاكاولان المتحصل عليه في الإسمنت بنسبة 10 % يعطي حرارة هدرجة عالية ويحسن من المقاومة للضغط.

يهدف هذا البحث أيضا إلى دراسة إضافة مضاف فعال غير فعال (الحجر الكلسي) على الخواص الميكانيكية وديمومة الإسمنت الميتاكاوليني، تمكن هذه الدراسة من اختيار الخلطات المثلى (ميتاكاولان/حجر كلسي) من ناحية الخواص الميكانيكية و من ناحية الديمومة. أثبتت النتائج التأثير الإيجابي لاستعمال مضافين في نفس الوقت وذلك بتحسين المقاومة الميكانيكية القصيرة والطويلة المدى وكذلك تحسين مقاومة الأحماض.

إن تطبيق مقارنة الشبكات العصبية لاستقراء معامل الفعالية للميتاكاولان مجدية لأنها تعتمد على مقاربات تسمح بالأخذ بعين الاعتبار العناصر الأساسية للخرسانة، كعيار الإسمنت، نسبة الميتاكاولان، نسبة الماء إلى الإسمنت و عمر الخرسانة.

مفاتيح: الميتاكاولان، الحجر الكلسي، حرارة الهدرجة، الخواص الميكانيكية، مقاومة الأحماض، الشبكات العصبية، معامل الفعالية.

Glossaire

ATG: Analyse Thermogravimétrique

BET: Brunauer Emmet Teller (théorie de mesure de la surface spécifique)

CEM I: Ciment Portland sans ajout

DRX: Diffraction par Rayon X

MEB: Microscopie Electronique à Balayage

MK: Métakaolin

PM: Perte de Masse

PRC: Perte de Résistance à la Compression

Liste des figures

	Page
Figure 1.1: Arrangement atomique des couches (a) Si_2O_5 et (b) $\text{AlO}(\text{OH})_2$ -- \bullet Si (a) ou Al (b); \circ Oxygène; \blacksquare Hydroxyle.	11
Figure 1.2: Schéma de perspective de la kaolinite avec les tétraèdres (Si-O) sur la moitié inférieure de la couche et les octaèdres (Al-O, OH) sur la moitié supérieure.	11
Figure 1.3 : Teneur en CH calculée sur la base du poids de ciment.	20
Figure 1.4 : Variation de la teneur en CH en fonction de l'âge, mesurée par ATG, pour le (a) mortier et (b) la pâte contenant le métakaolin.	21
Figure 1.5 : Évolution de CH en fonction du temps d'hydratation.	22
Figure 1.6: Effet des différents ajouts sur la chaleur d'hydratation: (a) FS. (b) CV et (c) MK.	27
Figure 1.7 : Variation de la résistance à la compression des bétons soumis à différents régimes de cure.	30
Figure 1.8 : Variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction de l'âge de cure pour des bétons contenant le métakaolin.	34
Figure 1.9: Expansion des mortiers contenant le MK immergés dans une solution de sulfate de sodium a) ciment à teneur élevée en C_3A et b) teneur moyenne en C_3A .	38
Figure 1.10: Influence des concentrations de solution et de la teneur en MK sur l'expansion des éprouvettes de mortier exposées à la solution de sulfate de magnésium.	39
Figure 1.11: Influence de la teneur en MK sur la variation de l'expansion avec la période d'exposition au sulfate pour un rapport E/L de 0.5.	41
Figure 1.12: Influence de la teneur en MK sur la variation de l'expansion avec la période d'exposition au sulfate pour un rapport E/L de 0.6.	41
Figure 1.13: Perte de poids due à l'attaque par l'acide.	45
Figure 1.14: Réduction de la résistance à la compression dans une solution 2% H_2SO_4 .	46
Figure 1.15: Perte de masse en fonction de la période d'immersion.	47
Figure 1.16: Taux de diffusion de chlorure dans les mortiers.	48
Figure 2.1- Localisation du gisement de Tamazert.	51
Figure 2.2: Distribution de la taille des particules.	52
Figure 2.3: DRX du filler calcaire FC1.	54
Figure 2.4: DRX du filler calcaire FC2.	54
Figure 2.5 : Courbe granulométrique du sable normalisé.	55
Figure 2.6: Appareil de mesure du temps d'écoulement sous vibration (maniabilimètre).	56

Figure 2.7: Calcination du kaolin.	57
Figure 2.8: Appareil microscope électronique à balayage MEB.	59
Figure 2.9: Machine de compression/flexion 3R.	60
Figure 2.10: Banc d'essai pour la chaleur d'hydratation.	63
Figure 2.11: Immersion des éprouvettes dans les solutions acides a) 3% H ₂ SO ₄ et b) 1% HCl.	64
Figure 2.12: Programme expérimental de l'étude.	66
Figure 3.1: Indice d'activité des mortiers à l'âge de 28 jours.	68
Figure 3.2: Développement de la chaleur d'hydratation cumulée pendant 24 heures.	69
Figure 3.3: DRX du (a) kaolin et (b) kaolin traité à 850 °C pendant 3 heures.	70
Figure 3.4: MEB (a) kaolin et (b) kaolin calciné.	71
Figure 3.5 : Evolution de la température dans l'éprouvette pendant 6 jours.	72
Figure 3.6 : Evolution de la chaleur cumulée en fonction de l'âge.	73
Figure 3.7: Influence du MK sur le pic de température.	74
Figure 3.8: Influence du MK sur le temps nécessaire pour avoir le pic de température.	75
Figure 3.9: Evolution du flux thermique en fonction du temps pour différentes teneurs enMK.	75
Figure 3.10: Influence du rapport E/L sur la demande en superplastifiant.	76
Figure 3.11 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps.	77
Figure 3.12: Corrélation entre la résistance à la compression et la chaleur d'hydratation.	78
Figure 3.13: Résistance à la compression relative	79
Figure 3.14: DRX des pâtes de ciment contenant le MK à l'âge de 90 jours.	80
Figure 3.15: Evolution de la résistance à la compression (MPa) en fonction de l'âge pour différents rapports E/L.	81
Figure 3.16: Evolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge	82
Figure 3.17 : Courbes isoréponses de la résistance à la compression (MPa) du système CEMI-MK-FC1 à différents âges.	87
Figure 3.18 : Courbes isoréponses de la résistance à la compression (MPa) du système CEMI-MK-FC2 à différents âges.	88
Figure 3.19: Variation de la masse en fonction de la période d'immersion.	89
Figure 3.20 : Perte de masse en fonction de la période d'immersion.	91
Figure 3.21 : Perte de masse en fonction de la période d'immersion dans une solution de 1% HCl.	91
Figure 3.22: Perte de la masse en fonction de la période d'immersion dans une solution de 2.5% H ₂ SO ₄ .	92

Figure 3.23: Photos des éprouvettes en mortier après 32 semaines d'immersion dans une solution de 2% H_2SO_4 .	93
Figure 3.24: Perte de résistance des éprouvettes immergées dans les solutions 5% $MgSO_4$ et 5% Na_2SO_4 .	94
Figure 4.1: Différentes classes d'activité selon le coefficient d'activité.	97
Figure 4.2: Variation des facteurs d'efficacités χ des Cendres volantes.	102
Figure 4.3: Variation des facteurs d'efficacités χ des Fumées de Silice à 28 jours.	103
Figure 4.4: Connexion entre deux Neurones Biologiques.	105
Figure 4.5: Modélisation du neurone formel.	106
Figure 4.6: Quelques Fonctions d'activation.	107
Figure 4.7: Réseau de neurones à niveaux multiples	108
Figure 4.8: Organigramme de Rétropropagation.	108
Figure 4.9: Architecture du RN développée.	112
Figure 4.10: Résultats d'apprentissage et test de réseau de neurones du métakaolin.	113
Figure 4.11: Confrontation des résultats.	114
Figure 4.12: Effet du taux de substitution sur le coefficient d'efficacité	115
Figure 4.13: Variation du coefficient d'efficacité du MK en fonction de l'âge.	116

Liste des tableaux

Page

Tableau 1.1: Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes.	13
Tableau 1.2 : Propriétés des mélanges de béton à l'état frais et durci.	24
Tableau 1.3 : Substitutions optimales selon l'âge du matériau.	28
Tableau 1.4: Résistance à la compression des bétons contenant le MK.	29
Tableau 1.5: Résistance à la compression des bétons contenant les cinq MK.	30
Tableau 1.6: Résistance à la compression (R_c) des mortiers immergés dans une solution 0.2 M $MgSO_4$.	42
Tableau 2.1: Caractéristiques du ciment, du kaolin et des fillers calcaires.	53
Tableau 2.2- Les différentes combinaisons (CEM I+MK + FC1 ou FC2).	61
Tableau 3.1: Analyse chimique du kaolin avant et après calcination.	69
Tableau 3.2: Résistance à la compression des mortiers pour le système CEM I/MK/FC1.	84
Tableau 3.3: Résistance à la compression des mortiers pour le système CEM I/MK/FC2.	84
Tableau 3.4: Coefficients obtenus pour le modèle quadratique pour la résistance à la compression du mortier contenant le MK et/ou le FC1 et le coefficient de détermination (R^2)	86
Tableau 3.5: Coefficients obtenus pour le modèle quadratique pour la résistance à la compression du mortier contenant le MK et/ou le FC2 et le coefficient de détermination (R^2)	86
Tableau 4.1: Expressions des Coefficients d'Efficacité obtenues selon <i>Boolomey, Feret</i> et <i>d'Abrams</i> .	99
Tableau 4.2: Historique des Recherches sur l'efficacité des additions minérales.	100
Tableau 4.3: Facteur d'Efficacité fonction du taux de substitution de cendre volante.	101
Tableau 4.4: Coefficient d'Efficacité du laitier à 28 jours.	104
Tableau 4.5: Gammes des constituants et propriétés des bétons	111
Tableau 4.6: Architecture et paramètres du modèle de RNA.	113
Tableau 4.7: Composition des mélanges des bétons.	114

Table des Matières

Résumé	
Abstract	
Liste des tableaux	
Listes des figures	
Introduction générale.....	2
Chapitre 1: Revue bibliographique	
1.1 Introduction	7
1.2 Constituants des ciments.....	7
1.2.1 Le clinker Portland (<i>EN 197-1</i>).....	7
1.2.2 Les additions minérales	8
<i>1.2.2.1 Additions de type I</i>	8
<i>1.2.2.2 Additions de type II</i>	9
1.2.3 Utilisation des ajouts en Algérie	12
1.2.4 La désignation des ciments courants selon la norme européenne.....	12
1.3 Hydratation du ciment	13
1.3.1 Réactions d'hydratation du clinker	14
<i>1.3.1.1 Hydratation du C_3S et du C_2S</i>	14
<i>1.3.1.2 Hydratation du C_3A</i>	15
<i>1.3.1.3 Hydratation du C_4AF</i>	16
1.3.2. Effet du métakaolin sur l'hydratation du ciment.....	16
1.4 Effet du métakaolin sur les propriétés des mortier et bétons.....	22

1.4.1 Effet du métakaolin à l'état frais.....	22
1.4.1.1 Ouvrabilité.....	23
1.4.1.2 Temps de prise.....	24
1.4.1.3 Chaleur d'hydratation.....	26
1.4.2 Effet du métakaolin sur les résistances mécaniques	28
1.4.3 Effet du métakaolin sur la durabilité	31
1.4.3.1 Effet du métakaolin sur la porosité et perméabilité....	32
1.4.3.2 Effet du métakaolin sur l'attaque des sulfates.....	34
1.4.3.3 Effet du métakaolin sur l'attaque des acides.....	42
1.4.3.4 Effet du métakaolin la diffusion des chlorures.....	47
1.4.3.5 Effet du métakaolin sur l'alcali-réaction.....	48
1.5 Conclusion	48

Chapitre 2: Matériaux utilisés et méthodes d'essais

2.1 Introduction	51
2.2 Matériaux utilisés	51
2.2.1 Ciment	51
2.2.2 Kaolin	51
2.2.3 Fillers calcaires	52
2.2.4 Agrégats	55
2.2.5 Adjuvants	55
2.3 Essais réalisés	56
2.3.1 Traitement thermique (optimisation des conditions de traitement thermique)	56
2.3.2 Diffraction des rayons X (DRX)	57

2.3.3	Microscopie électronique à balayage (MEB)	58
2.3.4	Résistance à la compression	60
2.4	La chaleur d'hydratation	61
2.4.1	Description de l'essai	62
2.4.2	Mesure de la quantité de chaleur dégagée par les mortiers	62
2.4.3	Calcul de la chaleur d'hydratation	62
2.5	Durabilité des mortiers à base de MK	63
2.5.1	Attaque des mortiers par les acides	64
2.5.2	Attaque des mortiers par les sulfates	65
2.6	Variables étudiées	65

Chapitre 3: Analyse et discussion des résultats

3.1	Introduction	68
3.2	Optimisation des conditions de calcination du kaolin	68
3.3	Caractérisation du MK obtenu	69
3.3.1	Analyse chimique du MK obtenu	69
3.3.2	Analyse DRX du MK obtenu	70
3.3.3	Morphologie des grains de kaolin avant et après calcination..	71
3.4	Influence du MK sur la Chaleur d'hydratation des mortiers	72
3.5	Influence du MK sur la maniabilité des mortiers	76
3.6	Influence du MK sur la résistance à la compression	77
3.6.1	Influence du dosage du MK sur la résistance à la compression	77
3.6.2	Influence du rapport E/L sur la résistance à la compression..	81
3.7	Influence des FC sur la résistance à la compression	82

3.8	Influence de la combinaison MK/FC sur la résistance à la compression	83
3.9	Durabilité des mortiers dans les milieux agressifs	89
3.9.1	Attaque par les acides	89
	3.9.1.1 Cas des mortiers avec MK	89
	3.9.1.2 Cas des mortiers avec MK/FC	90
3.9.2	Attaque par les sulfates	93

Chapitre 4:

4.1	Introduction	96
4.2	Concepts et notions théoriques	96
	4.2.1 Indice d'activité	96
	4.2.2 Concept de liant équivalent	97
	4.2.3 Coefficient d'Efficacité	97
4.3	Modalités d'évaluation du coefficient d'Efficacité	98
4.4	Efficacité de quelques additions minérales en Béton	99
	4.4.1 Efficacité des cendres volantes	100
	4.4.2 Efficacité de la fumée de silice	102
	4.4.3 Efficacité du laitier des hauts fourneaux	103
	4.4.4 Efficacité des pouzzolanes naturelles	104
	4.4.5 Efficacité du métakaolin	104
4.5	Introduction aux réseaux de neurones artificiels	105
	4.5.1 Généralités	105
	4.5.2 Construction d'un réseau de neurones artificiels	106
	4.5.3 Processus d'apprentissage: Rétropropagation	107
4.6	Evaluation de l'efficacité du MK par l'approche de réseau de neurone	111

4.6.1 Base de données	111
4.6.2 Topologie du modèle de RNAs	112
4.6.3 Apprentissage et test du modèle RN	113
4.6.3 Validation expérimentale du modèle RN	114
4.6.5 Analyse de sensibilité	115
4.6.6 Effet de l'âge sur le coefficient d'efficacité	116
4.7 Conclusion	116

Conclusions Générales et Recommandations

1. Introduction.....	118
2. Conclusions générales	118
3. Recommandations	120
Références bibliographiques.....	123

Annexes

Introduction Générale

Introduction générale

L'industrie de la construction est sans doute une des plus grandes consommatrices de ressources naturelles et est en même temps responsable de la production d'un grand volume de déchet. Au delà de cette constatation, un nouveau problème est apparu ces 30 dernières années : la dégradation précoce des structures en béton. Donc, la durabilité du béton et les questions liées à l'environnement sont les préoccupations fréquentes des études actuelles sur les bétons.

La plupart des cimentiers cherchent à obtenir des ciments exigeant pour leur confection un apport de plus en plus faible d'énergie et incorporant à cet effet toute une série de produits naturels ou artificiels à caractère hydraulique ou pouzzolanique telles que le laitier, les fumées de silice, le métakaolin et la pouzzolane naturelle. Cette opération permet, d'une part, d'augmenter la production du ciment et, d'autre part, d'élaborer des mortiers et bétons durables et résistants en milieux agressifs.

Avec le développement des adjuvants superplastifiants et la disponibilité d'additions actives, l'emploi du béton de haute performance a fortement augmenté dans ces dernières années. L'un des matériaux les plus récents utilisé comme addition, remplaçant une partie du ciment dans les bétons, est le métakaolin. Son efficacité dans l'amélioration des propriétés du béton est prouvée par plusieurs études en laboratoire et par les résultats sur chantiers.

Les bétons contenant du métakaolin présentent des comportements similaires à ceux contenant de la fumée de silice, c'est-à-dire une amélioration de la résistance mécanique et une réduction significative de la perméabilité. Cette addition entraîne aussi une réduction du retrait du béton. L'utilisation d'additions actives dans les bétons comme substitut du ciment a des avantages divers dont les principaux se rapportent au fait que le ciment est le composant le plus coûteux du béton, que sa production exige une grande consommation d'énergie et que la production d'une tonne de ciment libère approximativement autant de dioxyde de carbone dans l'atmosphère.

L'utilisation de métakaolin comme substituant au CEM I offre beaucoup de propriétés avantageuses telles que, diminution de la perméabilité, résistance chimique

accrue, et l'amélioration des propriétés du béton de haute résistance. Cependant, elle a comme conséquence une augmentation du coût, un prolongement du temps de prise, réduction de l'évolution de la chaleur d'hydratation et cause la réduction de l'ouvrabilité des pâtes, du mortier, et du béton. Il est donc nécessaire de savoir si des ciments à plusieurs composants (ciments ternaires) ont des effets synergiques de façon à ce que leurs ingrédients compensent leurs faiblesses mutuelles.

Pendant les années 90, l'utilisation des ciments contenant deux ajouts à la fois, connus sous le nom de ciments ternaires, a été augmentée vu les avantages qu'ils présentent par rapport aux ciments binaires. En Europe, la norme EN 197 identifie deux types de ciments composés selon le niveau de substitution des matériaux supplémentaires actifs (laitiers, fumée de silice, cendres volantes et pouzzolane naturelle): Type II/A-M contenant 6–20% et Type II/B-M contenant 21–35%. Les pays latino-américains ont également normalisé les ciments composés. Au Brésil, la norme EB-2138/91 définit deux types de ciments composés : le type CPII-E contient 34% de laitier plus un maximum de 10% de calcaire et le type CPII-Z contient 14% de matériaux pouzzolaniques et un maximum de 10% de calcaire. En Argentine, le ciment composé a été normalisé en 1997 (IRAM 1730) et il peut contenir 0 –35% de deux ou plus matériaux d'additions (laitiers, pouzzolane et calcaire). Au Mexique, le ciment composé a été récemment normalisé (NMX C-414-0 / 99). En Algérie, les ciments ternaires ne sont pas encore utilisés.

L'emploi fréquent des ajouts minéraux (cendre volante, fumée de silice, métakaolin, laitier, pouzzolane naturelle, etc.) a entraîné l'apparition de normes dont le but est l'uniformisation et la réglementation de leurs conditions d'utilisation. L'efficacité de ces ajouts minéraux dans le béton a été l'objet d'un nombre significatif de recherches au moyen de différentes approches, dans différents pays de par le monde. Des résultats encourageants concernant les propriétés mécaniques et la durabilité du béton ont été obtenues. Parmi ces approches, on trouve l'approche non paramétrique de Réseaux de Neurones Artificiels (RNAs) pour prévoir l'efficacité d'une addition minérale lorsque celle-ci est introduite dans un béton.

Objectifs du travail

Ce travail présente une étude dont l'objectif principal est de valoriser l'utilisation du métakaolin produit à partir de kaolin algérien d'El-Milia dans la production des bétons de hautes performances. L'absence, en Algérie, de métakaolin fait que l'un des objectifs de ce travail fut la production et l'évaluation du métakaolin comme substitution partiel du ciment dans les bétons. Car il est connu qu'une réaction directe du métakaolin avec la chaux hydratée libérée par l'hydratation du ciment portland donne naissance à des composants ayant des propriétés liantes. La performance d'un mortier à base de métakaolin a été analysée à travers la résistance à la compression à jeune âge et à long terme. La durabilité a été évaluée à travers la résistance aux acides. Le but principal de ce travail consiste en l'étude des effets de l'incorporation d'une addition minérale inerte (filler calcaire) sur les propriétés mécaniques et la durabilité des ciments contenant le métakaolin. Ceci permettra de sélectionner les couples optimaux "métakaolin / filler calcaire" les plus efficaces, aussi bien du point de vue résistances mécaniques que du point de vue durabilité.

L'application d'une approche non paramétrique de Réseaux de Neurones Artificiels (RNAs) pour prévoir le coefficient d'efficacité du métakaolin on se basant sur des approximations qui permettent de tenir compte des facteurs essentiels tels que le dosage en ciment, le taux de substitution par l'ajout, le rapport E/C et l'âge du béton.

Plan de travail

Ce travail de recherche s'inscrit dans une logique qui vise à résoudre la problématique expliquée ci-dessus et de ce fait, il est présenté selon la manière suivante :

Une introduction générale est donnée en premier lieu. Dans le premier chapitre on donne une synthèse bibliographique sur: les différents ajouts utilisés pour obtenir les différents types de ciments, l'hydratation du ciment à base de métakaolin, propriétés des mortiers et bétons à base de métakaolin à l'état frais et à l'état durcis et la durabilité des mortiers et bétons à base de métakaolin dans les milieux acides et sulfatiques. Le deuxième chapitre est consacré à la partie expérimentale proprement dite réalisée sur des éprouvettes en mortier. Dans le troisième chapitre on présente l'analyse et discussion des résultats obtenus. La détermination du coefficient

d'efficacité du métakaolin par le concept des Réseaux de Neurones Artificiels fait l'objet du quatrième chapitre. Enfin ce travail est achevé par une conclusion regroupant les principaux résultats de cette étude ainsi que des recommandations pour des futurs travaux.

Chapitre 1

Revue Bibliographique

1.1 Introduction

Les ajouts cimentaires font désormais partie intégrante dans la formulation des bétons à haute résistance et à hautes performances. Ces ajouts cimentaires peuvent être des matériaux naturels, des déchets industriels, ou des sous-produits. Parmi les ajouts cimentaires utilisés, on trouve les cendres volantes, la fumée de silice, les laitiers granulés de hauts fourneaux, la cendre de cosse de riz et le métakaolin (MK), etc.... Le métakaolin est obtenu par calcination de la kaolinite. Il est utilisé en tant que matériau pouzzolanique dans les mortiers et les bétons. Dans ce chapitre on présentera une vue d'ensemble des travaux menés sur l'utilisation du MK en tant que substitution au ciment dans les mortiers et les bétons. Les propriétés rapportées dans ce chapitre sont les propriétés à l'état frais, les propriétés à l'état durci et la durabilité des mortiers et bétons.

1.2 Constituants des ciments

Le ciment, matériau inorganique finement broyé, est un liant hydraulique : lorsqu'il est mélangé avec de l'eau, il forme une pâte qui fait prise, durcit et conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Le ciment ordinaire anhydre est constitué de clinker Portland, de gypse et éventuellement d'additions telles que les cendres volantes, le laitier granulé de haut fourneau, la fumée de silice. Nous détaillerons également sa composition et son hydratation.

1.2.1 Le clinker Portland (*EN 197-1*)

Le clinker résulte de la réaction à haute température (autour de 1450°C) du mélange de quatre oxydes principaux : l'oxyde de calcium (CaO), de silicium (SiO₂), d'aluminium (Al₂O₃) et de fer (Fe₂O₃) représentant environ 95 % en masse. Ces oxydes, notés respectivement C, S, A et F en notation cimentaire, proviennent pour la plupart de roches naturelles extraites de carrières : les calcaires apportent l'oxyde de calcium, les argiles apportent la silice, l'alumine et l'oxyde de fer ; les marnes apportent les quatre oxydes.

Les réactions, se produisant dans le four à haute température aboutissent à la formation de composés dont les compositions chimiques en oxydes peuvent être écrites sous forme simplifiée.

Les principaux constituants du clinker, ainsi que leur notation cimentière, entre parenthèses sont les suivants :

- le silicate tricalcique (ou alite) : $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_3S) 50 – 70 %
- le silicate bicalcique (ou belite) : $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_2S) 15 – 30 %
- l'aluminate tricalcique : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ (C_3A) 5 – 15 %
- l'aluminoferrite tétracalcique : $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ (C_4AF) 5 – 10 %

1.2.2 Les additions minérales

Les additions sont des matériaux minéraux finement divisés pouvant être partiellement substitués au ciment pour améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières. Selon la norme ENV 206, paragraphe 3.1.5 [1], il existe deux types d'addition: les additions de type I et les additions de type II.

1.2.2.1 Additions de type I

Ce sont des matériaux quasiment inertes, organiques, naturelles ou synthétiques spécialement sélectionnées qui, par leur composition granulométrique améliorent les propriétés physiques du ciment portland (ouvrabilité, pouvoir de rétention d'eau....). Parmi ces additifs on distingue la poussière, les fillers et les additions calcaires.

La poussière

La poussière est une matière à particules fines, récupérée à la sortie du four ; lors de son passage avec la fumée, sa finesse est comprise entre 7000 et 9000 cm^2/g . Le ciment composé avec de la poussière a des caractéristiques mécaniques et une résistance au gel-dégel comparable à celles du ciment sans ajouts. Le temps de prise, le fluage et le retrait augmentent avec l'augmentation du pourcentage d'ajout.

Les fillers

Ce sont des produits obtenus par broyage ou par pulvérisation de certaines roches, naturelles ou non (calcaires, Basaltes, laitiers, Bentonites, ...etc.), agissant surtout grâce à une granulométrie appropriée par leurs propriétés physiques sur certaines qualités du ciment (amélioration de l'ouvrabilité, diminution de la perméabilité et réduction de la fissurabilité).

Additions calcaires

Le calcaire appartient aux roches carbonatées riches en chaux (CaCO_3) et il est contenu dans la calcite, l'aragonite ou la marne. Le calcaire constitue une matière première pour la fabrication du ciment. Des études ont montré certains avantages de l'utilisation du calcaire comme ajout, dont le contrôle de prise, l'amélioration de certaines propriétés du béton durci et le remplacement du gypse [2].

Les additions calcaires conformes à la norme NF P 18-508 sont substituables au ciment au sens et sous les conditions de la norme expérimentale P 18-305. Au sens de la norme ENV 206, elles ne sont ni du type II (étant non pouzzolanique), ni du type I (ayant un indice d'activité) [2].

1.2.2.2 Additions de type II

Matériaux finement divisés à caractère inorganique, pouzzolanique ou hydraulique latent. Ils ont une teneur élevée en dioxyde de silicium seul ou, en dioxyde de silicium et oxyde d'aluminiums combinés.

Fumée de silice

Elles sont formées de particules sphériques très fines ($D_{50} \sim 0,1 \mu\text{m}$) ayant une très haute teneur en silice amorphe. Elles proviennent de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électrique utilisés pour la production de silicium et d'alliages de ferrosilicium. Elles possèdent des propriétés pouzzolaniques.

Laitier de haut fourneau

C'est un matériau hydraulique latent, c'est-à-dire qui présente des propriétés hydrauliques lorsqu'il a subi une activation convenable. Il est obtenu par le refroidissement rapide de la scorie fondue provenant de la fusion de minerai de fer dans un haut fourneau. La trempe provoque la vitrification du matériau. Il est constitué, en masse, d'au moins deux tiers de CaO , MgO et SiO_2 , le reste contenant Al_2O_3 et de faibles quantités d'autres oxydes. La structure des laitiers de haut fourneau est essentiellement amorphe. Contrairement au clinker qui est soluble dans l'eau et s'hydrate en présence d'eau, le laitier vitrifié n'est soluble que dans une eau alcalinisée et a donc besoin, pour faire prise, d'un agent d'addition appelé « activant ».

Cendres Volantes

Il s'agit de poudres finement divisées de nature silico-alumineuse ou silico-calcaire : les premières ont des propriétés pouzzolaniques, les secondes peuvent, en outre, posséder des propriétés hydrauliques. Elles sont obtenues par dépoussiérage électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes provenant du courant de gaz des chaudières, alimentées au charbon pulvérisé. On distingue les cendres volantes silicoalumineuses et les cendres volantes silicocalciques. Les cendres volantes silicoalumineuses sont constituées principalement de particules sphériques vitrifiées ayant des propriétés pouzzolaniques ; elles contiennent essentiellement de la silice réactive (au moins 25 % en masse, $D_{50} \sim 50 \mu\text{m}$) et de l'alumine Al_2O_3 , mais aussi de l'oxyde de fer Fe_2O_3 et d'autres oxydes.

Pouzzolane naturelle

La pouzzolane est une roche naturelle correspondante à des projections volcaniques, scoriacées, essentiellement stromboliennes et basiques ; c'est à dire d'une composition basaltique. Sa couleur est généralement noire ou rouge selon le degré d'oxydation du fer ; présent respectivement sous forme de magnétite ou d'hématite. Elle est essentiellement composée de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde ferrique (Fe_2O_3). La somme des trois oxydes ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) doit être supérieure à 70% selon la norme ASTM C 618.

Métakaolin

Le métakaolin est le produit de la calcination du kaolin qui est un phyllosilicate, composé de couches alternatives de silice et d'alumine dans la coordination tétraédrique et octaédrique (Figures 1.1 et 1.2 respectivement). La kaolinite est le terme minéralogique pour le disilicate d'aluminium hydraté, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, le constituant primaire du kaolin (40-70%). Le kaolin enferme d'autres minerais tels que le quartz, la muscovite et le rutile [3].

Dans des conditions environnementales normales, le kaolin est tout à fait stable. Cependant, une fois chauffé (650-900 °C), le kaolin perd 14% de sa masse dans les ions d'hydroxyle attachés. Ce traitement thermique, ou calcination, décompose la structure du kaolin de telle sorte que les couches d'alumine et de silice deviennent lisses et perdent

leur ordre. Le résultat de ce désordre et de la déshydroxylation est le métakaolin (MK), une phase de transition fortement réactive. Le métakaolin est une pouzzolane amorphe, qui est bien adaptée pour l'utilisation comme ajout cimentaire.

La température de calcination joue un rôle essentiel dans la réactivité du produit résulté (métakaolin). *Ambroise et al.* [4] ont étudié les effets de la température de calcination sur le développement de résistance des pâtes de métakaolin-chaux. Ces auteurs ont trouvé une température optimale de 700 °C et ils ont montré qu'au-dessous de cette température, la calcination donne un matériau moins réactif contenant beaucoup de kaolinite résiduelle.

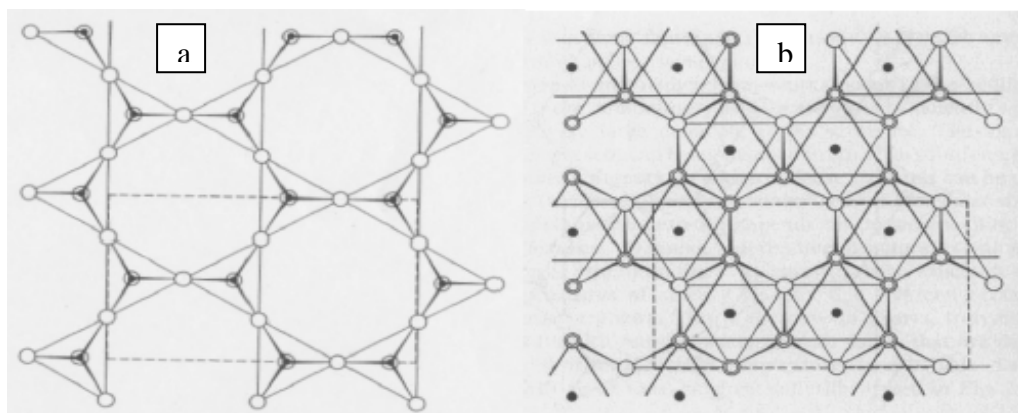


Figure 1.1: Arrangement atomique des couches (a) Si_2O_5 et (b) $\text{AlO}(\text{OH})_2$ --

● Si (a) ou Al (b); ○ Oxygène; ■ Hydroxyle [5].

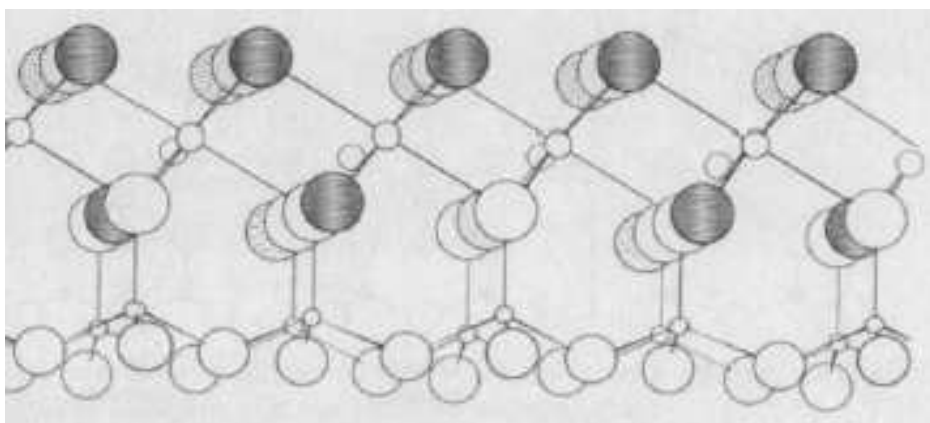


Figure 1.2: Schéma de perspective de la kaolinite avec les tétraèdres (Si-O) sur la moitié inférieure de la couche et les octaèdres (Al-O, OH) sur la moitié supérieure [5].

La calcination est traditionnellement effectuée dans des fours rotatifs et prend plusieurs heures. L'utilisation d'un processus à lit fluidisé peut réduire le temps de calcination en minutes, bien que les deux méthodes exigent le broyage des produits agglomérés. La calcination flash, effectuée par un chauffage rapide, souvent à 1000 °C, et suivie d'un refroidissement rapide, peut diminuer encore plus la durée de la transformation : de quelques minutes à plusieurs dizaines de seconde.

1.2.3 Utilisation des ajouts en Algérie

L'industrie cimentière est d'importance primaire pour l'Algérie comme tous les pays en voie de développement. Le nombre de cimenteries en Algérie est de quatorze avec une capacité théorique de 18,9 Millions de tonnes. Cette quantité est insuffisante pour répondre à la demande du marché Algérien. Cependant, parmi les moyens efficaces qui existent pour augmenter la production du ciment : l'utilisation des ajouts qui sont très peu coûteux et disponibles en grandes quantités en Algérie, comme le laitier d'El-Hadjar, le calcaire, et la pouzzolane naturelle. Le tableau 1.1 donne une idée sur les ajouts utilisés dans les cimenteries algériennes. On remarque d'après ce tableau que les cimenteries algériennes n'utilisent pas le métakaolin comme ajout au ciment.

1.2.4 La désignation des ciments courants selon la norme européenne

La norme européenne NF EN 197-1 définit cinq classes de ciments courants qui diffèrent par les proportions des constituants. Les ciments courants sont composés :

- d'un mélange de base (100 %) comprenant : du clinker et des additions en proportions variables (le tout représentant 95 à 100%), ainsi que des constituants secondaires (dont la proportion est comprise entre 0 et 5 %);
- de gypse ajouté en petite quantité (quelques pourcentages du mélange de base) permettant de réguler la prise.

Les constituants secondaires sont, soit des additions, soit des fillers.

Un « ciment Portland », noté CEM I, ne contient pas d'additions : il est seulement composé de clinker (95 à 100 %) et de constituants secondaires et de gypse (0 à 5 %). Un « ciment Portland composé » CEM II contient entre 65 et 94 % de clinker et entre 6 et 35 % d'un mélange d'un ou plusieurs additifs mentionnés au paragraphe précédent. Un « ciment de haut fourneau », noté CEM III, contient 5 à 64 % de clinker et 36 à 95 % de

laitier : c'est donc un ciment riche en alumine et silice. Un «ciment pouzzolanique» (CEM IV) contient 45 à 90 % de clinker et 10 à 55 % d'additions pouzzolaniques (fumées de silice, pouzzolanes naturelles, cendres volantes siliceuses). Un « ciment au laitier et aux cendres », noté CEM V, est composé de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de laitier et de 18 à 50 % d'un mélange de pouzzolanes naturelles et de cendres volantes siliceuses : il s'agit aussi d'un ciment riche en silice.

Tableau 1.1: Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes.

Entreprise	Wilaya	Commune	Année de mise en marche	Capacité Instalée en tonnes	Ajout utilisé	%
ERCE	Sétif	Ain El Kébira	1978	1 000 000	Pouzzolane	10 à 20
	Batna	Ain Touta	1987	1 000 000	Pouzzolane	10 à 20
	Constantine	Hamma Bouziane	1982	1 000 000	Pouzzolane	10 à 15
	Skikda	Hdjar Essaoud	1973	900 000	Laitier	10 à 20
	Tebessa	Elmaa Labiadh	1995	500 000	/	/
ERCC	Alger	Rais Hamidou	1914	400 000	Poussière	5 à 10
	Blida	Meftah	1975	1 000 000	Tuf	10 à 15
	Bouira	Sour El Ghozlane	1983	1 000 000	Tuf/Calcaire	10
ERCO	Ain Temouchent	Beni Saf	1979	1 000 000	Pouzzolane	10 à 20
	Mascara	Zahana	1948	1 200 000	Pouzzolane	10 à 20
	Saida	Hassasna	1978	500 000	Pouzzolane	10 à 20
ECDE	Chlef	Oued Sly	1978	2 000 000	Calcaire	10 à 15
ACC	M'sila	Hammam Edhalaa	2003	4 000 000	Calcaire	10
ACC	Mascara	Sig	2006	2 000 000	Pouzzolane	15

1.3 Hydratation du ciment

Le mélange de ciment et d'eau initie les processus d'hydratation, réactions des différents constituants du ciment avec l'eau, qui aboutissent à la formation de la pâte de ciment durcie, milieu poreux composé de phases solides hydratées et d'une solution poreuse interstitielle.

1.3.1 Réactions d'hydratation du clinker

L'hydratation des ciments courants peut être divisée en plusieurs phases :

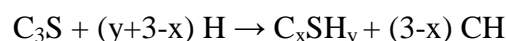
- la phase de « pré-induction », durant quelques minutes, correspondant au mouillage des grains;
- la phase « d'induction », ou période dormante, pouvant durer quelques heures, et pendant laquelle les réactions sont très lentes, la dissolution des anhydres étant ralentie par la couche protectrice des hydrates formés;
- la phase d'accélération, coïncidant approximativement avec le début de la prise et la croissance des hydrates;
- la phase de décélération (après 6 à 24 heures pour les ciments à base de clinker à température ordinaire), correspondant à la formation progressive de la microstructure du liant, ralentissant l'hydratation par un effet de barrière poreuse;
- et enfin, la phase finale, de densification progressive du ciment hydraté, limitée par des phénomènes de diffusion à travers les couches d'hydrates formés.

Les hydrates de la pâte de ciment sont issus de la réaction avec l'eau des différentes phases anhydres de ciment. Ces réactions, qui, en général, ne consomment pas la totalité des anhydres, ont des cinétiques différentes en fonction des phases anhydres considérées. Les principaux hydrates formés sont la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$ (CH en notation cimentière), les silicates de calcium hydratés C-S-H de formules chimiques variables, l'ettringite ($\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{C}\bar{\text{S}} \cdot \text{H}_{32}$ où $\bar{\text{S}} = \text{SO}_3$) et le monosulfoaluminate de calcium ($\text{C}_3\text{A} \cdot \text{C}\bar{\text{S}} \cdot \text{H}_{32}$). Les principales réactions d'hydratation des phases anhydres des ciments courants sont résumées ci-dessous.

1.3.1.1 Hydratation du C_3S et du C_2S

Elle produit des silicates de calcium hydratés notés C-S-H et de la portlandite.

La réaction complète est la suivante :

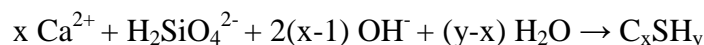


Elle peut être décomposée en trois étapes :

1) Dissolution congruente des grains de C_3S ayant subi une hydroxylation superficielle



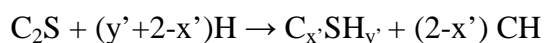
2) Précipitation des ions silicates lorsqu'ils atteignent la sursaturation pour former des silicates de calcium hydratés de stoechiométrie variable. La dissolution du C_3S se poursuit simultanément



3) Précipitation des ions calcium sous forme de portlandite simultanément aux deux autres réactions.



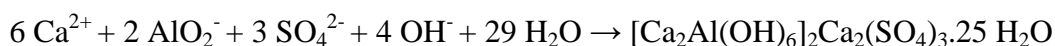
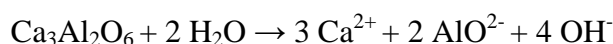
L'hydratation du C_2S aboutit aux mêmes produits mais avec des cinétiques différentes. Il existe cinq polymorphes du silicate bicalcique (ou belite à pression ordinaire), mais seul le β - C_2S possède des propriétés hydrauliques significatives.



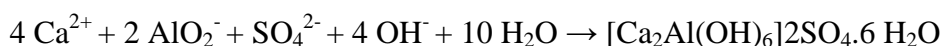
1.3.1.2 Hydratation du C_3A

L'hydratation du C_3A , naturellement très réactif, dans le ciment, est contrôlée par l'ajout de sulfate de calcium sous forme de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$), d'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{ H}_2\text{O}$) ou d'anhydrite (CaSO_4). Les réactions se déroulent selon la séquence suivante :

1) Période initiale de dissolution rapide du C_3A et du gypse. Les ions se recombinaient instantanément pour former des cristaux d'ettringite ou trisulfoaluminate de calcium hydraté (TSA), de notation cimentière ($\text{C}_3\text{A} \cdot 3\overline{\text{C}}_3\text{H}_{32}$), composé apparaissant sous forme d'aiguilles très fines.



2) Au bout de 10 à 24 heures, l'épuisement du gypse, généralement en défaut par rapport au C_3A (la formation d'ettringite consomme 3 moles de sulfate de calcium pour une mole de C_3A), fait chuter la concentration en ions sulfate. La solution devient sous-saturée par rapport à l'ettringite, qui est dissoute partiellement et qui forme avec le C_3A excédentaire du monosulfoaluminate de calcium hydraté, de notation cimentière ($\text{C}_3\text{A} \cdot \overline{\text{C}}_3\text{H}_{12}$).



A long terme, la composition en aluminates de la pâte de ciment dépend des proportions relatives de gypse et C_3A . Les ciments portland contiennent 8 à 12 % de C_3A et 5 % de gypse, soit un rapport molaire de 0,8 qui correspond théoriquement à un mélange de monosulfoaluminate de calcium hydraté et de C_3AH_6 issu de la réaction d'hydratation du C_3A seul, dont la réaction-bilan s'écrit : $C_3A + 6 H \rightarrow C_3AH_6$. Cependant, l'analyse par diffraction des rayons X de pâtes de ciments courants hydratés, montrent généralement que la phase alumineuse majoritaire est l'ettringite.

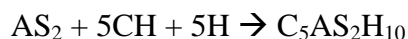
Rapport molaire gypse/ C_3A	Hydrate stable formé
3	Ettringite
1 à 3	Ettringite + monosulfoaluminate de calcium hydraté
1	Monosulfoaluminate de calcium hydraté
< 1	Monosulfoaluminate de calcium hydraté + C_4AH_6 (solution solide)

1.3.1.3 Hydratation du C_4AF

L'hydratation du C_4AF est semblable à celle du C_3A mais la vitesse de réaction est plus lente et les hydrates formés contiennent du Fe_2O_3 . Les produits de réactions sont les mêmes que ceux issus du C_3A en substituant aux aluminates des alumino-ferrites. En présence de sulfate de calcium, les phases hydratées sont $C_3(A,F).3C\bar{S}.H_{32}$, $C_3(A,F).C\bar{S}.H_{12}$, et $C_3(A,F).H_6$.

1.3.2 Effet du métakaolin sur l'hydratation du ciment

Mélangé au ciment, le métakaolin (MK) possède un très bon effet pouzzolanique. La réaction pouzzolanique se produit en solution (dissolution / précipitation) entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution du MK, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment [6-7]. Cette réaction donne des C-S-H qui précipitent [8] et des aluminates de calcium hydratés. La stœchiométrie de la réaction pouzzolanique est donnée par l'équation suivante :



Où $C_5AS_2H_{10}$ est une composition moyenne représentant un mélange de C-S-H (silicate de calcium hydraté dit secondaire), C_4AH_{13} , C_3AH_6 (hydrogrenat), et C_2ASH_8 (straetlingite) [9]. Ces produits néoformés à partir de la Portlandite sont particulièrement

denses. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à une densification de la matrice cimentaire. Plusieurs facteurs influencent la réaction pouzzolanique :

- les caractéristiques chimiques du MK : composition, minéralogie, degré de cristallinité, coefficient d'amorphisation [10],
- la pureté et la teneur initiale en kaolin [11],
- le processus thermique d'obtention (température de calcination, durée [11], process),
- le process post calcination (broyage, désagglomération),
- la morphologie des particules de MK (forme, degré d'agglomération, surface externe, surface totale, porosité intragranulaire),
- les caractéristiques du ciment utilisé au travers de la production d'hydroxyde de calcium formé.

De plus, il existe deux cinétiques de réaction pouzzolanique entre CH et MK :

- à court terme, une cinétique liée à la surface externe des particules de MK, caractérisée par le contact immédiat des réactants en présence,
- à long terme, une cinétique liée à l'indice d'agglomération caractérisé par la pénétration du front réactionnel à l'intérieur de l'agglomérat poreux.

Par ailleurs, la substitution de MK peut engendrer un effet accélérateur sur l'hydratation des grains de C_3S autant sur le début de prise [12] que sur la fin de prise [13]. Cet effet accélérateur peut s'expliquer par un grand nombre de site de nucléation propice au développement des produits d'hydratation grâce à la surface spécifique importante du MK [14].

Du point de vue microstructural, l'incorporation de MK influence les propriétés de diverses manières. L'ajout de MK entraîne:

- l'augmentation de la compacité de la matrice à cause de la modification de la granulométrie, de la forme des grains et du degré d'agglomération,
- la modification de la porosité d'ensemble [15] et de la distribution porosimétrique (taille des pores) [16] relative à la modification de l'empilement granulaire, de la porosité intrinsèque du MK et du taux d'avancement de la réaction pouzzolanique,
- l'amélioration de l'auréole de transition (zone interfaciale entre le granulat et la matrice cimentaire mesurant environ 50 μm); en général, l'ajout d'ultrafines tend à

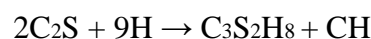
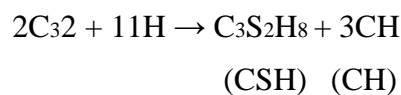
réduire l'épaisseur de l'interface pâte granulats; l'incorporation de MK modifie la structure de l'aurole de transition grâce à l'effet filler par densification [17] mais aussi grâce à l'effet pouzzolanique par la prolifération de C-S-H secondaire [18].

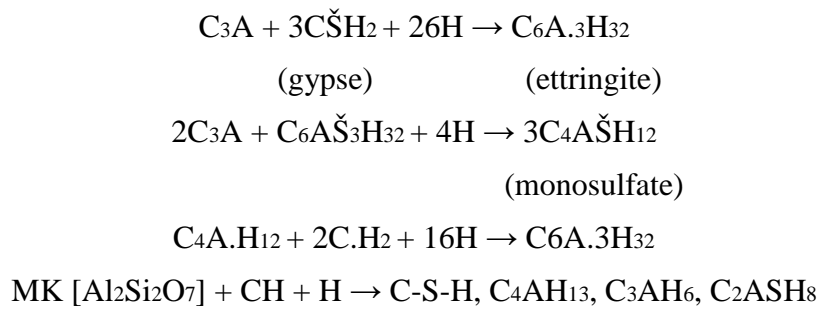
Les caractéristiques même du MK laissent penser que lors de son incorporation dans un matériau cimentaire, ses propriétés risquent d'être affectées à l'état frais (rhéologie) ainsi qu'à l'état durci (performance mécanique, durabilité...).

Indépendamment de la réactivité d'un ajout cimentaire, si ce dernier est finement broyé, il donnera généralement un certain avantage aux mortiers et aux bétons. Les petites particules, qui peuvent se disposer entre les grains de ciment, améliorent la compacité de la pâte, qui à son tour réduit le ressuage et abaisse la taille moyenne des pores capillaires [19]. L'empilement des particules améliore l'interface pâte-granulats et donne par conséquence une zone de transition avec une microstructure plus dense et plus homogène [20].

Un autre facteur important à considérer lorsqu'on utilise les ajouts cimentaires, c'est la dilution. Lorsqu'ils sont utilisés comme substitution au ciment, les mélanges de béton éprouveront un certain effet de déplacement du ciment du système de réaction. En tant que tels, à moins que l'ajout cimentaire commence à réagir immédiatement, il y aura généralement une réduction du taux d'évolution de la chaleur et de gain de résistance proportionnellement à la quantité de ciment étant remplacé. Le métakaolin, possédant une finesse élevée et une grande réactivité, peut surmonter l'effet de dilution, contribuant ainsi à l'augmentation de la chaleur d'hydratation et à l'évolution des résistances mécaniques aux jeunes âges.

La présence du métakaolin a un immense effet sur l'hydratation du ciment Portland. Lorsque le ciment Portland s'hydrate seul, en général 20 à 30% de la masse de pâte résultante est l'hydroxyde de calcium (CH). Cependant, lorsque le métakaolin est introduit, il réagit rapidement avec le CH pour produire un silicate de calcium hydraté supplémentaire (C-S-H) selon les réactions suivantes :





En général, les ajouts cimentaires avec une teneur plus élevée en alumine, tel que le métakaolin, tendent à avoir des capacités pouzzolaniques plus élevées parce que la formation de C-A-H a une demande élevée en CH. C'est critique, car le CH n'apporte pas une contribution significative à la résistance du béton et peut être nuisible à la durabilité. Son élimination ou sa réduction par la réaction secondaire avec le métakaolin peut considérablement augmenter les performances du béton [19, 21].

La détermination du degré de la réaction pouzzolanique peut être accomplie par l'intermédiaire d'un procédé sélectif de dissolution, comme celui développé par *Oshawa et al.* [22] et *Li et al.* [23]. Le procédé est fondé sur l'hypothèse que la majorité de la pouzzolane non réagie est insoluble en acide. Dans une pâte de ciment avec ajout pouzzolanique, la pouzzolane réagit avec le CH pour former des produits acides solubles hydratés. Ainsi, il est possible de dissoudre le ciment non réagi et les produits d'hydratation du ciment et de la pouzzolane, laissant le résidu insoluble de la pouzzolane non réagi. Le degré de réaction pouzzolanique accomplie est défini comme le pourcentage de la pouzzolane restante non réagie par rapport à la quantité initiale de pouzzolane présente dans la pâte de ciment.

Les résultats des évaluations sélectives de dissolution, effectuées par *Poon et al.* [21], ont prouvé que le degré de réaction pouzzolanique était plus élevé à un niveau de substitution de 5% métakaolin par rapport à 10% et 20% pour tous les âges. Des résultats semblables ont été observés avec la fumée de silice, bien que les valeurs de 5% fumée de la silice n'ont jamais dépassé les valeurs de 5% métakaolin. Ce taux plus élevé de réaction pouzzolanique dans les pâtes contenant un faible niveau de substitution est probablement attribué à la grande quantité de ciment, et aussi à une concentration plus élevée de CH, disponible pour la réaction avec la pouzzolane. Puisque le métakaolin

consomme le CH libre, une autre méthode pour déterminer l'ampleur de la réaction pouzzolanique accomplie est de mesurer le contenu restant de CH dans un échantillon de pâte, de mortier, ou de béton. Dans la même étude, *Poon et al.* [21] ont déterminé la teneur totale en CH des échantillons de pâte, basés sur le poids mis à feu et le poids de ciment, en utilisant la calorimétrie à balayage différentiel. Ceci a été réalisé en atmosphère d'air à une vitesse de chaleur de 10 °C/min. La teneur en CH a été calculée à partir de la perte de poids entre 425 °C et 550 °C. Dans les deux cas, les ciments mélangés avec 20% de métakaolin ont montré une quantité de CH moindre à tous les âges. Les mélanges contenant le métakaolin ont montré un contenu décroissant de CH jusqu'à 90 jours (Figure 1.3).

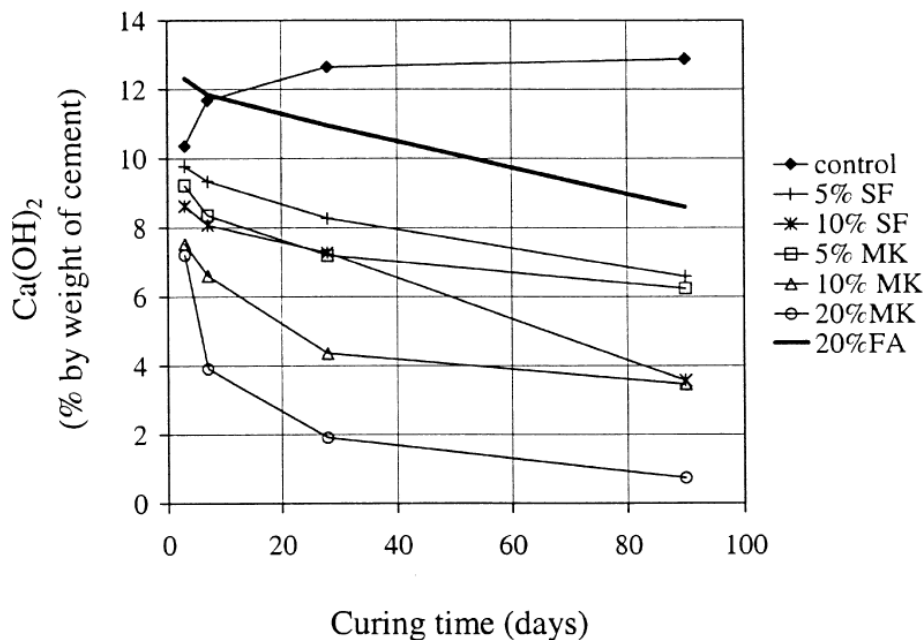


Figure 1.3 : Teneur en CH calculée sur la base du poids de ciment [21].

Wild et Khatib [24] ont mesuré la consommation de CH dans les pâtes et mortiers contenant le métakaolin, ils ont traité les échantillons dans l'eau à 20 °C. Les résultats de leurs analyses thermo gravimétriques (ATG) sont montrés sur la figure 1.4. Le CH, exprimé en pourcentage du poids de ciment, a montré un minimum à environ 14 jours de cure. Ceci a été attribué à un pic dans l'activité pouzzolanique pour lequel plus de CH de la pâte était consommé par la réaction avec le métakaolin.

Le pic dans la résistance à la compression relative (le rapport entre la résistance d'une pâte avec ajout à un âge donné et la résistance d'une pâte sans ajout au même âge) a

coïncidé avec le maximum dans l'activité pouzzolanique à 14 jours d'âge. Les augmentations du contenu de CH et le retard dans le gain de résistance au delà de 14 jours ont été attribués à la formation d'une couche empêchant de produire une réaction sur la surface des particules de métakaolin.

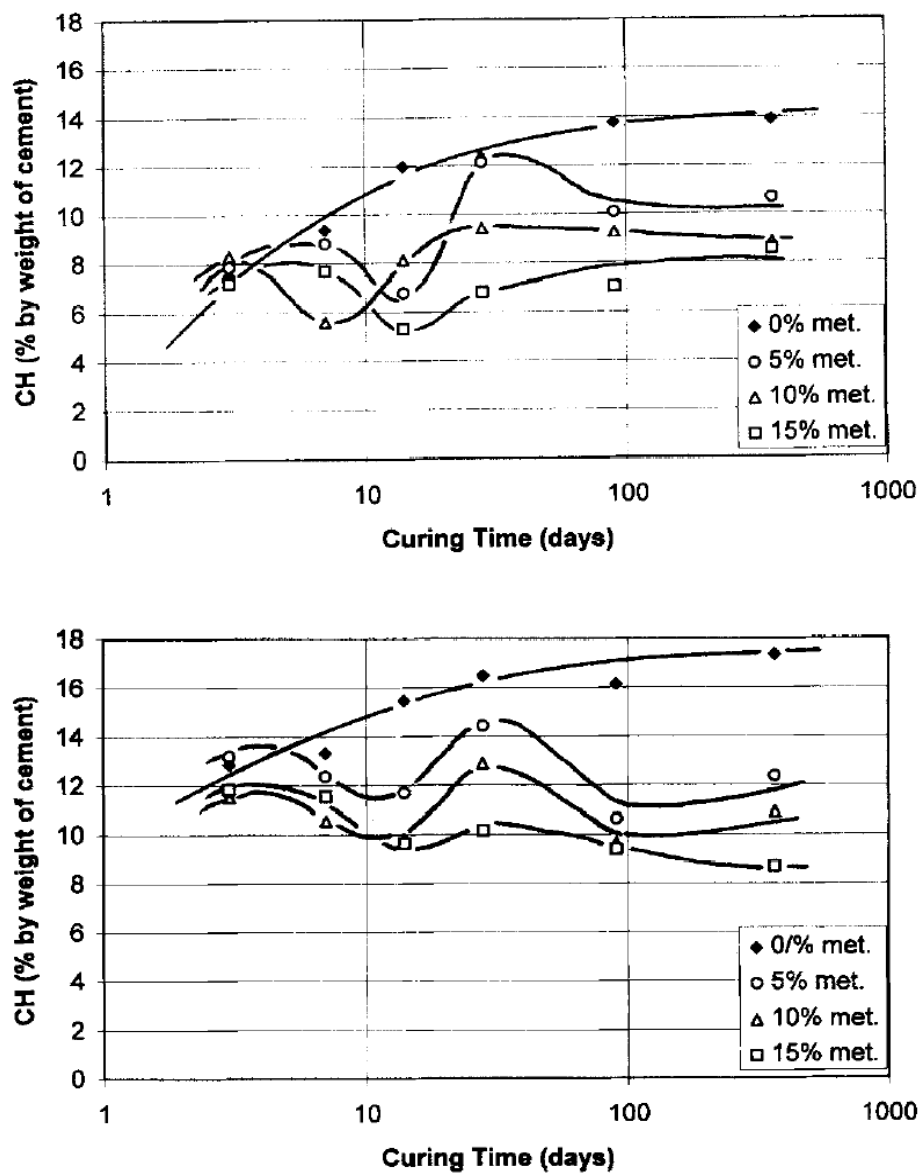


Figure 1.4 : variation de la teneur en CH en fonction de l'âge, mesurée par ATG, pour le (a) mortier et (b) la pâte contenant le métakaolin [24].

Frías et Cabrera [25] ont évalué la teneur en CH des pâtes contenant le métakaolin par l'intermédiaire de l'ATD et de l'ATG. Ces analyses ont été conduites en atmosphère d'azote et à une vitesse de chaleur de 20 °C/min. Les teneurs en CH des spécimens de

métakaolin augmentent avec l'âge jusqu'à 3-7 jours. Plus tard, et selon l'étude de *Wild et Khatib* [24], la teneur en CH commence à diminuer proportionnellement au pourcentage du métakaolin supplémentaire. Les courbes de 10% et de 15% de MK ont montré un point d'inflexion autour de 90 jours d'âge, après quoi la teneur en CH a encore continué à monter, toutefois légèrement (Figure 1.5). Ce point a pu représenter la fin de la réaction pouzzolanique due à la consommation totale du MK.

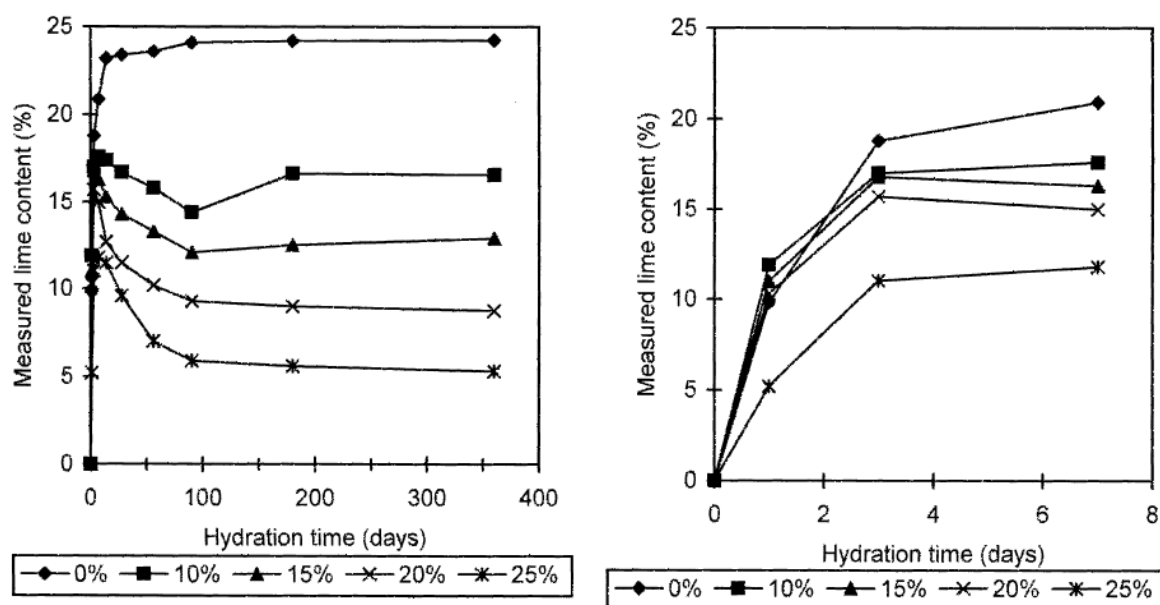


Figure 1.5 : Évolution de CH en fonction du temps d'hydratation [25].

1.4 Effet du métakaolin sur les propriétés des mortiers et bétons

L'utilisation du métakaolin (MK) comme substitution au ciment et son effet sur les propriétés des mortiers et bétons a été intensivement étudié ces dernières années. La littérature montre clairement que le MK est une pouzzolane efficace.

1.4.1 Effet du métakaolin à l'état frais

Les propriétés du béton frais sont importantes parce qu'elles affectent le choix de l'équipement requis pour la mise en œuvre et la consolidation et parce qu'elles peuvent affecter les propriétés du béton durci [19]. Parmi ces propriétés on peut citer, entre autres, l'ouvrabilité, la densité, le temps de prise, et la chaleur d'hydratation.

1.4.1.1 Ouvrabilité

Ding et Li [26] ont signalé qu'une bonne ouvrabilité a été offerte par MK par rapport à la fumée de silice pour les mêmes niveaux de substitution. Ces mélanges renferment 5, 10, ou 15% de MK ou de fumée de silice, et un rapport E/L de 0,35. En plus, ils ont constaté que les mélanges contenant 5% et 10% de MK ont eu un affaissement légèrement plus élevé que le béton control. Ils ont trouvé aussi qu'avec 15% de MK, l'affaissement du béton a diminué de 10% par rapport au béton control. En revanche, l'affaissement a diminué presque linéairement avec l'augmentation de la teneur en fumée de silice, indiquant que les bétons contenant le MK devraient exiger moins de superplastifiant que les bétons contenant la fumée de silice pour la même ouvrabilité et le même rapport E/L.

Les propriétés de huit mélanges à l'état frais sont montrées dans le tableau 1.2. Ces mélanges contiennent 161,35 kg/m³ d'eau et 350 ml de superplastifiant pour 100 kilogrammes de ciment.

Les valeurs de l'affaissement pour les divers mélanges montrent que la réduction de l'ouvrabilité due à la substitution avec 10% de fumée de la silice était plus prononcée que celle obtenue avec une quantité égale de MK. Ceci indique que, afin de réaliser une ouvrabilité donnée, le béton contenant le MK devrait exiger une dose de réducteur d'eau inférieure à celle exigée pour les bétons contenant la fumée de silice. *Dubey et Banthia* [27] proposent que ceci puisse être due à la largeur de la taille des particules de MK par rapport à celle de la fumée de silice (1.5 µm contre 0,1 µm).

Bai et al. [28] ont observé le phénomène inverse, ils ont trouvé que l'ouvrabilité diminue sensiblement pour des bétons contenant le MK. *Khatib et Clay.* [29] ont trouvé dans leur étude que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK, ceci pour compenser les pertes dans l'ouvrabilité. *Qian et al.* [30] ont également trouvé que l'affaissement diminue progressivement avec la teneur en MK dans des bétons contenant 1% de superplastifiant naphthalène-sulfonate. Cependant, en augmentant la dose de superplastifiant à 1,2%, l'affaissement a montré seulement une variation mineure avec l'augmentation de la teneur en MK.

Tableau 1.2 : Propriétés des mélanges de béton à l'état frais et durci [27].

Mélange	Description du mélange	Affaissement (mm)	Contenu d'air (%)	Densité (kg/m ³)	Résistance à la compression (MPa)	
					7 j	28 j
C	Control (100% CEM I)	140	1,4	2437	53,6	66,0
S	Control + 10% Fumée de silice	60	1,5	2440	53,8	68,4
M	Control + 10% HRM	120	1,6	2468	58,0	72,0
SM	Control + 5% HRM	60	1,4	2448	55,4	70,3
CF	Control + 1.0% Fibres	120	1,5	2511	54,3	68,0
SF	Control + 10% Fumée de silice +1.0% fibres	70	1,7	2533	55,5	70,1
MF	Control + 10% HRM + 1.0% fibres	100	1,5	2546	59,2	72,2
SMF	Control + 5% Fumée de silice + 5 % HRM + 1.0% fibres	80	1,6	2532	57,0	71,4

1.4.1.2 Temps de prise

La prise du béton est généralement considérée comme étant le début de solidification et du durcissement (gain de résistance) d'un béton frais. Le début de prise est défini comme le temps écoulé entre l'addition de l'eau et lorsque la pâte cesse d'être liquide et plastique. C'est la limite pour manipuler le béton, il devrait être placé avant le début de prise. La fin de prise indique le début du développement de la résistance mécanique. Beaucoup de facteurs influencent le temps de prise, y compris le rapport E/L, la température de cure, le type de superplastifiant, le dosage en ciment et la finesse [31].

Brooks et al. [31] ont examiné l'effet de la fumée de silice, du MK, des cendres volantes, et du laitier sur le temps de prise du béton à haute résistance via la norme ASTM C 403. Cette méthode consiste à faire passer le béton frais au travers d'un tamis de 5 millimètres, et de mesurer la force exigée pour qu'une aiguille puisse pénétrer à 25 millimètres dans le mortier rassemblé.

Un optimum E/L de 0,28 a été obtenu pour le béton contrôle en utilisant "Cabrera Vibrating Slump test" développé par *Cabrera et lee* [32], et a été employé pour tous les

bétons. Un superplastifiant de type sulfonate de copolymère de vinyle a été ajouté selon les besoins pour obtenir une ouvrabilité constante pour tous les bétons.

Les temps de prise initial et final sont définis comme les temps auxquels la résistance de pénétration dans le mortier atteint des valeurs de 3,5 MPa (500 psi) et de 27,6 MPa (4000 psi), respectivement (ASTM C 403). *Brooks et al.* [31] ont constaté que tous les ajouts ont tendance à retarder le temps de prise, et que l'augmentation des niveaux de la fumée de silice, des cendres volantes, et du laitier ont eu comme conséquence un plus grand retardement de la prise. Pour le béton à haute résistance contenant le MK, il y avait une augmentation progressive de l'effet de retard jusqu'à 10% de substitution, mais une réduction à un niveau de substitution plus élevé.

Des résultats semblables ont été rapportés par *Batis et al.* [33], qui ont examiné un kaolin grec local soumis à un traitement thermique. Ces auteurs ont trouvé que tous les mélanges de MK ont des temps de prise sensiblement plus longs que la pâte control. Pour le mélange contenant 20% MK, la prise a été la plus lente, avec un début de prise de 205 minutes contre 105 minutes pour le contrôle.

Vu et al. [34] ont rapporté que des mélanges avec des pourcentages plus élevés ont eu comme conséquence une demande plus élevée en eau pour atteindre la consistance normale. Pour le kaolin Vietnamien particulier utilisé dans cette étude, les temps de prise des pâtes dont la gamme de substitution est comprise entre (10-20% MK) n'ont pas été sensiblement affectés. Au delà de cette gamme, les temps de prise initial et final ont augmenté de 15% et 10%, respectivement, probablement due à la faible teneur en ciment et aux teneurs plus élevées en eau.

Réciproquement, *Moulin et al.* [3] ont trouvé que les pâtes contenant le MK ont un temps de prise inférieur à celui des pâtes de référence. Ces résultats ont été obtenus à l'aide d'un appareillage d'aiguille de Vicat selon la norme ASTM C 191 et ont été réalisés avec un E/L égal à 0,40. Moulin a également examiné la rhéologie des mêmes pâtes en utilisant un rhéomètre de palette de cisaillement pour caractériser l'effort de fléchissement. Il a constaté que la présence du MK a augmenté de manière significative l'effort de fléchissement par rapport aux pâtes de référence. Ceci a confirmé que les pâtes contenant

le MK exigent une grande quantité d'eau, mènent au comportement thixotropique et montrent ainsi l'effet du MK sur l'accélération de l'hydratation du ciment Portland.

Caldarone et al. [35] ont également trouvé que le MK diminue le temps de prise, par rapport aux échantillons témoins. Ils ont trouvé un temps de début de prise des mélanges de MK de 4.1 h, et celui des mélanges de fumée de silice et de l'échantillon témoin de 4,2 h et 4,8 h, respectivement.

1.4.1.3 Chaleur d'hydratation

L'utilisation du MK augmente la chaleur d'hydratation. Ceci a été attribué à l'effet du MK sur l'accélération de l'hydratation du ciment Portland et à la réactivité élevée du MK avec le CH. L'augmentation de la température devient critique dans les ouvrages de masse, elle peut mener à la ruine à cause des contraintes thermiques. Cependant, où un bétonnage par temps froid et une prise plus rapide sont exigés, cette propriété peut être souhaitable.

Selon *Zhang et Malhotra* [36], l'incorporation des cendres volantes a diminué la chaleur d'hydratation du béton, tandis que l'incorporation de 10% de MK comme substituant a causé réellement une augmentation de 7°C par rapport au béton de référence.

Ambroise et al. [37] ont rapporté une augmentation des températures de 8°C, 6°C et de 1°C au dessus du mortier de référence, pour des substitutions de 10%, 20% et 30% de MK, respectivement, dans les mortiers. Les petites augmentations de la température à des niveaux plus élevés de substitution sont probablement dues à l'effet de dilution (une grande masse de ciment enlevée).

Frías et al. [38] ont comparé les cendres volantes (CV), la fumée de silice (FS), et le MK en termes d'évolution de la chaleur d'hydratation en utilisant un calorimètre de Langavant. Cette méthode semi-adiabatique, décrite dans la norme Espagnole UNE 80 118, mesure la chaleur produite pendant l'hydratation du ciment à l'aide d'une bouteille de Flask Dewar isolée thermiquement. La chaleur est définie comme la différence de température entre le mortier hydraté et un mortier inerte (ayant un âge d'au moins trois mois). Les pâtes de ciment contenant 10% ou 30% de FS, CV et MK ont été employées pour produire des mortiers avec un rapport de sable/ciment de 3/1 et un E/L de 0,50.

Les chaleurs totales (jusqu'à 120 h) ont diminué de manière significative avec l'augmentation de la substitution des CV, augmentent légèrement avec la substitution de 10% de FS, et restent pratiquement constantes pour les niveaux croissants de MK (Figure 1.6).

Les mortiers à base de CV ont montré une réduction continue de l'élévation de la température avec l'augmentation du niveau de substitution, l'incorporation de FS a eu comme conséquence une diminution de 1,5 à 3,0 °C, et le MK a causé une augmentation de pic de la température de 6 à 7 °C.

De ceci, il est clair que la réduction de la teneur en ciment d'un mélange réduira la chaleur d'hydratation de ciment dégagée, mais ne réduira pas nécessairement le taux initial d'évolution de la chaleur ou la température maximale atteinte.

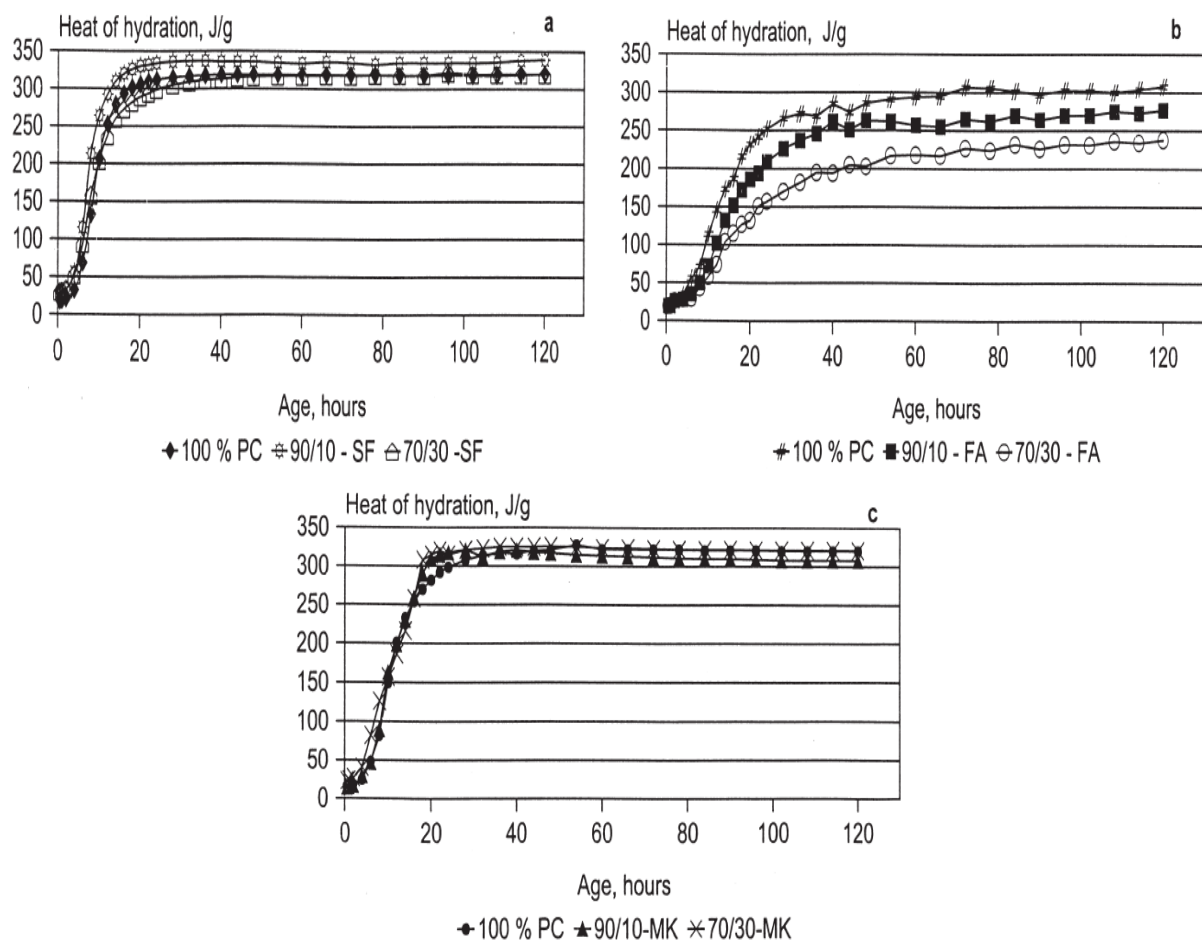


Figure 1.6: Effet des différents ajouts sur la chaleur d'hydratation:

(a) FS. (b) CV et (c) MK [38].

1.4.2 Effet du métakaolin sur les résistances mécaniques

Il existe plusieurs études sur le développement de la résistance du béton contenant le MK. Ces études ont montré qu'avec une utilisation intelligente, une amélioration considérable de la résistance, en particulier au jeune âge, peut être produite.

Wild and Khatib [20] ont montré que le MK augmente la résistance en compression. A long terme, cette augmentation est d'autant plus visible que la réaction pouzzolanique s'est développée dans le temps et a conduit à une densification de la matrice. Selon [20,39] l'optimum de substitution du ciment par du MK est situé entre 10 et 30% en masse. En effet, le grand nombre de modifications successives de la microstructure incorporant du MK, montre qu'il existe différentes valeurs optimales de substitution selon l'âge du matériau (Tableau 1.3).

Tableau 1.3 : Substitutions optimales selon l'âge du matériau [20].

Age du matériau j (en jours)	$3 < j < 7$	$7 < j < 28$	$j > 28$
Taux de substitution optimal de ciment par du MK (en masse)	10%	15 à 20%	20 à 25%

Curcio et al. [40] ont examiné l'influence du MK en tant que microfiller pouzzolanique pour les mortiers à haute performance . Ils ont caractérisé des mortiers superplastifiés contenant 15% MK avec un rapport E/L de 0.33. Quatre échantillons de MK de finesse différente et un échantillon de fumée de silice (FS) ont été étudiés pour comparaison. Ils ont conclu que : (i) les spécimens contenant trois des quatre échantillons de MK ont eu un taux plus élevé de développement de résistance à la compression par rapport à celui du mortier control pour une cure inférieure à 28 jours, une conséquence du taux plus élevé d'hydratation. La FS et le quatrième MK le plus grossier ont eu un effet moins prononcé ; (ii) à 90 et 180 jours les spécimens de FS et MK ont donné des résistances semblables. La différence dans la résistance à la compression entre les spécimens avec des microfillers et le mortier control a diminué après 28 jours, en raison d'un plus petit ralentissement du taux d'hydratation dans le mortier control.

Brooks and Johari [41] ont également signalé que la résistance à la compression augmente avec l'augmentation de la teneur en MK (Tableau 1.4).

Des pâtes de ciment contenant 5% à 20% MK ont données des résistances à la compression plus élevées que la pâte de ciment sans ajout à tous les âges (3 à 90 jours), l'optimum a été de 10% MK [42].

Tableau 1.4: Résistance à la compression des bétons contenant le MK [41]

Mélanges	Résistance à la compression (MPa)
CEM I	87,0
MK5	91,5
MK10	104,0
MK15	103,5

Badogiannis et al. [43] ont traité thermiquement un kaolin grec médiocre, le MK produit a été finement broyé, et comparé à un MK commercial (MKC) de grande pureté. Dans les bétons, le MK a remplacé le ciment ou le sable avec les pourcentages de 10% ou de 20% en poids du contenu de ciment control. Le développement de résistance du béton à base de MK a été évalué en utilisant le coefficient d'efficacité (K), ce coefficient K a été défini comme le rapport de la masse du ciment à la masse du MK quand ils ont eu un effet équivalent sur le rapport eau/ciment. Le MK produit ainsi que le MKC ont montré un comportement semblable en ce qui concerne la résistance du béton. Les deux métakaolins ont montré des valeurs de coefficient d'efficacité très élevées (environ 3.0 à 28 jours) et ont été caractérisés en tant que matériaux pouzzolaniques fortement réactifs qui peuvent mener à la production de béton à hautes performances. Lorsque le MK a été utilisé comme substitution au sable, la résistance du béton de MK a largement dépassée celle du béton sans MK à tous les âges jusqu'à 90 jours. Lorsque le MK a été utilisé comme substitution au ciment, son effet positif sur la résistance du béton a généralement commencé après 2 jours.

Badogiannis et al. [44] ont étudié la résistance à la compression du ciment contenant cinq métakaolins jusqu'à 180 jours. La teneur en métakaolinite dans les métakaolins MK1, MK2, MK3, et MK4 (dérivé des kaolins grecs médiocres) est de 36, 37, 71, et 49%, respectivement, mais 95% dans un métakaolin commercial (MKC) de grande pureté. MK a eu un effet très positif sur la résistance du ciment après 2 jours et spécifiquement à 28 et 180 jours. Une teneur de 10% MK a semblé être, généralement, plus favorable que 20% MK (Tableau 1.5).

Razak et Wong [5] ont présenté un modèle mathématique pour estimer la résistance à la compression du béton de haute résistance incorporant des matériaux pouzzolaniques, basée sur la résistance d'un béton ordinaire à base de ciment Portland réalisé avec des caractéristiques de mélange semblables et la même durée de cure. L'exactitude du modèle a augmenté avec l'âge du béton. Au delà de 28 jours, 97% des résistances estimées étaient à moins de $\pm 5\%$ de la valeur réelle.

Tableau 1.5: Résistance à la compression des bétons contenant les cinq MK [44]

Age (jours)	Résistance à la compression (MPa)										
	CEM I	MK1		MK2		MK3		MK4		MKC	
			10%	20%	10%	20%	10%	20%	10%	20%	10%
1	18	17	16	18	16	21	19	20	18	20	19
2	30	28	23	30	24	33	29	32	28	33	29
7	44	45	44	48	45	50	50	51	50	54	50
28	57	64	68	65	67	66	69	68	65	72	70
180	70	79	77	80	75	74	72	80	78	76	76

Güneyisi et al. [46] ont étudié l'influence de la teneur en MK (10 et 20%) et du rapport E/L (0.55 et 0.35) sur le développement de la résistance à la compression des bétons jusqu'à 120 jours. Ils ont trouvé que la résistance aux jeunes âges (1 à 7 jours) et à long terme (120 jours) des bétons contenant le MK sont à 5-23% et 10-30% plus élevées que la résistance du béton témoin respectivement. Ils ont trouvé aussi qu'à 28 jours, la diminution du rapport E/L provoque une augmentation de 25% de la résistance du béton contenant 10% MK par rapport au béton témoin (Figure 1.7).

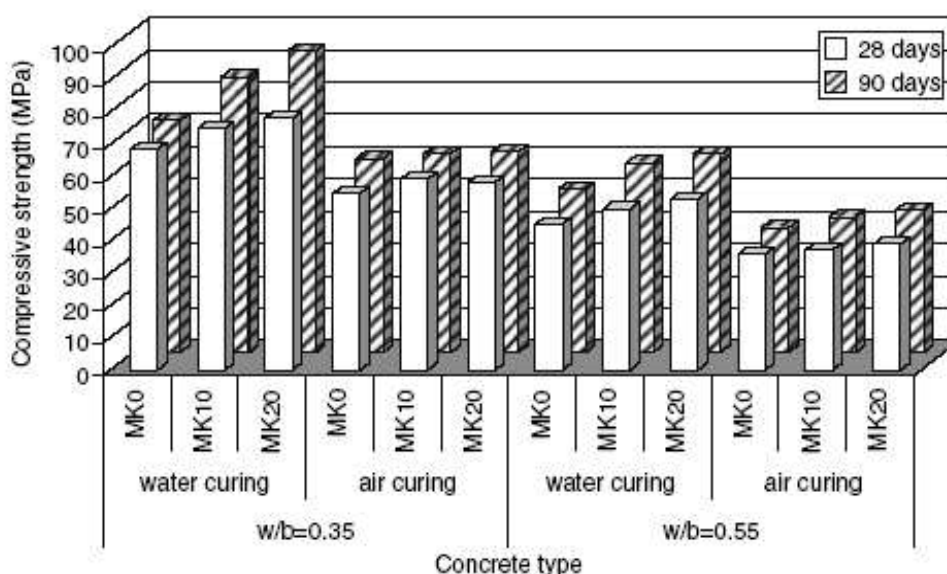


Figure 1.7 : Variation de la résistance à la compression des bétons soumis à différents régimes de cure [46].

1.4.3 Effet du métakaolin sur la durabilité

Aujourd'hui, la durabilité des structures en béton est un des facteurs les plus importants dans les domaines du génie civil. Elle est influencée non seulement par les chargements mécaniques mais aussi par l'environnement (marin, gel - dégel, pluie...). Ces influences deviennent plus importantes quand on doit garantir une durée de service pendant une grande période. Par exemple, les ponts, les tunnels, les réseaux d'assainissement ou le patrimoine bâti doivent avoir une longue durée de vie.

La plupart des processus de détérioration touchant les structures en béton, impliquent les transferts de matière (en particulier d'agents agressifs) à l'intérieur d'un matériau poreux comme le béton.

Le mécanisme de dégradation chimique du béton consiste en une décalcification progressive du béton au cours du temps en contact avec un environnement agressif. Cette dégradation provoque une augmentation de la porosité du béton qui modifie ces propriétés physicochimiques et mécaniques. D'une part cette augmentation de porosité accélère le processus de transport (perméabilité ou diffusion) de matières et entraîne une accélération de la dissolution des hydrates (notamment la portlandite). D'autre part, ceci induit une modification des propriétés mécaniques comme la perte de résistance et la perte de rigidité. En plus, les sollicitations mécaniques créent des microfissures qui peuvent être des facteurs accélérant le processus de dégradation chimique.

La durabilité peut être, donc, définie comme la résistance du béton aux agressions chimiques ou physiques, en maintenant son comportement et ses performances dans de bonnes conditions de service prévus pour l'ouvrage.

Les agressions chimiques que peuvent rencontrer les matériaux à matrice cimentaires sont très variées. De part sa porosité et la composition chimique de la solution interstitielle, des échanges de matière peuvent se produire et être à l'origine d'une évolution de la composition solide de la pâte de ciment. Ces phénomènes de transport et de réaction s'effectuent à l'échelle de la microstructure de la pâte de ciment. Parmi une multitude de causes de dégradation des matériaux cimentaires, figurent les attaques par les acides et par les sulfates.

1.4.3.1 Effet du métakaolin sur la porosité et la perméabilité

Dans la plupart des cas, les mortiers et les bétons contenant les ajouts cimentaires pouzzolaniques ont des valeurs totales de porosités égales ou inférieures à celles des bétons contenant le ciment Portland. Cependant, ce n'est pas tellement la porosité totale car c'est la distribution de pores et la perméabilité qui sont critiques à la performance et à la durabilité du béton. L'évolution de la porosité dépend de certaines caractéristiques de l'ajout cimentaire, telles que la dimension des particules, la composition chimique et minéralogique et la perte au feu. En raison de sa finesse et de sa réactivité pouzzolanique élevée, le métakaolin offre de grandes possibilités intéressantes de diminuer la porosité du béton.

Frías and Cabrera [47] ont évalué l'évolution de la porosité totale, capillaire, et de gel en fonction du temps par l'intermédiaire de l'intrusion de porosimètre à mercure (MIP). Les pores capillaires ont été considérés comme faire partie de 0.01-5.00 μm , alors que les pores de gel étaient plus petits que 0.01 μm . Cinq pâtes ont été préparées à un E/L de 0.55 et ont été examinées neuf fois en un an. Pour arrêter l'hydratation, les échantillons étaient vidés et séchés au four à 1 barre et à 50 °C (pour le MIP) ou micro-ondulés (pour ATD et ATG). Malheureusement, ces auteurs n'ont pas comparé les deux techniques pour déterminer si le séchage au micro-onde endommageait la structure de pore de pâte ou changeait sa composition.

Il y avait une réduction de la porosité totale observée jusqu'à 28 jours, après quoi elle demeure constante. Les mélanges contenant le métakaolin ont montré des porosités totales plus élevées que le control (approximativement 16%), probablement dues à la teneur élevée en eau, bien que les pâtes de métakaolin ont des pores dans les gammes de 0.01-5.00 μm et plus de pores plus petit que 0.01 μm . En plus, avec un temps d'hydratation prolongé, il n'y avait aucune différence significative dans la porosité capillaire des pâtes faites avec 15, 20, ou 25% métakaolin, indiquant que la substitution de 15% peut être suffisante.

Khatib and Wild [48], comme les auteurs précédents, ont examiné des pâtes avec un E/L égal à 0.55 en utilisant le MIP. L'incorporation du métakaolin a mené à l'amélioration de la structure des pores, avec une augmentation, de manière significative, de la proportion de pores ayant les rayons plus petits que 20 nm à mesure que le niveau de substitution

augmentait. À 14 jours, les pâtes avec 15% de métakaolin ont eu presque 60% de leur volume total de pores dans des pores de sous-20 nm, alors que la pâte contrôle avait seulement au tour de 30%. Ceci représente l'âge auquel le pourcentage des pores fins est le plus élevé ainsi que l'amélioration de la résistance par le métakaolin atteint un maximum, confirmant que la majeure partie du processus d'amélioration de pores se produit à un très jeune âge [48]. Les auteurs ont attribué ceci à une couche empêchante de produit de réaction autour des particules de métakaolin, de ce fait terminant leur réaction avec le CH et empêchant davantage l'amélioration de pore au delà de 14 jours. Il est à noter, cependant, que le métakaolin n'a pas beaucoup d'influence sur le volume total de pores, qui a augmenté légèrement relativement aux contrôles dans ces évaluations. Les auteurs supposent que ceci puisse être le résultat d'une transformation de phase des produits de réaction de métakaolin/CH menant à une diminution de volume plein et à une augmentation de porosité.

Khatib and Clay [29] ont étudié l'absorption de l'eau par l'absorption capillaire et immersion totale des bétons contenant le métakaolin. Cinq mélanges de béton, contenant 0 à 20% de métakaolin, ont été examinés. Après la période de cure exigée, des cubes ont été découpés en tranches et séchés dans un four à 100 °C pour 48 h. La hauteur d'ascension capillaire a été mesurée en plaçant les tranches sèches sur des appuis dans un plateau peu profond, ajoutant l'eau jusqu'à ce que le niveau ait été approximativement 1,5 millimètres au-dessus de la base de l'échantillon, et mesurant la masse du spécimen à intervalles réguliers. L'absorption totale dans l'eau a été mesurée en comparant la masse sèche à la masse saturée réalisée après 48 h d'immersion à 20 °C.

Le teneur croissante de métakaolin a eu comme conséquence une diminution de la pente de la partie linéaire de la courbe absorption-temps, indiquant que la présence du métakaolin diminue l'absorption par hauteur d'ascension capillaire. Cette pente, appelée le coefficient d'absorption d'eau (CAE), a été alors tracée en fonction de l'âge de cure (Figure 1.8). Pour tous les mélanges, le CAE a diminué brusquement jusqu'à 14 jours de cure. Puis, alors que le CAE du béton contrôle continuait à diminuer lentement, ceux des bétons contenant le métakaolin ont augmenté jusqu'à 28 jours et se sont finalement stabilisés. En dépit de cette augmentation, le CAE pour tous les mélanges de métakaolin était inférieur à celui du spécimen contrôle. De plus, *Khatib and Clay* [29] ont signalé qu'après l'examen visuel à la fin de l'essai capillaire, les spécimens contrôles ont eu de

l'eau sur leurs surfaces supérieures. À mesure que le pourcentage de métakaolin augmentait, l'apparence de l'eau a été considérablement réduite, et les échantillons de 15% et de 20% métakaolin n'ont eu aucune eau évidente sur leurs surfaces supérieures [29].

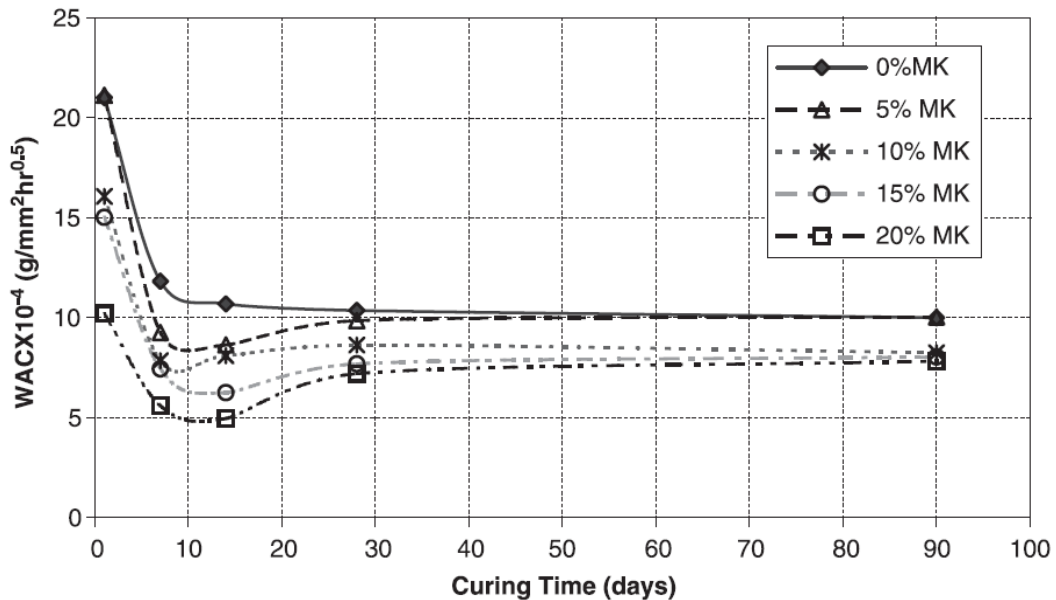


Figure 1.8 : Variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction de l'âge de cure pour des bétons contenant le métakaolin [29].

En termes d'absorption d'eau par immersion, les spécimens de métakaolin ont montré réellement une légère augmentation au-dessus de spécimen contrôle. C'est-à-dire, après 48 h d'immersion dans l'eau à 20 °C, les échantillons contenant le métakaolin ont eu des masses saturées plus élevées que les contrôles. Il y avait une augmentation systématique d'absorption d'eau avec l'augmentation du pourcentage de métakaolin. Cependant, les résultats sont en accord avec ceux de *Frías and Cabrera* [47] et *Khatib and Wild* [48]: l'absorption de l'eau pendant l'immersion totale semble être liée au volume total de pores, cette absorption a augmenté avec l'utilisation de métakaolin. Réciproquement, la pénétration de l'eau dans le béton par l'action capillaire a diminué lorsque le métakaolin employé, suggérant une discontinuité des pores [29].

1.4.3.2 Effet du métakaolin sur l'attaque des sulfates

L'attaque du béton par les sulfates résulte d'une réaction chimique qui se produit en présence d'eau entre l'ion sulfate et l'aluminate de calcium hydraté, et/ou les éléments

constitutifs de l'hydrate de calcium de la pâte de ciment durcie. Les produits qui résultent de ces réactions sont le sulfoaluminate de calcium hydraté communément appelé ettringite et le sulfate de calcium hydraté mieux connu sous le nom de gypse. Les volumes de ces solides sont beaucoup plus grands que ceux des corps qui leur ont donné naissance ; il en résulte des contraintes qui peuvent détériorer la pâte et finalement désintégrer le béton.

Les sulfates peuvent être d'origine naturelle, biologique ou peuvent provenir de pollution domestique et industrielle. Dans certaines régions où les sols contiennent du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ou de l'anhydrite (CaSO_4), on peut rencontrer des concentrations élevées (> 5%) [49].

- Afrique du Nord ;
- Prairies canadiennes ;
- Région parisienne: Na_2SO_4 (58 g/l), $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (194 g/l), K_2SO_4 (111 g/l), $\text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (440 (g/l) et CaSO_4 (2,1 g/l).

Les eaux souterraines en contact avec ces sulfates peuvent se charger en ions SO_4^{2-} . Les sols alluviaux ou argileux peuvent aussi contenir des pyrites qui s'oxydent en sulfates au contact de l'air et de l'humidité avec formation d'acide sulfurique. Les sulfates peuvent aussi provenir de la décomposition biologique aérobie de substances organiques contenant du soufre (engrais, plantes). Les sources de sulfates peuvent aussi être internes [49]:

- contamination des granulats par du plâtre
- granulats gypseux
- sulfures dans certains granulats

Mécanisme d'attaque par les sulfates

Les sulfates peuvent détériorer le béton selon deux mécanismes physico-chimiques [49]:

- Expansion ;
- perte des propriétés liantes des C-S-H.

Les mécanismes de destruction sont fonction de la concentration et de la source des ions sulfates dans la solution d'eau externe ou dans la pâte de ciment. L'action des sulfates

peut prendre la forme d'une expansion du béton suite à la formation de produits expansifs. Elle peut aussi engendrer une perte de résistance et une perte de masse du béton en surface. Dans le cas de l'attaque externe, les ions de sulfate doivent pénétrer dans le béton pour lancer la réaction. N'importe quelle expansion provoquée par la pénétration de ces sulfates peut causer la détérioration, qui accélère la pénétration de plus d'ions de sulfate. Le taux de l'attaque externe est fonction du temps d'exposition. D'autre part, dans le cas de l'attaque interne, les ions de sulfate existent à l'intérieur du béton dès le mélange. La quantité d'ions de sulfate diminue pendant que la réaction chimique procède, et donc le taux d'attaque interne tend à ralentir avec le temps.

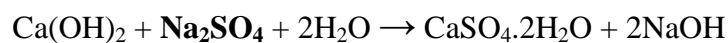
• Les deux types d'interactions chimiques

Les aluminates et la portlandite sont les deux produits les plus sensibles à l'attaque par les sulfates [49].

1. Formation de gypse secondaire

Substitution ionique entre la portlandite et les sulfates.

Dans le cas du sulfate de sodium:



NaOH : Alcalinité élevée → stabilisation des C-S-H.

CaSO₄·2H₂O : Produit expansif mais qui se forme uniquement dans les espaces internes de la pâte de ciment hydraté, dans la majorité des cas, pas ou peu d'expansion.

2. Formation d'ettringite secondaire

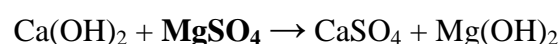
- à partir du C₃A anhydre résiduel:



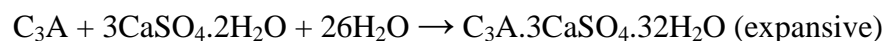
- à partir des aluminates hydratés (Monosulfoaluminates) :



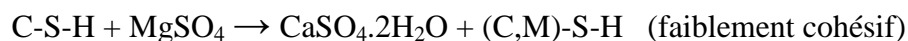
Le sulfate de magnésium est très agressif (double action)



(Mg(OH)₂ est caractérisée par une faible solubilité et un faible pH)



Substitution des ions Ca^{2+} par les ions Mg^{2+} dans les C-S-H :



On peut remarquer que l'attaque des sulfates engendre deux types de produits, un gypse secondaire qui est peu expansif et l'ettringite secondaire qui représente, d'après plusieurs recherches, la cause principale de la détérioration des mortiers et bétons exposés aux milieux sulfuriques.

Khatib et Wild [50] ont évalué l'effet du MK sur la résistance du mortier à l'attaque de sulfate. Deux types de ciments ont été employés : un ciment avec une teneur élevée en C_3A et un autre avec une teneur moyenne en C_3A . Le ciment a été remplacé par 0, 5, 10, 15, 20, et 25% de MK. Des éprouvettes de 25×25×285 millimètres ont été utilisées pour mesurer l'expansion, leur longueur a été mesurée avant immersion dans la solution de 5% Na_2SO_4 . Les résultats d'essai ont montré que : (i) l'expansion a diminué systématiquement avec l'augmentation de la teneur en MK pour les deux types de ciment; (ii) pour les mortiers contenant le ciment avec une teneur élevée en C_3A , le mortier control et les mortiers contenant 5% et 10% MK ont montré une expansion et une détérioration rapides entre 40 et 70 jours d'exposition à la solution de sulfate. Les mortiers contenant 15% et 20% MK ont montré de faibles expansions entre 40 et 70 jours, mais se sont stabilisés à long terme. Après 520 jours, les mortiers contenant 20% et 25% MK n'ont montré aucun changement significatif de longueur ; et (iii) avec le ciment à teneur moyenne en C_3A , la tendance était semblable aux mortiers à base de ciment à teneur élevée en C_3A . Le mortier control (0% MK) a montré une expansion significative suivie du mortier de 5% MK. Le mortier contenant 10% MK a montré peu d'expansion et les autres éprouvettes de mortier contenant 15, 20 et 25% se sont avérées extrêmement stables, ne montrant aucun signe de détérioration après 520 jours d'exposition dans la solution de sulfate de sodium (Figure 1.9).

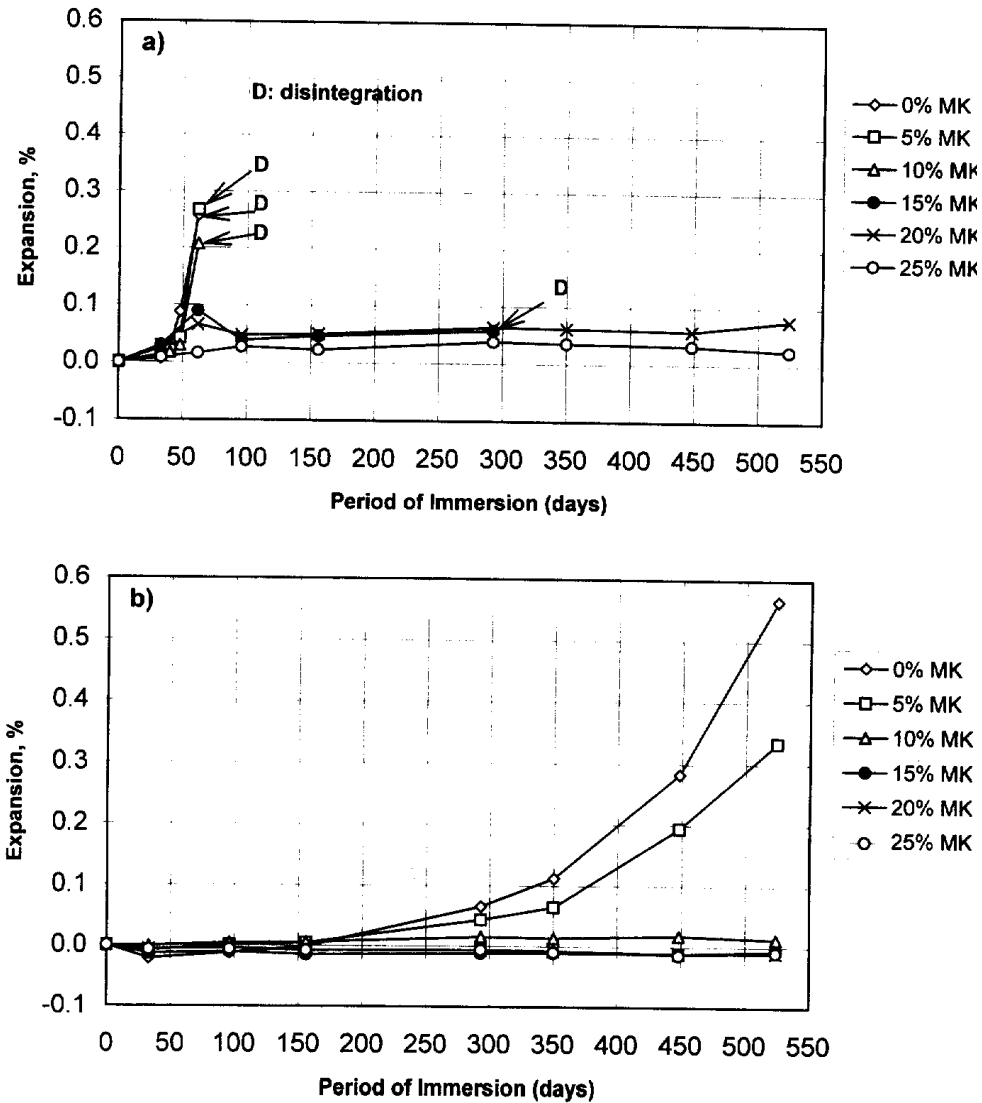


Figure 1.9: Expansion des mortiers contenant le MK immergés dans une solution de sulfate de sodium a) ciment à teneur élevée en C_3A et b) teneur moyenne en C_3A [50].

Lee *et al.* [51] ont mené une étude expérimentale sur la résistance au sulfate de magnésium des éprouvettes de mortier et de pâte incorporant différentes teneurs en MK. Quatre mélanges de mortier ont été préparés. Le ciment a été partiellement remplacé par 0, 5, 10 et 15% de MK par masse. Le rapport eau/liant était fixe à 0.45. Le rapport liant/granulat fin était invariable à 2.0 dans tous les mélanges de mortier. Les prismes (25×25×285 millimètres) ont été moulés pour des mesures d'expansion. Tous les échantillons de mortier et de pâte ont été immergés dans la solution de sulfate de magnésium ($MgSO_4$) pendant 360 jours. Les concentrations de solution de sulfate utilisées étaient 0.42% (3380 ppm de SO_4^{-2}), 1.27% (10.140 ppm de SO_4^{-2}) et 4.24% (33.800 ppm de SO_4^{-2}), respectivement. Les résultats d'essai de l'expansion des mortiers à 360 jours sont montrés dans la figure 1.10. Ils ont conclu que : (i) à basse concentration

(0.42% $MgSO_4$), seulement le mortier MK5 a montré une expansion qui dépasse 0.1% ; (ii) à la concentration 1.27% $MgSO_4$, les éprouvettes de mortier avec des teneurs de 5 à 15% de MK ont montré une résistance faible à l'attaque de sulfate de magnésium.

Après 360 jours d'exposition, les valeurs d'expansion étaient 0.343, 0.339 et 0.469% pour les éprouvettes du mortier MK5, MK10 et MK15, respectivement ; tandis que les éprouvettes du mortier MK0 ont montré une expansion de 0.185% après la même période d'exposition ; et (iii) à la concentration élevée en solution du sulfate de magnésium (4.24% $MgSO_4$), les valeurs d'expansion pour le mortier MK0 étaient environ 0.244% après 360 jours d'exposition, tandis que les spécimens de mortier contenant le MK ont montré des expansions de 0.360%, de 0.410% et de 0.556% pour des mélanges du mortier MK5, MK10 et MK15, respectivement.

Selon ces auteurs, l'effet négatif du métakaolin sur la résistance de sulfate de magnésium est attribué à la formation du gypse et non plus de l'ettringite et du thaumasite. En outre, la réduction d'hydroxyde de calcium et l'augmentation de C-S-H secondaire de la matrice cimentaire due à la réaction pouzzolanique du métakaolin ont mené à la conversion du gel primaire et secondaire de C-S-H en un gel de M-S-H. Ces auteurs ont conclu qu'il est nécessaire de prêter une attention particulière en utilisant le métakaolin dans un béton exposé aux solutions fortement concentrées en sulfate de magnésium.

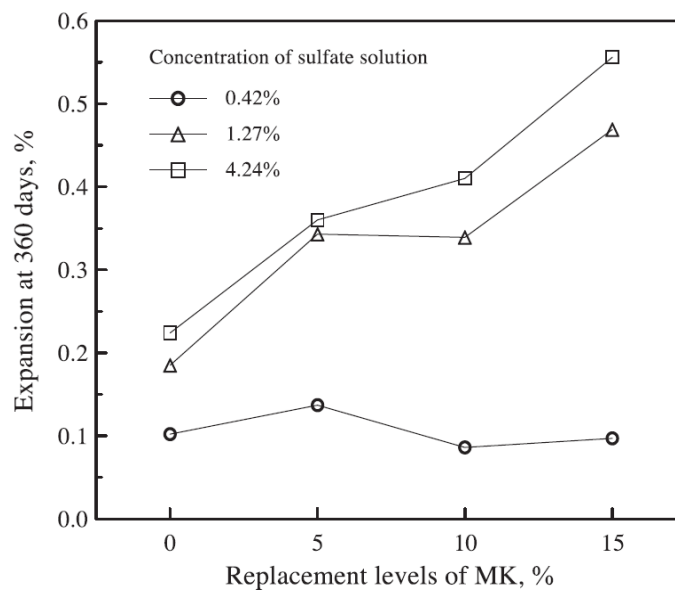


Figure 1.10: Influence des concentrations de solution et de la teneur en MK sur l'expansion des éprouvettes de mortier exposées à la solution de sulfate de magnésium [51].

Al-Akhras [52] a étudié l'effet du MK comme substitution au ciment sur la durabilité du béton soumis à l'attaque de sulfate. Trois teneurs en MK 5, 10, et 15% du poids de ciment ont été employées. Les autres paramètres expérimentaux sont : ratio eau/liant (0.5 et 0.6), période de cure (3, 7, et 28 jours), type de cure (sous l'eau et autoclavée), et le contenu d'air (1.5% et 5%). Le degré d'attaque de sulfate a été évalué en mesurant l'expansion des prismes en béton (75×75×300 millimètres). Après la cure initiale indiquée, les éprouvettes en béton ont été immergées dans un réservoir d'eau contenant une solution de 5% de sulfate de sodium pendant une période totale de 18 mois (ASTM C1012-04). L'influence de la teneur en MK sur la variation de l'expansion avec la période d'exposition au sulfate est montrée dans les figures 1.11 et 1.12. Les auteurs ont conclu que :(i) la résistance au sulfate du béton de MK était plus élevée que celle du béton témoin (sans MK). La résistance au sulfate du béton de MK a augmenté avec l'augmentation de la teneur en MK. Le béton témoin n'était pas durable à l'attaque de sulfate, il atteint des valeurs maximales d'expansion de 0.4% et de 0.45% après 18 mois pour des rapports E/L de 0.5 et de 0.6, respectivement ;(ii) les bétons contenant 10% et 15% MK pour les deux rapports E/L utilisés (0.5 et 0.6) ont montré une excellente durabilité à l'attaque de sulfate et l'expansion était 0.10% et 0.07% pour le béton au rapport de E/L de 0.5, et 0.13% et 0.10% pour les bétons au rapport de E/L de 0.6, respectivement ;et (iii) le béton contenant 5% MK a montré une durabilité intermédiaire à l'attaque de sulfate, il atteint des valeurs maximales d'expansion de 0.17% et de 0.2% pour le béton aux rapports E/L de 0.5 et de 0.6, respectivement.

L'augmentation de la résistance au sulfate du béton à base de MK avec l'augmentation de la teneur en MK peut être expliquée par les mécanismes suivants. D'abord, la substitution d'une partie de ciment Portland par le MK réduit la quantité totale d'aluminate tricalcique hydraté dans la matrice de pâte de ciment du béton. Le deuxième mécanisme est par la réaction pouzzolanique entre le MK et l'hydroxyde de calcium libérés pendant l'hydratation du ciment, qui consomme une partie des hydroxydes de calcium. Ainsi, la quantité de gypse expansible constituée par la réaction de l'hydroxyde de calcium sera moindre dans le béton de MK que dans le béton témoin. En outre, la formation de C-S-H secondaire par la réaction pouzzolanique, bien que moins dense que le gel C-S-H primaire, est efficace en remplissant et segmentant les grands pores capillaires, en rendant ces pores petits et discontinus, diminuant par la suite la perméabilité de béton.

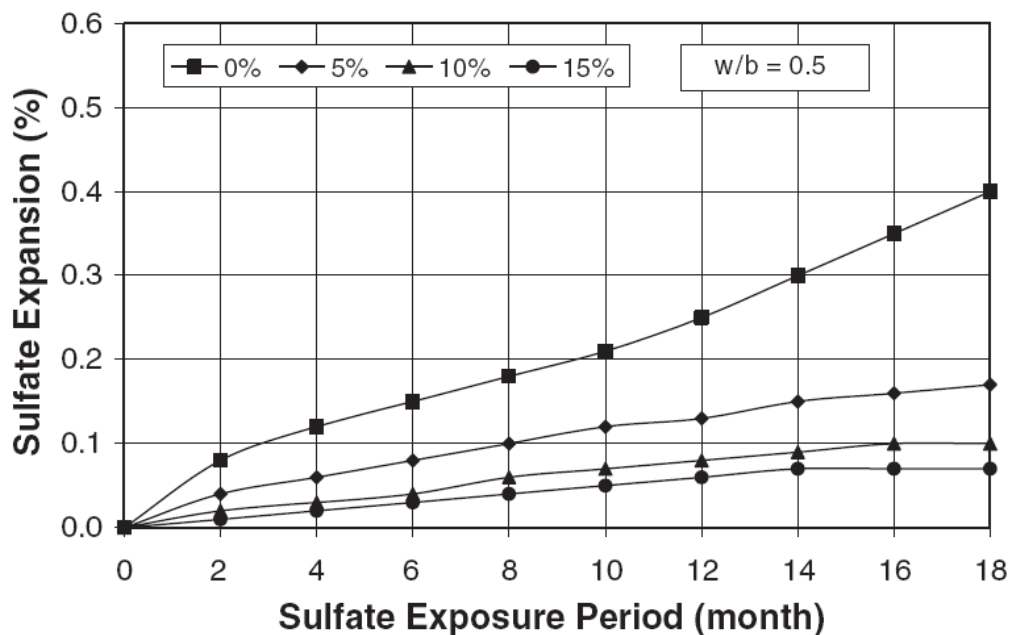


Figure 1.11: Influence de la teneur en MK sur la variation de l'expansion avec la période d'exposition au sulfate pour un rapport E/L de 0.5 [52].

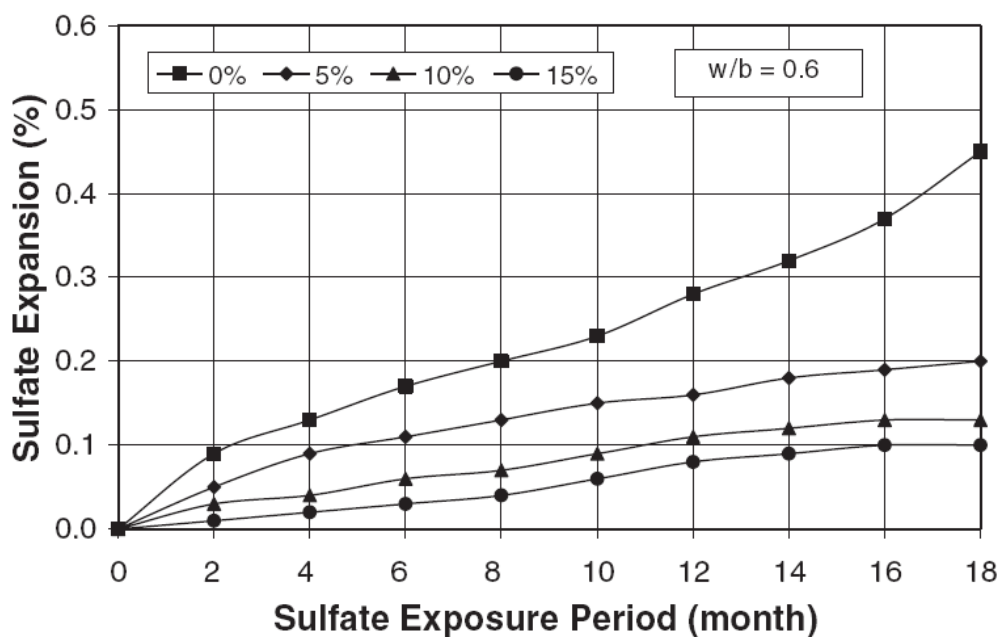


Figure 1.12: Influence de la teneur en MK sur la variation de l'expansion avec la période d'exposition au sulfate pour un rapport E/L de 0.6 [52].

Vu et al. [53] ont utilisé deux séries de mortier de forme prismatique (4x4x16 cm) contenant 0 à 30% de kaolin calciné (KC). Les éprouvettes ont été placées sous l'eau pendant 28 jours, ensuite dans une solution 0.2 M $MgSO_4$. Les auteurs ont suivi la résistance à la compression des mortiers pendant 360 jours. Les résultats trouvés par ces auteurs sont regroupés dans le tableau 1.6.

Tableau 1.6: Résistance à la compression (R_c) des mortiers immergés dans une solution 0.2 M $MgSO_4$ [53].

Mélange	R_c avant exposition (MPa)	R_c (MPa) après exposition à (jours):				
		28	90	150	240	360
0% KC	19.5	26.7	27.2	31.3	30.9	29.5
10% KC	20.7	27.5	29.5	28.9	29.8	30.2
20% KC	22.6	28.5	28.9	28.5	28.5	30.5
30% KC	20.7	28.1	28.5	26.1	27.3	26.0
0% KC+sp	22.2	32.0	31.7	33.5	34.9	33.2
10% KC+sp	26.8	34.8	35.4	36.6	40.4	40.2
20% KC+sp	27.1	36.2	33.5	36.9	40.4	40.0
30% KC+sp	25.9	30.8	32.4	36.6	37.0	37.5

1.4.3.3 Effet du métakaolin sur l'attaque des acides

Les environnements agressifs du point de vue de la lixiviation et des attaques acides peuvent être assez variés, et combinés à d'autres types d'agressions. Mais les eaux en contact avec le béton ont en commun d'être faiblement minéralisées, en particulier en calcium, et neutres ($pH = 7$) voire acides ($pH < 7$).

Le mécanisme de dégradation induit, provient de ces gradients de concentration entre les eaux agressives et la solution interstitielle du béton, d'un pH supérieur à 12, donc basique, et riche en calcium. Les principales espèces lixiviées sont de ce fait les ions calcium Ca^{2+} et hydroxyde OH^- . Leur transport vers le milieu extérieur est donc diffusif, ce qui a permis de confirmer les modélisations du phénomène [54].

La solution interstitielle n'étant plus saturée en ions calcium et en hydroxyde, les composés solides contenant ces espèces se dissolvent. La teneur en calcium des produits solides décroît avec la diminution de la concentration en calcium dans la solution des pores. La lixiviation commence par la dissolution de la portlandite, puis des monosulfoaluminates ; l'ettringite et les C-S-H se décalcifient [55].

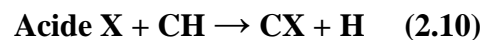
Sources des acides :

Les milieux acides les plus fréquents sont :

- les eaux naturelles dans les tourbières et les marécages, où le pH peut descendre jusqu'à 4 ;

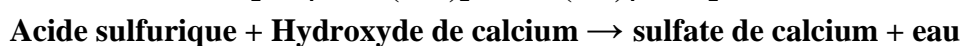
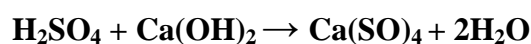
- Les milieux industriels : dans les industries chimiques ainsi que les industries agroalimentaires ;
- Les réseaux d'égouts : l'activité bactérienne conduit au dégagement d'hydrogène sulfuré par la transformation des produits soufrés qui, combiné à l'humidité atmosphérique se condensent sous forme d'acide sulfurique qui va attaquer le béton.
- Les pluies acides, qui contiennent principalement de l'acide sulfurique et de l'acide nitrique, ayant un pH entre 4.0 et 4.5, peuvent provoquer de la dégradation de la surface exposée du béton.

Le béton est très alcalin en nature, il est extrêmement susceptible à l'attaque de l'acide. Le mécanisme pour ce processus est très simple. L'attaque par l'acide est provoquée par la réaction d'un acide et la partie d'hydroxyde de calcium (Ca(OH)_2) de la pâte de ciment qui produit un sous-produit de sel de calcium fortement soluble. Ces sels de calcium solubles sont facilement enlevés de la pâte de ciment affaiblissant de ce fait la structure de la pâte dans l'ensemble. Cette réaction de base est montrée ci-dessous.



Des acides plus agressifs tels que les acides chlorhydriques, acétiques, nitriques, et sulfuriques produisent les sels de calcium qui sont très solubles. Les acides moins agressifs tels que les acides phosphoriques et humiques produisent des sels de calcium avec une faible solubilité. Ces sels de basse solubilité peuvent agir en tant qu'inhibiteur partiel au processus global en bloquant les pores dans la pâte de ciment par lesquels l'eau passe. Ceci réduit la quantité de sels de calcium qui entre dans la solution et retarde le processus global.

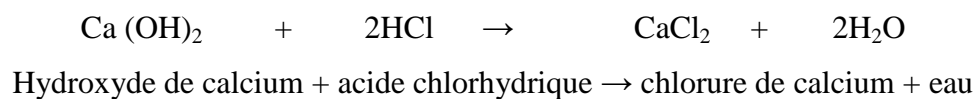
Un cas plus agressif et plus destructif d'attaque par l'acide se produit lorsque le béton est exposé à l'acide sulfurique. Le sel de calcium produit par la réaction de l'acide sulfurique et de l'hydroxyde de calcium est un sulfate de calcium qui cause alternativement une dégradation accrue due à l'attaque de sulfate. Ce processus est illustré ci-dessous.



(le produit de sulfate de calcium contribue à l'attaque de sulfate)

La dissolution de l'hydroxyde de calcium provoqué par l'attaque acide procède en deux phases. La première phase étant la réaction acide-hydroxyde de calcium dans la pâte de ciment. La deuxième phase étant la réaction acide-silicate de calcium hydraté, cette phase ne commencera pas avant que tout l'hydroxyde de calcium soit consommé. La dissolution de silicate de calcium hydraté, dans les cas les plus avancés de l'attaque par l'acide, peut endommager considérablement le béton.

L'acide chlorhydrique fait partie des substances très agressives, car le sel correspondant (chlorure de calcium) est très facilement soluble dans l'eau.



Les acides inorganiques forts ne réagissent pas uniquement avec l'hydroxyde de calcium. Ils attaquent également les autres composants de la pâte de ciment durcie, en formant des sels calciques, aluminiques ou ferriques, ainsi que des acides siliciques colloïdaux (gels de silice).

Roy et al. [56] ont étudié l'effet de fumée de silice, MK, et cendres volantes sur la résistance chimique des mortiers. Pour simuler les conditions d'environnement chimique, ces auteurs ont utilisé les produits chimiques suivants : 1% et 5% d'acide sulfurique (H₂SO₄), 1% d'acide hydrochlorique (HCl), 1% d'acide nitrique (HNO₃), 5% d'acide acétique (CH₃COOH), et 5% d'acide phosphorique (H₃PO₄). La résistance chimique a été évaluée par la mesure de la perte de masse des spécimens. Ils ont trouvé que les mortiers ont été relativement peu affectés par les environnements composés de 1% d'acide chlorhydrique, de 1% d'acide sulfurique, et de 1% d'acide nitrique, mais ces mortiers ont montré une résistance faible à des concentrations d'acides plus élevées: environnements composés de 5% d'acide sulfurique, de 5% d'acide acétique, et de 5% d'acide phosphorique. La résistance chimique étant meilleure pour la fumée de silice, suivie du MK et enfin des cendres volantes. La résistance chimique diminue avec l'augmentation du niveau de substitution de (0 -10 %) à (15 - 30 %).

L'étude faite par *Sayamipuk* [57] a montré l'influence du MK thaïlandais sur la résistance des mortiers à l'attaque des acides (5% HCl et 5% H₂SO₄). Les pourcentages de perte de

masse des mortiers contenant le MK immergé dans la solution HCl étaient inférieurs à ceux immergés dans la solution H_2SO_4 . Plus le pourcentage de MK augmente (0 à 40%), plus la résistance de l'attaque acide est élevée. L'auteur a trouvé aussi que la résistance à l'attaque acide a été réduite lorsque le rapport eau / liant diminuait (voir Figure 1.13).

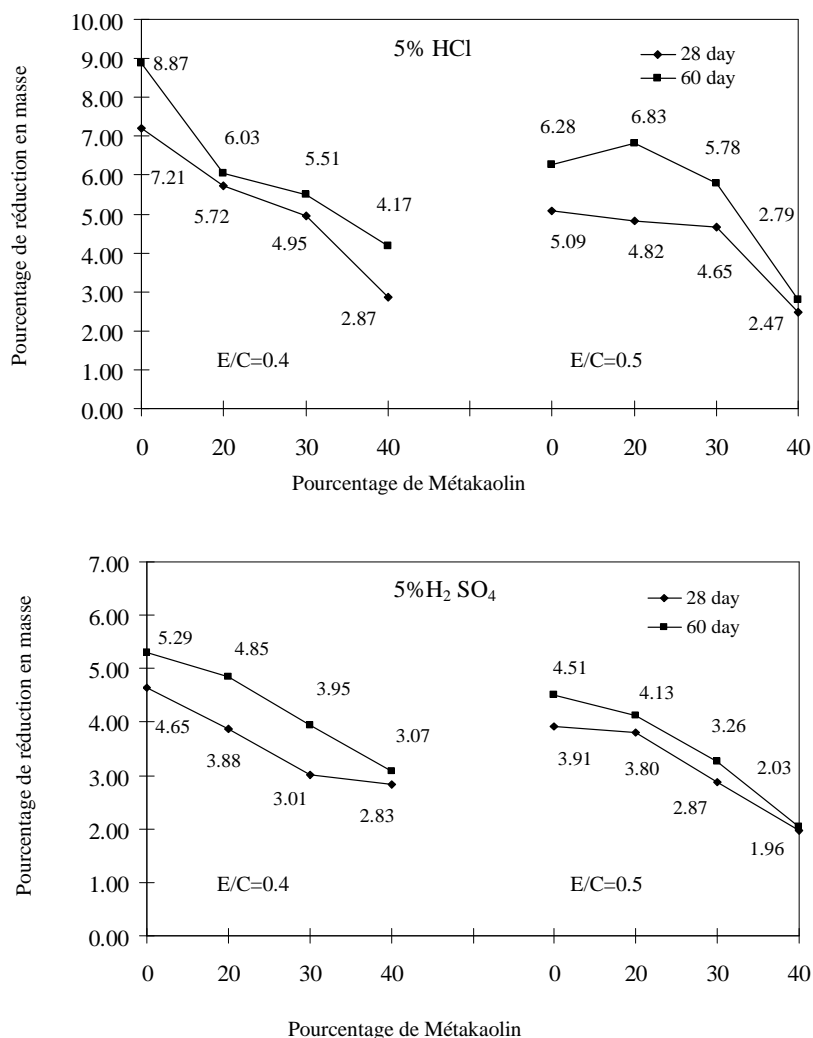


Figure 1.13: Perte de poids due à l'attaque par l'acide [57].

Kim et al. [58] ont étudié l'influence du MK sur la résistance des mortiers à l'attaque par l'acide sulfurique (H_2SO_4), ils ont utilisé aussi la fumée de silice (FS) pour comparaison. Les auteurs ont mesuré la perte de la résistance à la compression après 56 jours d'immersion dans une solution de 2% H_2SO_4 . Les résultats sont présentés sur la figure 1.14. Ces résultats montrent l'effet positif du MK sur la résistance des mortiers aux acides.

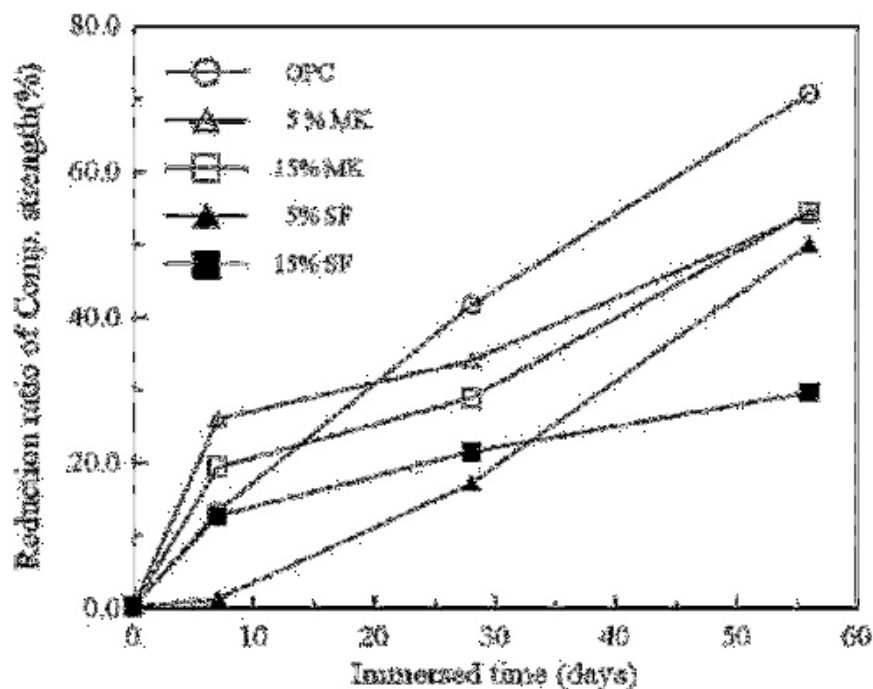


Figure 1.14: Réduction de la résistance à la compression dans une solution 2% H_2SO_4 [58].

Hewayde *et al.* [59] ont étudié la résistance à l'acide sulfurique des éprouvettes en béton incorporant le MK et comparé au béton témoin sans MK. Les auteurs ont tenté de déterminer s'il y avait un rapport entre l'effet des divers mélanges sur la résistance mécanique, la porosité et la résistance du béton à l'attaque de H_2SO_4 . Les résultats trouvés par ces auteurs indiquent que le MK a réduit la perte de masse des éprouvettes en béton, due à l'immersion pendant huit semaines dans des solutions de H_2SO_4 ayant des concentrations de 7% et de 3% (par volume) de 38 et de 25%, respectivement, en comparaison avec le béton témoin (Figure 1.15). Ils ont expliqué cette tendance par la création des hydrates d'aluminate de calcium (C_2ASH_8 , C_4AH_{13} , C_3AH_6) dans le béton à base de MK et que ces hydrates peuvent être chimiquement plus stables dans les environnements fortement acides que les hydrates de silicate de calcium (C-S-H).

Ces auteurs n'ont trouvé aucun rapport entre les propriétés mécaniques et physiques du béton (résistance à la compression et porosité) et sa résistance à l'attaque d'acide sulfurique. Ils ont constaté que la chute de la résistance à la compression des éprouvettes soumises à l'attaque des solutions H_2SO_4 était directement proportionnelle à leur perte de masse.

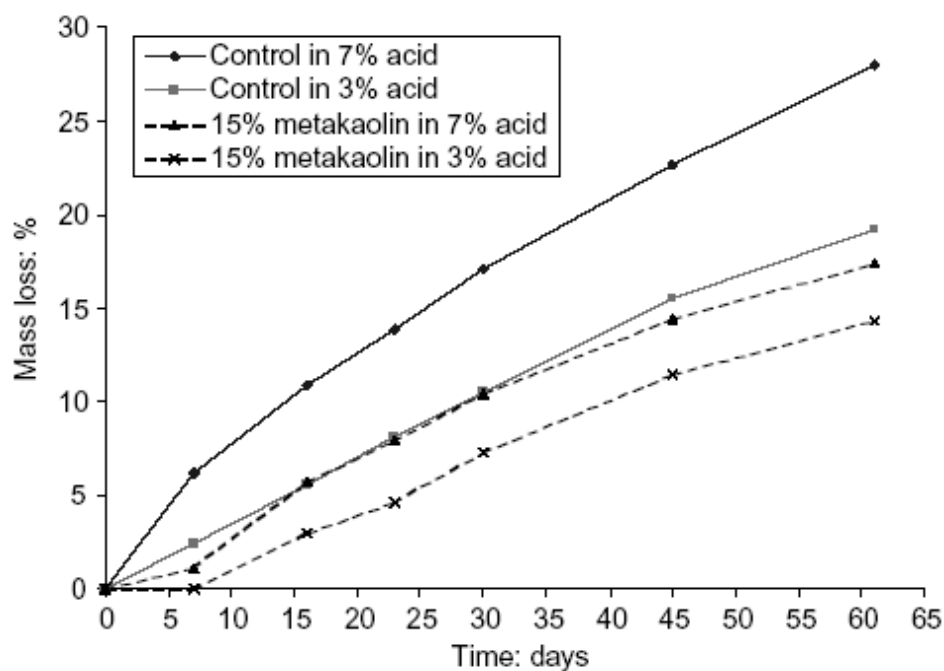


Figure 1.15: Perte de masse en fonction de la période d'immersion [59].

1.4.3.4 Effet du métakaolin sur la diffusion des chlorures

Courard *et al.* [60] ont mesuré la diffusion de chlorure par une cellule de diffusion à deux compartiments, le premier contient une solution saturée en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et le deuxième contient 1 M de NaCl dans une solution saturée en $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La concentration en chlorure a été déterminée par titration d'un échantillon 20 cm^3 de la solution. Les mortiers sans MK ont montré un temps de pénétration de 13 jours (temps nécessaire pour le déclenchement du transfert d'ion Cl par l'échantillon), alors que la substitution de 5% MK a donné un temps de pénétration de 45 jours et d'un coefficient de diffusion apparent $4.71 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$. Le déclenchement de la diffusion des ions Cl dans les mortiers contenant 20% MK a pris un temps d'une année, et des coefficients inférieurs à $1 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ (Figure 1.16).

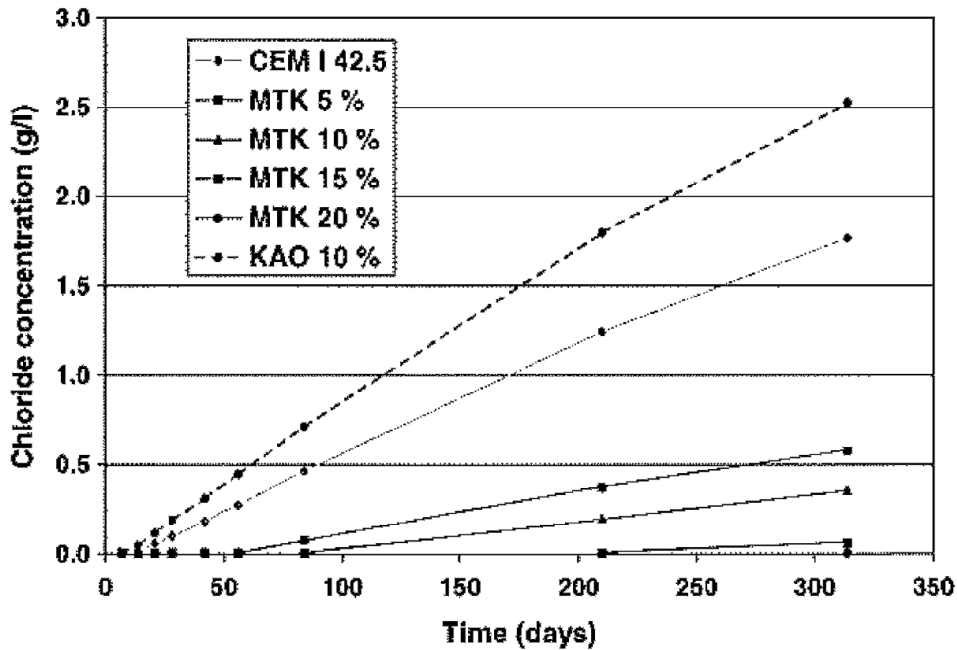


Figure 1.16: Taux de diffusion de chlorure dans les mortiers [60].

1.4.3.5 Effet du métakaolin sur l'alcali-réaction

Ramlochan *et al.* [61] ont examiné l'effet du MK de la Géorgie sur la résistance des mortiers et bétons à l'alcali-réaction. Ils ont trouvé que 15% MK était suffisant pour supprimer l'expansion due à l'alcali réaction. Ces auteurs suggèrent que le mécanisme par lequel le MK peut empêcher l'expansion due à l'alcali réaction est l'occlusion des alcalis par les hydrates supplémentaires et la diminution conséquente du pH de la solution de pores.

1.5 Conclusion

La littérature a montré que le MK contribue de façon positive à l'amélioration des propriétés des mortiers et bétons. L'utilisation de 10 à 15% de MK a montré les avantages suivants :

- Diminution de la porosité et de la perméabilité;
- Amélioration de la résistance à la compression;
- Augmentation de la chaleur d'hydratation des mortiers et bétons;
- Amélioration de la résistance du béton à l'attaque des sulfates;
- L'incorporation du MK comme substitut améliore la résistance des mortiers aux attaques des acides. Les mortiers ont été relativement peu affectés : de 1% d'acide chlorhydrique, 1% d'acide sulfurique et 1% d'acide nitrique, mais ces mortiers ont

montré de faible résistance à des concentrations d'acides plus élevées 5% d'acide sulfurique, 5% d'acide acétique, et 5% d'acide phosphorique;

- La diffusion des ions chlore est retardée par la substitution du ciment par le MK;
- L'incorporation de 10% à 15% MK comme substitution au ciment peut être suffisante pour empêcher l'expansion nuisible due à l'alcali-réaction.

Le kaolin est disponible en Algérie, particulièrement au Nord-Est du pays, bien que beaucoup de carrières ne sont plus exploitées par manque de demande. Cependant, un intérêt scientifique croissant pour l'utilisation du MK dans les mortiers et bétons, afin d'améliorer les résistances mécaniques et la durabilité, ainsi que le manque éventuel de matériaux de pouzzolanicité élevée tels que la fume de silice et les cendres volantes, induisent le secteur industriel vers la production de MK.

Chapitre 2

**Matériaux Utilisés
et
Méthodes d'Essais**

2.1 Introduction

Ce deuxième chapitre a pour objectif de présenter l'ensemble du contexte expérimental qui a servi de support à cette thèse. Une description détaillée des matériaux utilisés est donnée. Un aperçu sur les essais expérimentaux ainsi que la préparation des mélanges et les variables étudiées sont donnés.

2.2 Matériaux utilisés

2.2.1 Ciment

Le ciment utilisé dans tous les essais est un CEM I 52.5, ses caractéristiques sont données dans le tableau 3.1.

2.2.2 Kaolin

Le kaolin utilisé dans cette étude provient de la région d'El-Milia (Tamazert) qui se trouve dans la wilaya de Jijel, à 4 km de la ville d'El Milia (Figure 2.1). La composition chimique du kaolin est donnée dans le tableau 2.1.

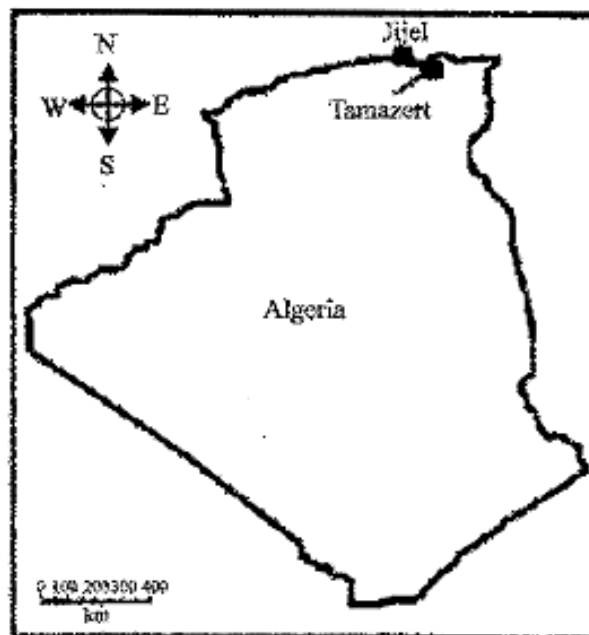


Figure 2.1- Localisation du gisement de Tamazert.

La région d'El Milia est constituée de roches métamorphiques appartenant au Précambrien. Le Kaolin correspond à la zone d'altération des gneiss et est souvent en contact avec les micaschistes.

Deux types de faciès principaux différent par le degré d'altération de la roche mère à savoir le Kaolin sableux et le gneiss kaolinisé.

- **Pour le Kaolin sableux**
 - Catégorie certaine : 2.588.000 t
 - Catégorie probable : 5.554.000 t
- **Pour les Gneiss Kaolinisés**
 - Catégorie certaine : 1.728.000 t
 - Catégorie probable : 5.372.000 t

Ce kaolin présente une masse volumique tassée de $2,65 \text{ t/m}^3$, une masse volumique absolue de $2,6 \text{ t/m}^3$ et une humidité d'environ 30% d'où la nécessité d'un séchage préalable.

2.2.3 Fillers calcaires

Deux fillers calcaires (FC1 et FC2) de finesses différentes, BETOCARB® P2 (NF P 18-508), fabriqués par le groupe Omya SAS ont été utilisés, ils se présentent sous forme de poudre en cristal non abrasive de calcite caractérisée par une structure rhomboédrique. Leurs caractéristiques physico-chimiques sont récapitulées dans le Tableau 2.1. La Figure 2.2 montre la distribution de la taille des particules des matériaux utilisés (CEM I, Kaolin, FC1 et FC2). Les compositions minéralogiques des deux fillers calcaires FC1 et FC2 sont données par les Figures 2.3 et 2.4 respectivement.

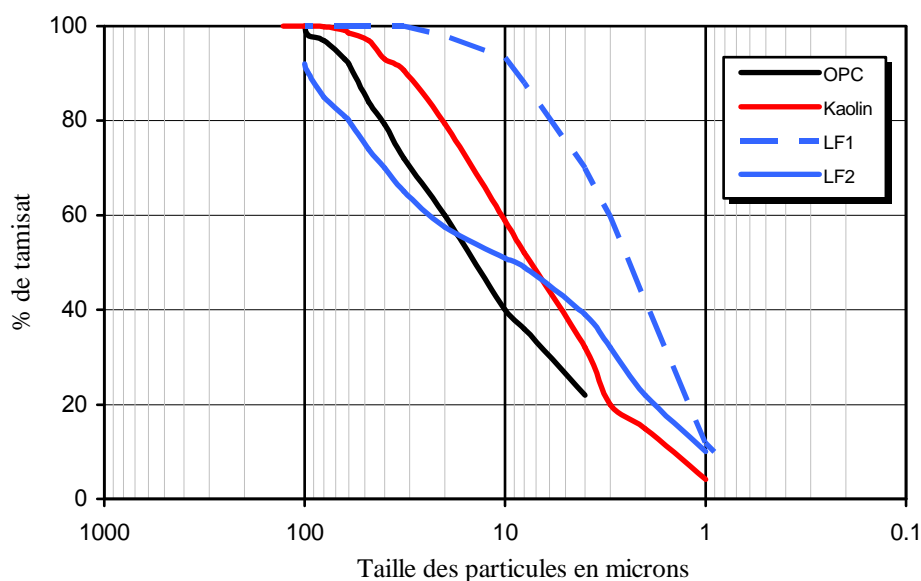


Figure 2.2: Distribution de la taille des particules

Tableau 2.1: Caractéristiques du ciment, du kaolin et des fillers calcaires.

	CEM I 52.5	Kaolin	FC1	FC2
SiO ₂ (%)	20.23	50.08		0.70
Al ₂ O ₃ (%)	4.29	34.03		
Fe ₂ O ₃ (%)	2.35	1.62	0.10	
CaO (%)	63.67	0.08		
MgO (%)	3.88	0.41		
SO ₃ (%)	2.80	--		0.002
Na ₂ O (%)	0.14	0.09		
K ₂ O (%)	0.69	2.79		
TiO ₂ (%)	0.25	0.24		
Résidus insolubles (%)	0.39	--		
Perte au feu. (%)	1.63	10.67		
CaCO ₃ (%)			98.00	97.20
MgCO ₃ (%)			0.40	
Surface spécifique (m ² /kg)	359.0		539.0	409.0
Composition de Bogue:				
C ₃ S	66.90			
C ₂ S	10.70			
C ₃ A	8.40			
C ₄ AF	7.60			
Début de prise:	2h 45 min			
Fin de prise:	4h 55 min			
Résistance à la compression (MPa):				
2 jours	31.70			
7 jours	48.50			
28 jours	61.30			

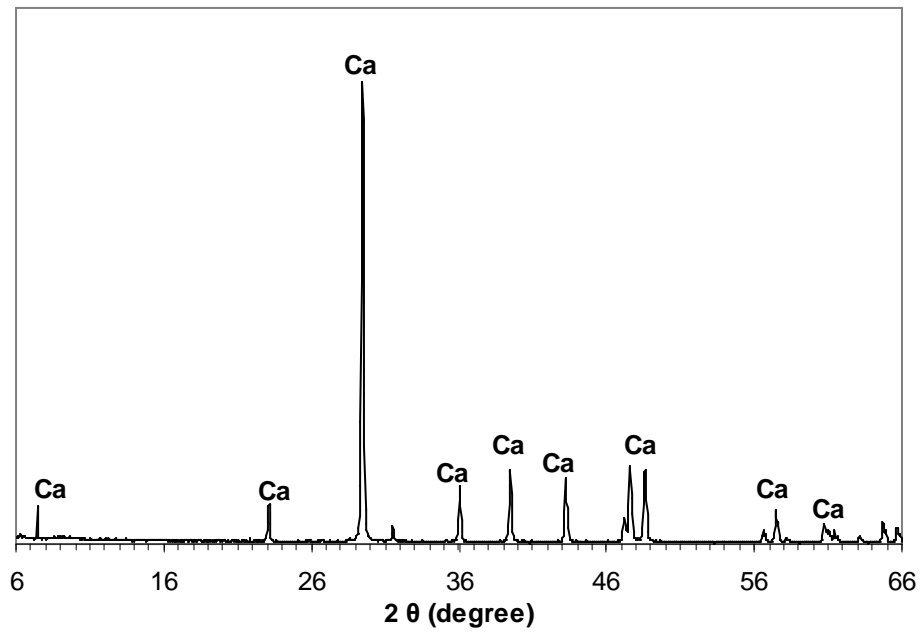


Figure 2.3- DRX du filler calcaire FC1.

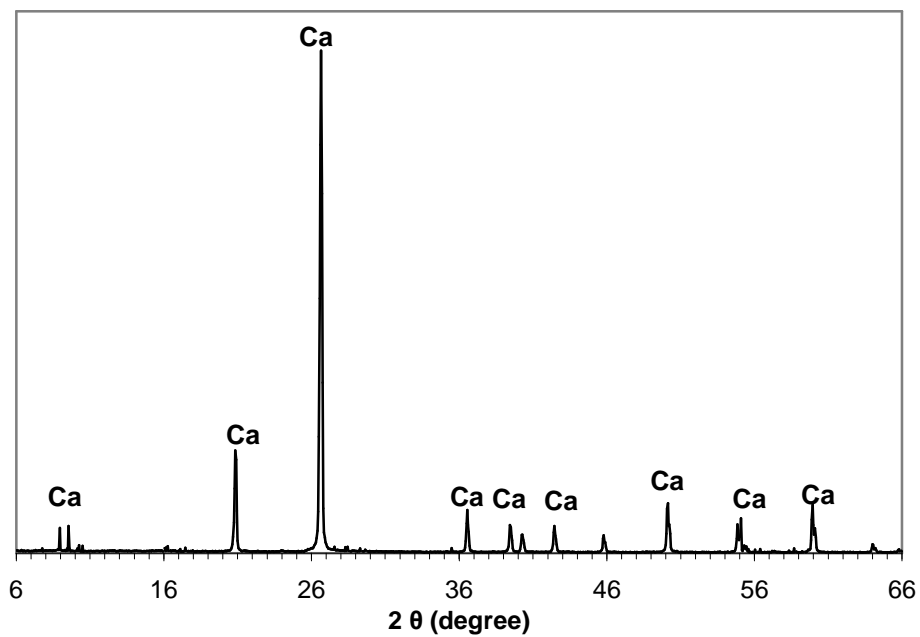


Figure 2.4- DRX du filler calcaire FC2.

D'après la figure 2.4, on remarque que les deux fillers calcaires sont purs et composés principalement de la calcite (CaCO_3).

2.2.4 Agrégats

Le sable utilisé pour la confection des éprouvettes en mortier est un sable normalisé selon la norme EN 196-1. La courbe granulométrique de ce sable est représentée sur la figure 2.5.

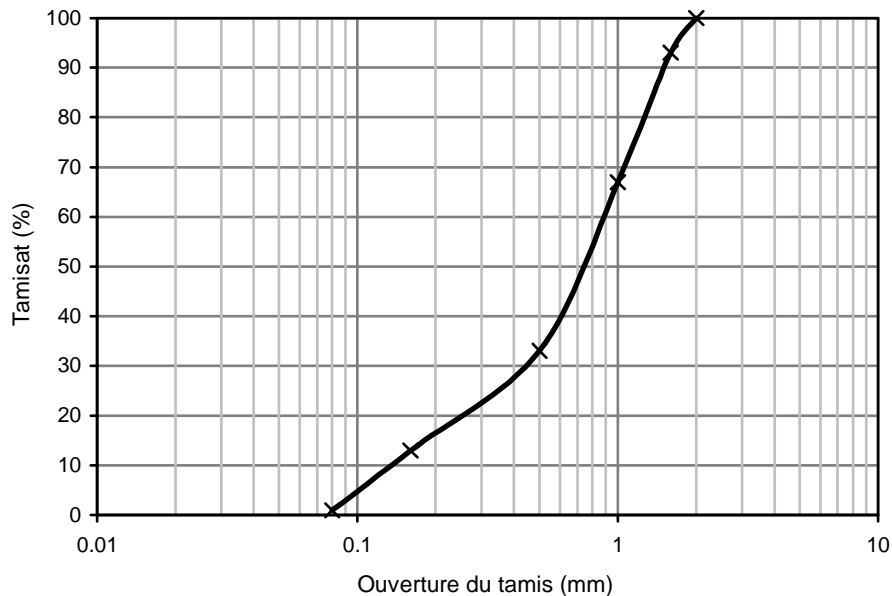


Figure 2.5: Courbe granulométrique du sable normalisé.

2.2.5 Adjuvants

Pour avoir une maniabilité constante des mortiers, on a utilisé un superplastifiant Cimfluid Adagio 213 provenant de l'entreprise AXIM (France). Les caractéristiques de ce produit sont données dans la fiche technique en annexes.

Le superplastifiant a été ajouté selon les besoins afin d'obtenir une maniabilité constante (un temps d'écoulement des mortiers d'environ 10 ± 1 secondes) pour tous les mélanges. Ce temps d'écoulement est mesuré à l'aide d'un maniabilimètre à mortier (AFNOR NF P18-452) [62]. Il s'agit du temps nécessaire à un volume de mortier pour atteindre un repère tracé sur le maniabilimètre sous l'effet des vibrations déclenchées par un moteur. Le principe de fonctionnement est illustré sur la Figure 2.6.

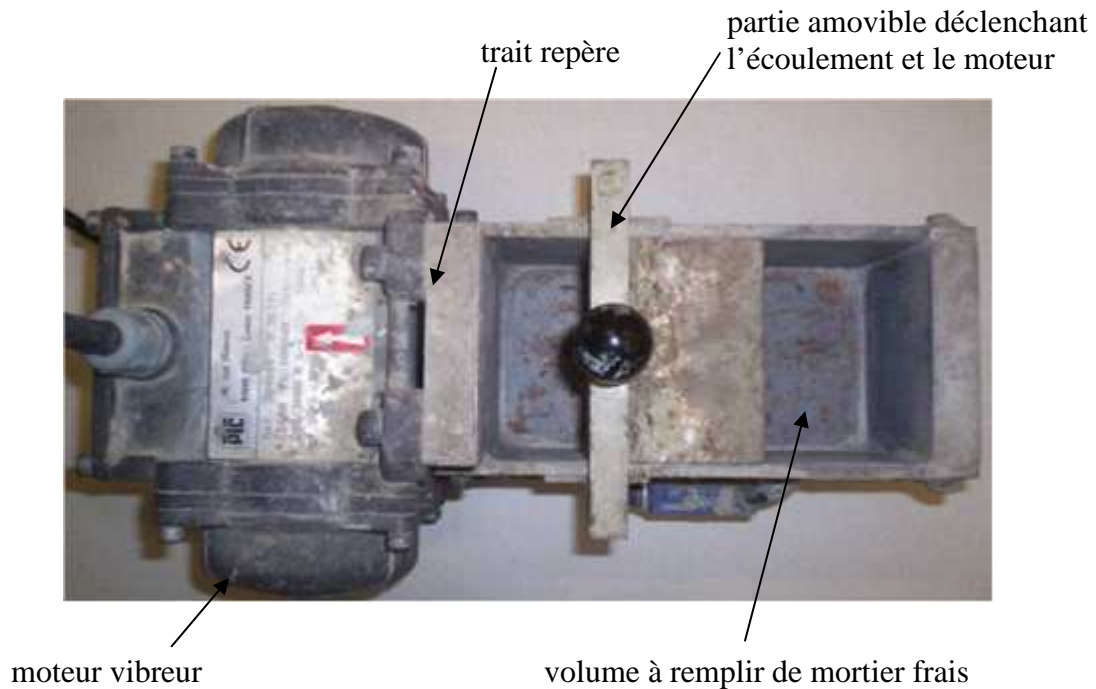


Figure 2.6 : Appareil de mesure du temps d'écoulement sous vibration (maniabilimètre).

D'après la valeur du temps d'écoulement (t), on peut conclure que le mortier est :

- ferme si $t \geq 40$ s,
- plastique si $20 \text{ s} < t \leq 30 \text{ s}$,
- très plastique si $10 \text{ s} < t \leq 20 \text{ s}$,
- fluide si $t \leq 10 \text{ s}$.

2.3 Essais réalisés

2.3.1 Traitement thermique (optimisation des conditions de traitement thermique)

La première partie de ce travail a été concentrée sur l'optimisation des conditions de traitement thermique du kaolin et leurs effets sur la réactivité du métakaolin produit. L'objectif de la calcination est de rendre pouzzolanique par déshydroxylation des matériaux considérés comme peu réactifs. Douze (12) échantillons de kaolin ont été calcinés à des températures entre 650 et 950°C et un temps de séjour allant de 2 h jusqu'à 4 h, cette opération donne lieu à la formation de métakaolin. L'activité pouzzolanique des produits calcinés résultant du traitement thermique du kaolin sera évaluée par le développement de la résistance à 28 jours et par la chaleur d'hydratation de mortiers contenant des mélanges de ciment et de 20% de chaque produit de calcination.



Figure 2.7: Calcination du kaolin

Le traitement thermique du kaolin est réalisé sur 100 g d'échantillon dans un four électrique de 1100°C (Figure 2.7). Il permet une montée en température linéaire de 10°C/min. L'échantillon est déposé dans un creuset. Le refroidissement s'effectue à la température ambiante. Les produits traités thermiquement sont conditionnés dans des sacs en plastique étanches. Les paramètres du four sont :

- Le temps de séjour de l'échantillon (2, 3 et 4 heures) ;
- La température (650, 750, 850 et 950 °C).

2.3.2 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles, ...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage dans l'espace. La méthode permet ainsi de distinguer les produits amorphes (verres, ...) des produits cristallisés.

Chaque cristal possède une unité chimique qui se répète régulièrement selon un système de trois axes formant des mailles. Ces mailles ont des longueurs d'arêtes et des angles qui leur

sont propres. On peut donc identifier les éléments selon leurs mailles. On peut aussi associer une famille de plans (appelés réticulaires) à différents cristaux. Ces plans sont caractérisés par leur orientation, leur distance interplanaire (d), la densité de chaque plan et le nombre de plans équivalents.

Les échantillons de mortier/pâte sont broyés, ensuite étalés (15 mg) sur une lame qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe dans son plan (cercle goniométrique). Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre (Energie du rayonnement : 8047 eV ; longueur d'onde ($K\alpha_1$) : 1.54 Å). Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes soller) et de fenêtres située avant et après l'échantillon.

Le dépouillement se déroule en une succession d'étapes répétitives. Pour cela, nous avons utilisé le logiciel EVA comprenant un module sur le traitement des rayons X. Dans un premier temps, il faut corriger les pics aberrants et / ou artefacts qui sont liés à la diffraction du support. Puis, nous procédons à l'analyse. Cette étape consiste à suggérer à travers un tableau périodique les éléments susceptibles d'apparaître dans l'échantillon analysé selon un code couleur (vert : présent, rouge : peut être présent, gris : absent). Ainsi, nous déterminons chacun des éléments représentés par une série de pics.

2.3.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La technique de la microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée pour la détermination de la morphologie des grains de kaolin avant et après calcination. La figure 2.8 montre l'appareil MEB utilisé dans le cadre de nos essais.

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 influencée prenant la forme d'une poire.



Figure 2.8: Appareil microscope électronique à balayage MEB.

Certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique: ce sont les électrons dits "rétrodiffusés". Au cours de la rencontre avec la matière, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron dit "secondaire". L'énergie des électrons secondaires étant faible (quelques électrons-volts), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière. L'atome ainsi ionisé se désexcite, un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vide, ce qui provoque soit l'émission d'un photon X (émission secondaire), soit d'un électron Auger.

Nous nous intéressons aux électrons rétrodiffusés. Les électrons rétrodiffusés proviennent d'un volume plus important: sa résolution spatiale est d'environ 100 nm. Ils traversent une épaisseur importante de la matière avant de ressortir (de l'ordre de 450 nm). La quantité d'électrons capturés par les atomes rencontrés, et donc la quantité d'électrons rétrodiffusés qui ressortent, dépend de la nature chimique des couches traversées. Le taux d'émission électronique sortant augmente avec le numéro atomique. On obtient alors, un contraste chimique, les zones contenant des atomes légers (Z faible) apparaissent en plus sombre. Par contre, le taux d'émission dépend peu du relief, l'image apparaît donc plate. Les détecteurs d'électrons rétrodiffusés sont placés au-dessus de l'échantillon, dans l'axe du faisceau primaire, ce qui permet de récupérer le maximum de signaux.

2.3.4 Résistance à la compression

Tous les mélanges ont été gâchés dans un malaxeur de mortier à axe vertical d'une capacité de 5 litres. Le sable a été introduit à la pâte de ciment puis malaxé au moins deux minutes pour obtenir un mélange homogène.

Les mortiers ont été moulés dans des moules prismatiques ($40 \times 40 \times 160\text{mm}^3$) et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc. Après moulage, les moules contenant les spécimens ont été couverts de film en plastique et stockés dans l'environnement de laboratoire. Après 24 h, les échantillons ont été démoulés et immergés dans l'eau saturée en chaux à une température de $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'à l'âge de l'essai. La résistance à la compression des mortiers a été évaluée sur trois éprouvettes. La machine utilisée pour l'essai de compression est de marque 3R (Quantech) assistée par ordinateur (Figure 2.9).

Pour le système binaire (CEM I-MK), quatre (04) rapports Eau/Liant (E/L) ont été utilisés: 0.50, 0.45, 0.40 et 0.35. Tous les mélanges sont à maniabilité constante. Les essais de compression ont été effectués à l'âge de 7, 28, 90 et 180 jours.

Pour le système ternaire (CEM I-MK-FC), douze (12) combinaisons, pour chaque filler calcaire, ont été préparées à partir de différents pourcentages d'ajout, MK (0-30%) et filler calcaire FC1 ou FC2 (0-20%) comme le montre le tableau 2.2.



Figure 2.9: Machine de compression/flexion 3R.

Tous les mélanges sont à maniabilité constante avec un rapport E/L constant et égal à 0.5. Les essais de compression ont été effectués à l'âge de 1, 3, 7, 28, 90 et 365 jours.

Tableau 2.2- Les différentes combinaisons (CEM I+MK + FC1 ou FC2)

Désignation	Combinaisons (%)			Quantités (g)			Superpalstifiant (%)
	CEM I	MK	FC	CEM I	MK	FC	
M00F00	100	00	00	450	00	0	/
M00F10	90	00	10	405	0	45	/
M10F00	90	10	00	405	45	0	0,30
M05F05	90	05	05	405	22,5	22,5	/
M00F20	80	00	20	360	0	90	/
M05F15	80	05	15	360	22,5	67,5	/
M15F05	80	15	05	360	67,5	22,5	0,40
M10F10	80	10	10	360	45	45	0,20
M20F00	80	20	00	360	90	0	0,50
M10F20	70	10	20	315	45	90	/
M20F10	70	20	10	315	90	45	0,45
M30F00	70	30	00	315	135	0	0,90

2.4 La chaleur d'hydratation

Les éprouvettes sont conçues avec un mortier normalisé (mortier 1/3) où on substitue le ciment par le MK (0 – 30%). Les essais se sont déroulés dans une chambre conditionnée à 20°C et les mesures se sont programmées durant 6 jours avec des pas de mesure constants.

La chaleur dégagée par le ciment lors de l'hydratation se traduit par une élévation de température importante à partir de laquelle on peut déduire la quantité de chaleur développée. Les pertes de chaleur sont évitées en confinant le matériau dans une enceinte adiabatique. Cette méthode est plus adaptée pour étudier la chaleur libérée dans un ouvrage massif.

Nous avons choisi d'utiliser la méthode de la calorimétrie semi-adiabatique appelée essai de la "bouteille de LANGAVANT" pour les mortiers.

2.4.1 Description de l'essai

L'essai consiste à enregistrer la température du mortier en fonction du temps, dans des conditions quasi-adiabatiques où les pertes de chaleur ne sont pas totalement évitées. Etant donné les pertes de chaleur apparaissant lors de l'essai, le résultat obtenu est corrigé en fonction d'un étalonnage préalable de la bouteille. Il est possible, à partir de la courbe de température enregistrée, de remonter à la courbe adiabatique.

2.4.2 Mesure de la quantité de chaleur dégagée par les mortiers

Le banc de mesure comporte deux calorimètres semi-adiabatiques dont les thermocouples sont reliés à une chaîne de mesures multi-voies (Société PERRIER LABOTEST) à microprocesseur permettant de mémoriser les températures en cours d'essai (Figure 2.10). Un logiciel installé sur un PC permet de transférer l'intégralité du contenu de la mémoire, essai par essai. Il suffit de rentrer les constantes du calorimètre ainsi que les masses respectives de chaque composant introduit dans l'appareil et le logiciel calcule directement la quantité de chaleur dégagée "q" par gramme de liant. On obtient directement les courbes d'échauffement et la chaleur d'hydratation en fonction du temps.

2.4.3 Calcul de la chaleur d'hydratation

Le temps t est compté à partir du moment où l'eau est ajoutée dans le malaxeur. La chaleur d'hydratation q du ciment à un instant t est égale à :

$$q(t) = \frac{C}{m_c} \cdot \Delta \theta + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \Delta \theta dt \quad (2.1)$$

avec :

m_c (g) : masse de ciment ou de liant contenue dans l'éprouvette

C (J/°C) : capacité thermique totale du calorimètre et de l'éprouvette

$\Delta \theta$ (°C) : échauffement de l'éprouvette par rapport à la température ambiante

α (J/h°C) : coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre donné par étalonnage.

Sachant que:

$\alpha = a + b \cdot \Delta \theta$ (les coefficients a et b sont fournis par le constructeur du calorimètre)

Le premier terme représente la chaleur accumulée dans le calorimètre, le second la chaleur dissipée vers le milieu extérieur.

La capacité thermique totale du calorimètre "C" est calculée par l'équation :

$$C = 0,75 (m_l + m_g) + 3,76m_e + 0,5m_b + \mu \quad (3.2)$$

avec:

0,75 (J/°Cg) : capacité thermique massique du ciment et du sable

3,76 (J/°Cg) : capacité thermique massique de l'eau d'hydratation

0,5 (J/°Cg) : capacité thermique massique de la boîte (moule en carton et accessoires)

μ (J/°C) : capacité thermique du calorimètre vide

m_l (g) : masse liant (ciment + MK)

m_g (g) : masse des granulats (sable + gravier)

m_e (g) : masse d'eau

m_b (g) : masse du moule et des accessoires.



Figure 2.10: Banc d'essai pour la chaleur d'hydratation.

2.5 Durabilité des mortiers à base de MK

Pour les essais de la durabilité et en se basant sur les résultats des essais mécaniques, on a sélectionné les combinaisons de ciment suivantes : (on a travaillé avec le FC1)

- un ciment de contrôle contenant 100% de CPA;
- un ciment contenant 90% de CEM I et 10% de MK;
- un ciment contenant 80% de CEM I et 20% de MK;

- un ciment contenant 70% de CEM I et 30% de MK;
- un ciment contenant 90% de CEM I et 10% de FC1;
- un ciment contenant 90% de CEM I, 5 % de MK et 5% de FC1;
- un ciment contenant 80% de CEM I, 15% de MK et 5% de FC1;
- un ciment contenant 70% de CEM I, 20 % de MK et 10% de FC1.

2.5.1 Attaque des mortiers par les acides

Les éprouvettes utilisées dans cet essai ont des dimensions de 40 x 40 x 80 mm³. Après 28 jours de cure sous l'eau, une série des éprouvettes a été placée dans une solution de 1% HCl et l'autre série dans une solution de 2.5% H₂SO₄ (Figure 2.11) pendant une période de 32 semaines. Les solutions ont été changées tous les 15 jours.

La résistance chimique relative a été déterminée selon la norme ASTM C-267 [89], après chaque 15 jours d'immersion à la température ambiante, les parties attaquées des éprouvettes de mortier ont été nettoyées avec de l'eau, ensuite la résistance chimique a été évaluée par la mesure de la perte de masse (*PM*) de l'éprouvette:

$$\text{Perte de masse } PM(\%) = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \quad (3.3)$$

Avec M_1 la masse (en gramme) des éprouvettes avant l'immersion et M_2 la masse (en gramme) des éprouvettes après l'immersion.



Figure 2.11: Immersion des éprouvettes dans les solutions acides a) 3% H₂SO₄ et b) 1% HCl.

2.5.2 Attaque des mortiers par les sulfates

On a utilisé des éprouvettes prismatiques de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ pour déterminer la perte de la résistance à la compression. Après moulage, les moules ont été couverts par un film en plastique pour éviter l'évaporation de l'eau. Après 24h, les éprouvettes ont été placées dans l'eau saturée en chaux pendant 90 jours, ensuite une série des éprouvettes a été placée dans une solution de 5% de sulfate de sodium Na_2SO_4 et l'autre série dans une solution de 5% de sulfate de magnésium MgSO_4 pendant une période de 32 semaines. Les solutions ont été remplacées tous les 15 jours. La perte de résistance à la compression (*PRC*) est calculée comme suit :

$$PRC(\%) = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100 \quad (2.4)$$

Où R_1 est la résistance à la compression (MPa) d'une éprouvette avant immersion dans la solution de sulfate et R_2 est la résistance à la compression de la même éprouvette après immersion dans les solutions de sulfate pendant la période de temps exigée.

2.6 Variables étudiées

Une présentation schématique du programme expérimental réalisé est donnée dans la figure 2.12.

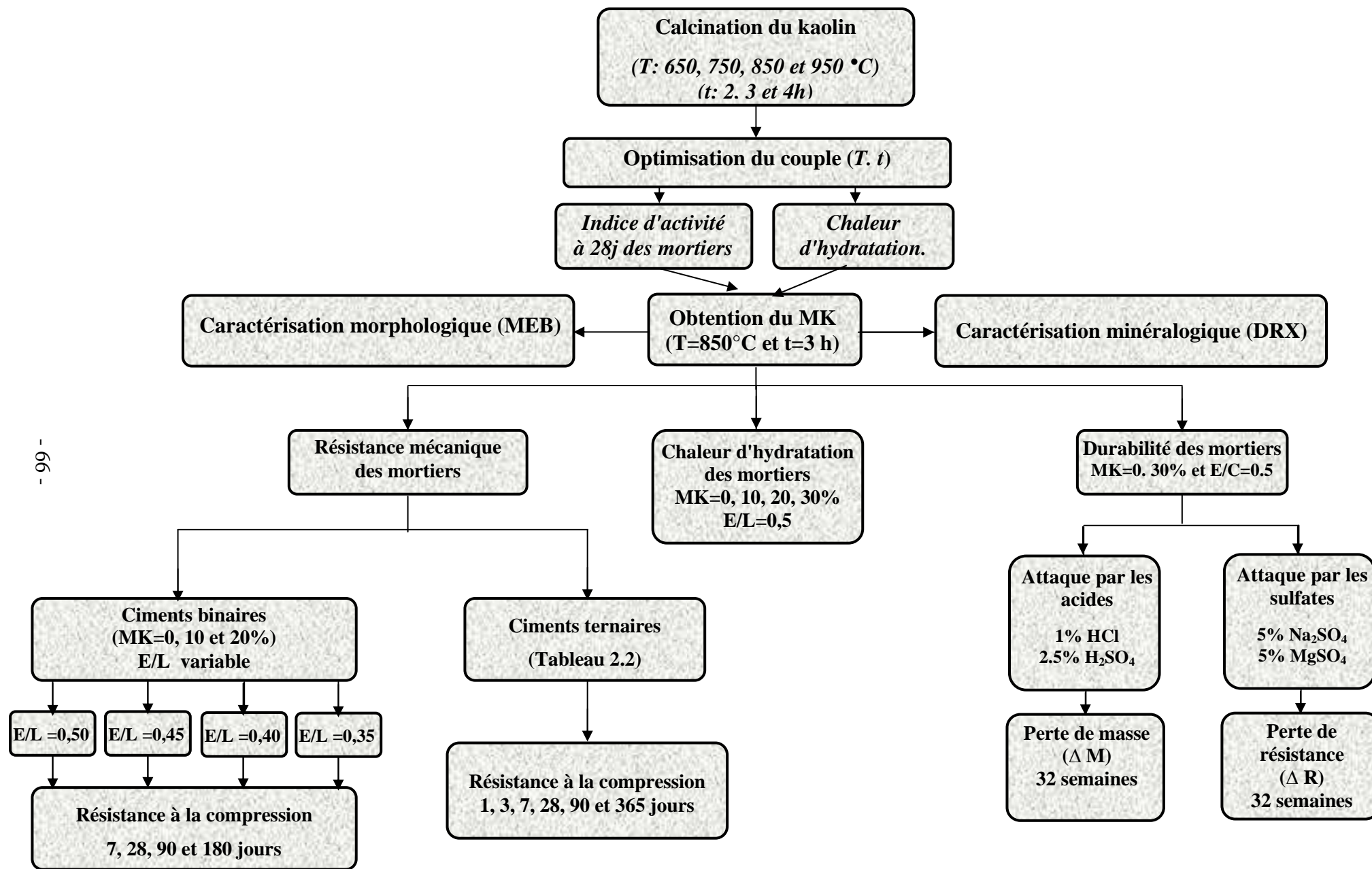


Figure 2.12: Programme expérimental de l'étude.

—

Chapitre 3

Analyse et Discussion

des Résultats

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, les résultats des essais sur l'effet des combinaisons d'ajouts sur les résistances mécaniques et sur la durabilité des mortiers dans les milieux agressifs sont présentés.

3.2 Optimisation des conditions de calcination du kaolin

Le choix des conditions optimales pour la calcination du kaolin est obtenu par l'indice d'activité de résistance à l'âge de 28 jours. On peut constater d'après la figure 3.1 qu'après un traitement thermique à 650-950 °C pendant 2-4 heures, l'activité pouzzolanique a considérablement augmentée. Cette augmentation est associée à la transformation de la kaolinite en une phase amorphe (métakaolin). On remarque aussi une diminution de l'indice d'activité du mortier à base de kaolin non traité. Ce dernier ne peut pas réagir avec la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (CH) et sa présence est seulement physique (microfiller) qui contribue moins au développement des résistances.

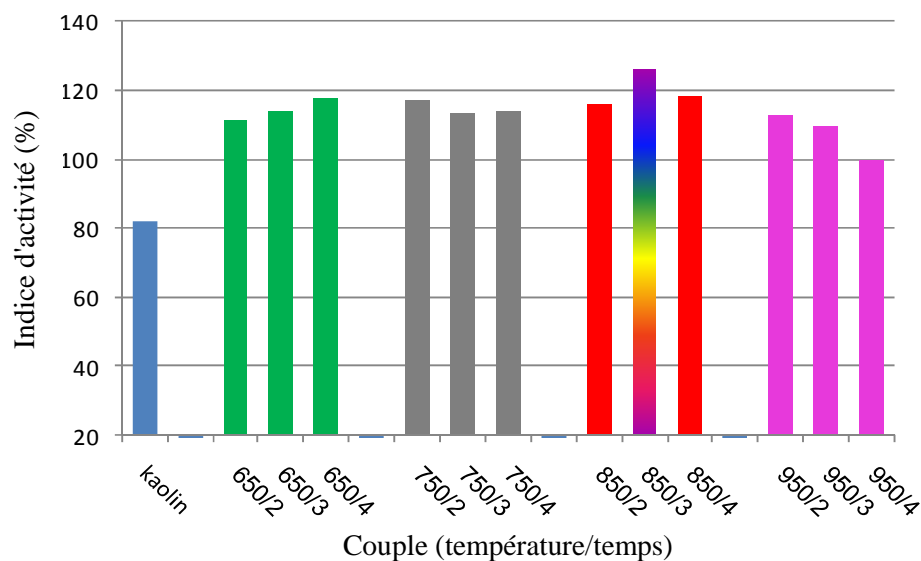


Figure 3.1: Indice d'activité des mortiers à l'âge de 28 jours.

Les résultats prouvent que l'optimum de la résistance à la compression est obtenu pour le kaolin calciné à 850 °C pendant 3 heures. L'indice d'activité à 28 jours est supérieur à 75% [63].

La diminution de l'indice d'activité à des températures et temps de calcination élevés (950 °C / 4 heures) est due à la formation de la mullite, élément qui se cristallise à des hautes températures [44].

La Figure 3.2 montre le développement de la chaleur d'hydratation des mortiers contenant 10% de kaolin calciné à 650, 750, 850 et 950 °C pendant 3 heures. On remarque clairement que le mortier à base de kaolin calciné à 850 °C pendant 3 heures développe la chaleur d'hydratation la plus élevée pendant les 24 premières heures.

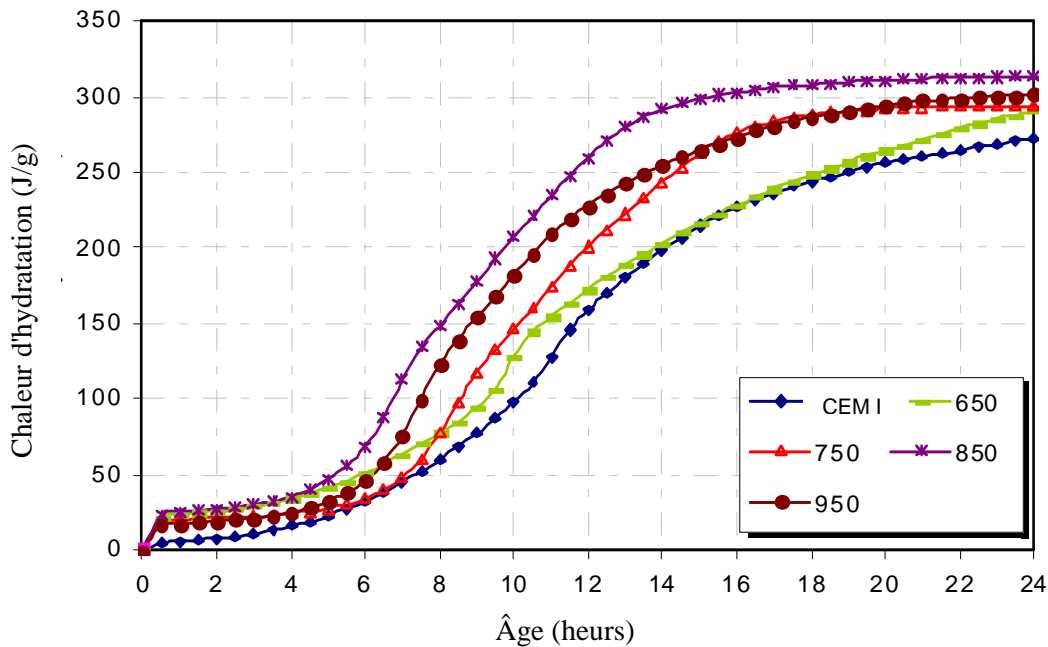


Figure 3.2: Développement de la chaleur d'hydratation cumulée pendant 24 heures.

3.3 Caractérisation du MK obtenu

3.3.1 Analyse chimique du MK obtenu

D'après le tableau 3.1, l'analyse chimique du MK obtenu montre clairement l'augmentation de la teneur en SiO₂ et Al₂O₃ (éléments majeurs du MK).

Tableau 3.1: Analyse chimique du kaolin avant et après calcination.

Oxydes (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	Perte au feu
Kaolin	50.08	34.03	1.62	0.08	0.41	0.09	2.79	0.24	10.67
MK	55.50	40.00	1.40	0.08	0.22	0.09	0.71	0.24	1.00

La somme des trois oxydes du MK SiO₂+ Al₂O₃+ Fe₂O₃ = 96,9% est supérieure à 70% et la perte au feu (1,00%) est inférieure à 3.0% [63].

3.3.2 Analyse DRX du MK obtenu

Afin d'examiner la structure du kaolin après calcination, l'échantillon soumis au traitement thermique est analysé par diffraction de rayon X (DRX). Les diffractogrammes de l'échantillon brut et celui calciné à 850 °C pendant 3 heures sont présentés dans la figure 3.3. Le traitement thermique mène à :

- la disparition du pic relative à la kaolinite,
- l'apparition d'un dôme (entre $2\theta = 20$ et 30°) indiquant la formation d'une phase amorphe.

Ces résultats prouvent clairement que pendant la calcination, la kaolinite est transformée en une phase amorphe, potentiellement réactif avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ issue de l'hydratation du ciment portland.

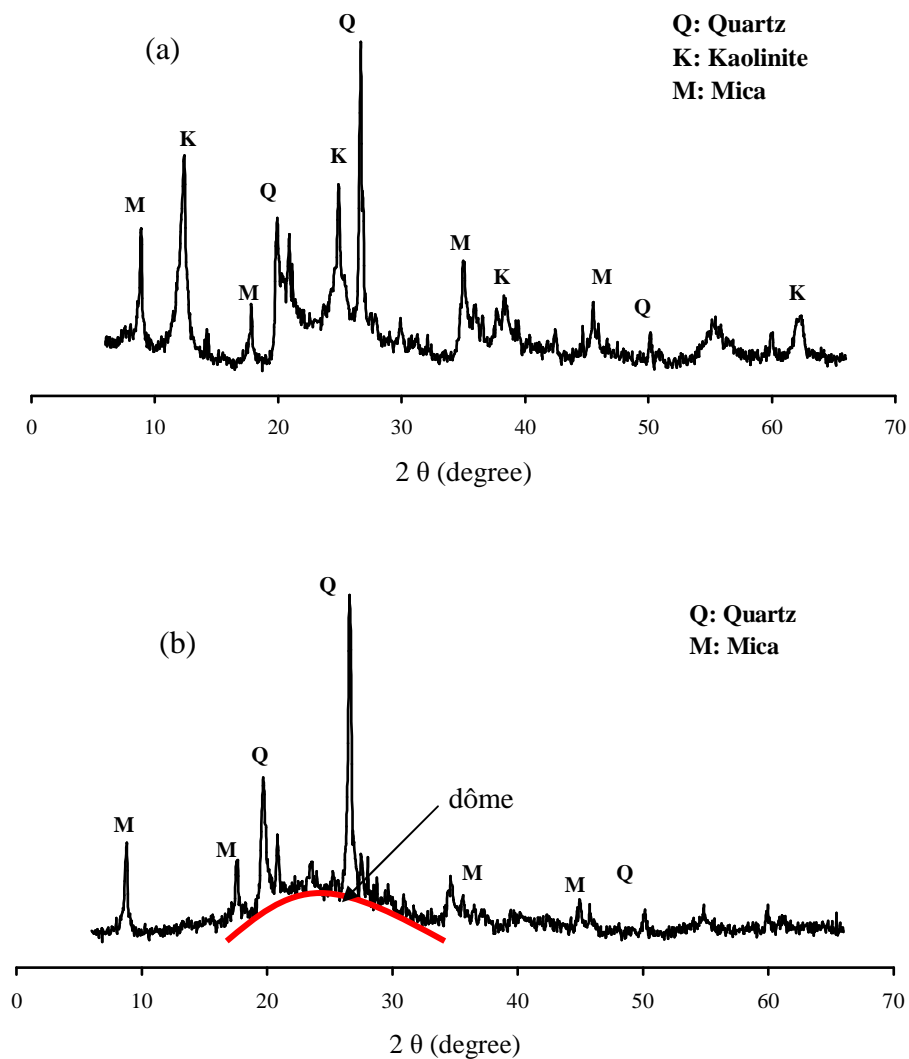


Figure 3.3: DRX du (a) kaolin et (b) kaolin traité à 850 °C pendant 3 heures.

3.3.3 Morphologie des grains de kaolin avant et après calcination

On observe que les particules de kaolin ont une taille prédominante de 1-15 μm , avec des agglomérés autour des particules de quartz (Figure 3.4a). En raison du traitement thermique à 850 $^{\circ}\text{C}$ et de la recristallisation du MK, les particules du kaolin sont séparées du quartz et sensiblement augmentées dans la taille (Figure 3.4b).

L'observation au MEB de kaolin montre une composition minéralogique diversifiée, constituée d'un ensemble de feuillets de micas superposés les un sur les autres et posés sur un feuillet de kaolinite. La présence de niveaux micacés intercalés dans les grains de kaolinite laisse penser que l'origine de la kaolinite est due à l'altération des micas. Ces derniers, renferment des minéraux de quartz, de feldspaths, de muscovite ou bien de kaolinite [64].

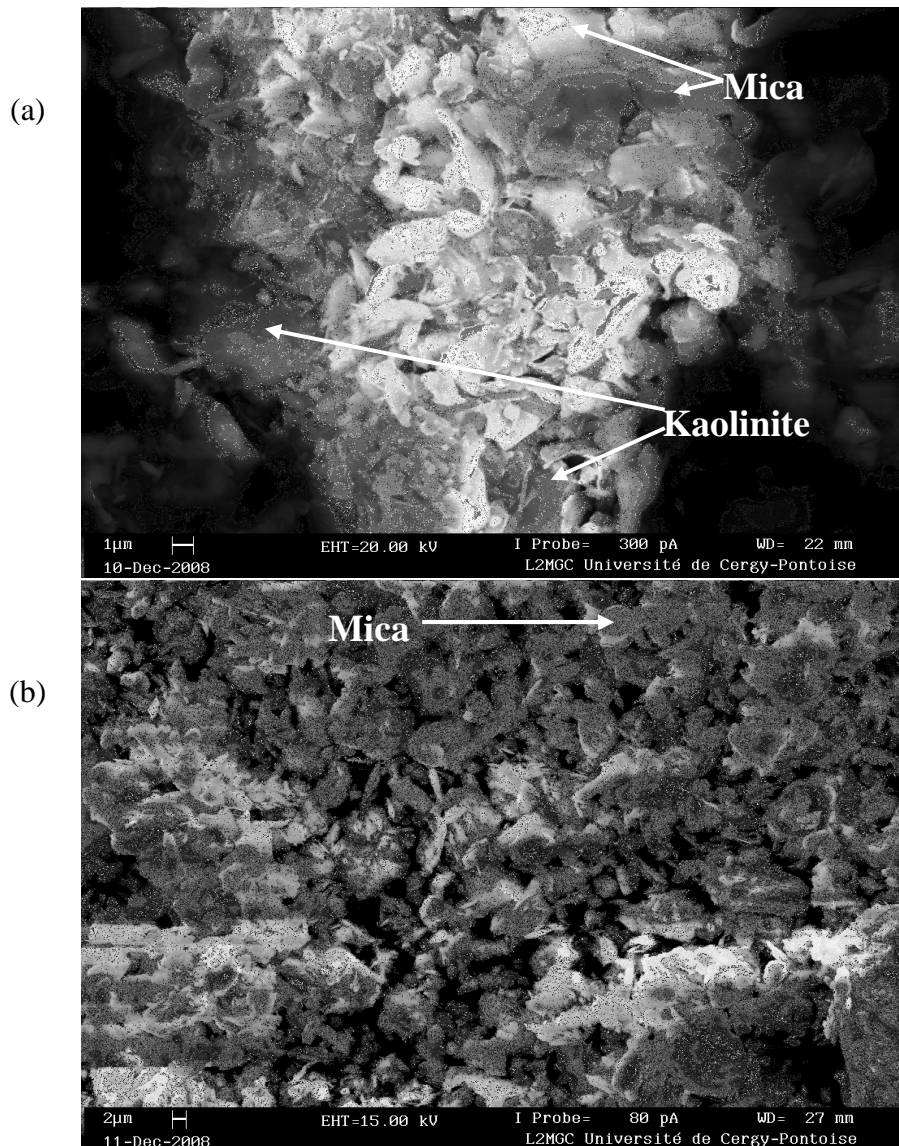


Figure 3.4: MEB (a) kaolin et (b) kaolin traité à 850 $^{\circ}\text{C}$ pendant 3 heures.

3.4 Influence du MK sur la Chaleur d'hydratation des mortiers

Les essais calorimétriques présentés sur les figures 3.5 et 3.6 montrent la contribution du métakaolin dans le processus d'hydratation. On peut observer qu'une teneur d'environ 10% de métakaolin donne effectivement une chaleur cumulée plus importante à moyen et long terme que le mortier de référence.

La figure 3.5 donne à titre d'exemple les profils de température obtenus pour différents teneurs en MK. Conformément aux résultats on constate que les températures maximales les plus élevées s'établissant dans l'ordre décroissant suivant : 20% MK, 10% MK, 0% MK et 30% MK. Toutefois les températures maximales du mélange 80% ciment-20% de MK et du 90% ciment-10% de MK mortier de référence sont relativement proches.

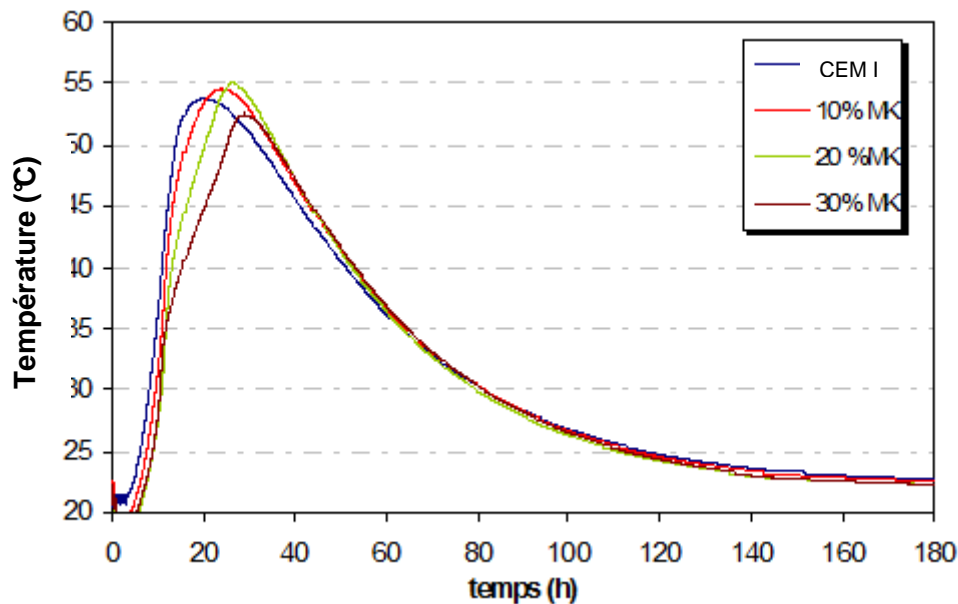
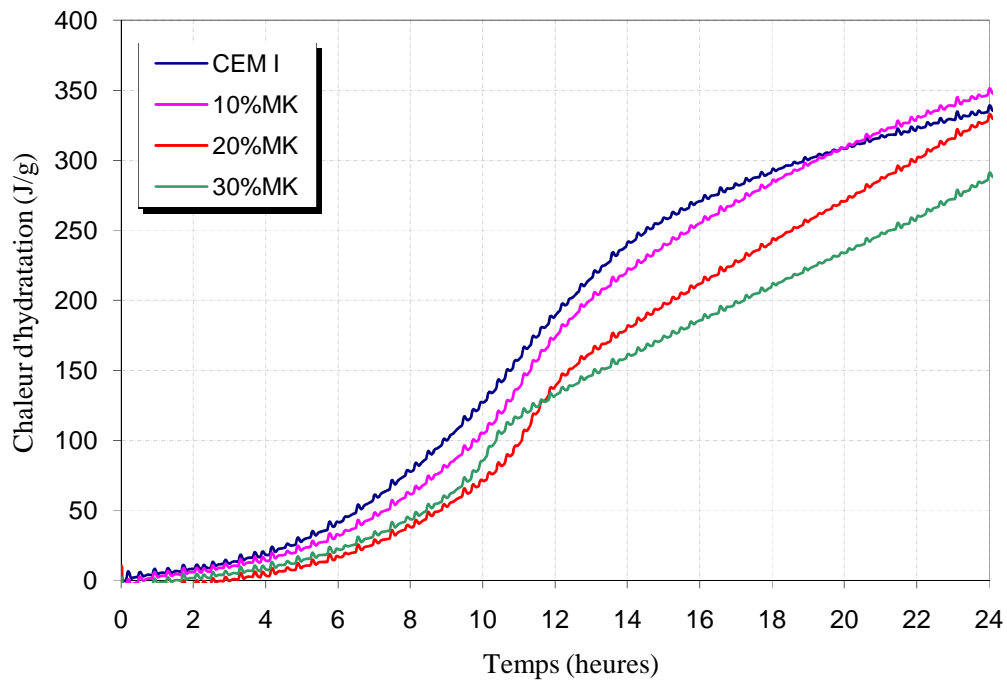
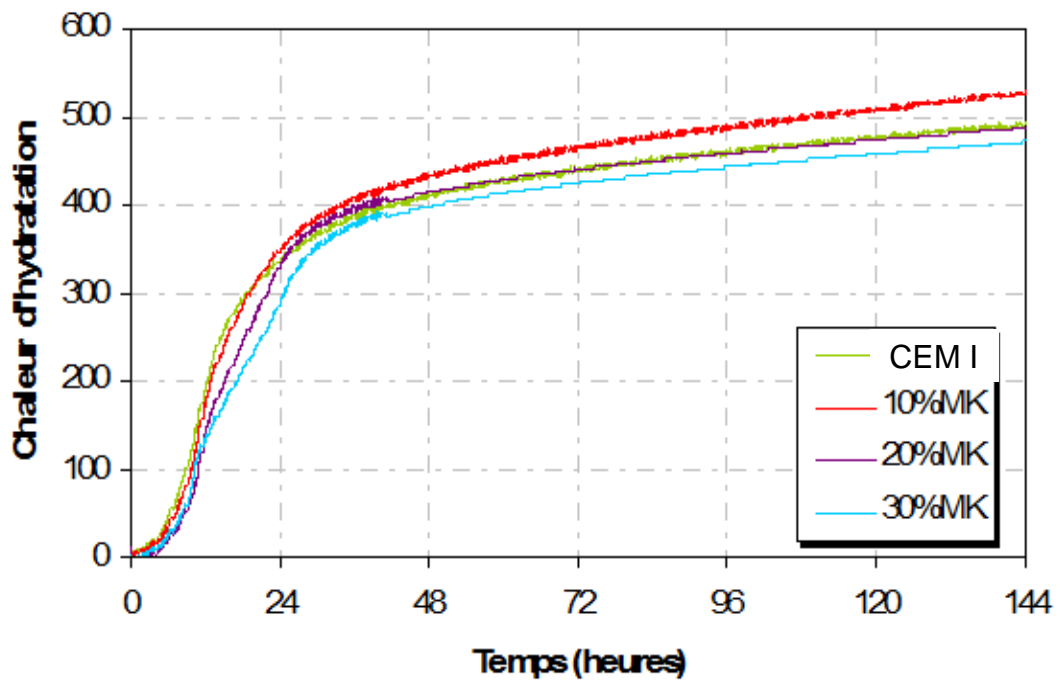


Figure 3.5 : Evolution de la température dans l'éprouvette pendant 6 jours.

Les figures 3.6 a et 3.6 b montrent l'évolution de la chaleur cumulée pendant les 24 premières heures et 6 jours, respectivement. Selon la figure 3.6 a, le mortier control donne la chaleur maximale jusqu'à 20 heures, après cela, une substitution de ciment avec 10% de MK donne une plus grande chaleur totale libérée par rapport au mortier sans MK (Figure 3.6 b). Au contraire une substitution de 30% de ciment donne une chaleur accumulée inférieure.



a) Pendant 24 heures



b) pendant 6 jours

Figure 3.6 : Evolution de la chaleur cumulée en fonction de l'âge.

Plusieurs chercheurs [11-13] ont démontré que l'utilisation du MK, comme substitution au ciment portland (CEM I), accélère le processus d'hydratation, due à l'action pouzzolanique rapide. C'est-à-dire, la réaction du MK avec CH et H₂O (H) contribue à la chaleur cumulée dégagée par les systèmes d'hydratation, dans la mesure où avec l'augmentation de la teneur en MK (jusqu'à une limite spécifique) toute la chaleur dégagée est plus grande que celle de 100% CEM I. Cependant, la réaction MK-CH-H est contrôlée par la disponibilité du CH fourni par l'hydratation de PC. Ainsi, au fur et à mesure que la teneur en MK augmente et celle du CEM I diminue, l'approvisionnement en CH issue de l'hydratation de CEM I diminuera mais la demande du CH, de la proportion croissante de MK, augmentera. Par conséquent, il y aura un rapport limiteur de MK:CEM I au-dessus duquel la réaction du MK avec le CH sera retardée en raison de l'approvisionnement insuffisant en CH. Ceci diminuera le taux de chaleur dégagée et ainsi la chaleur d'hydratation maximale atteinte par le mortier CEM I-MK. Ceci est clairement illustré dans la figure 3.5 b où à 10% MK, la chaleur d'hydratation atteint la valeur maximale mais à des niveaux de MK plus élevés (30%) cette chaleur diminue.

La Figure 3.7 montre l'influence du MK sur le pic de température obtenu lors de l'hydratation. Il est nettement clair que le MK contribue de façon positive à l'augmentation de la température. L'augmentation de la teneur de MK entre 10 et 20% donne des températures maximales par rapport au mortier control (0% MK) indiquant une contribution significative à la chaleur dégagée.

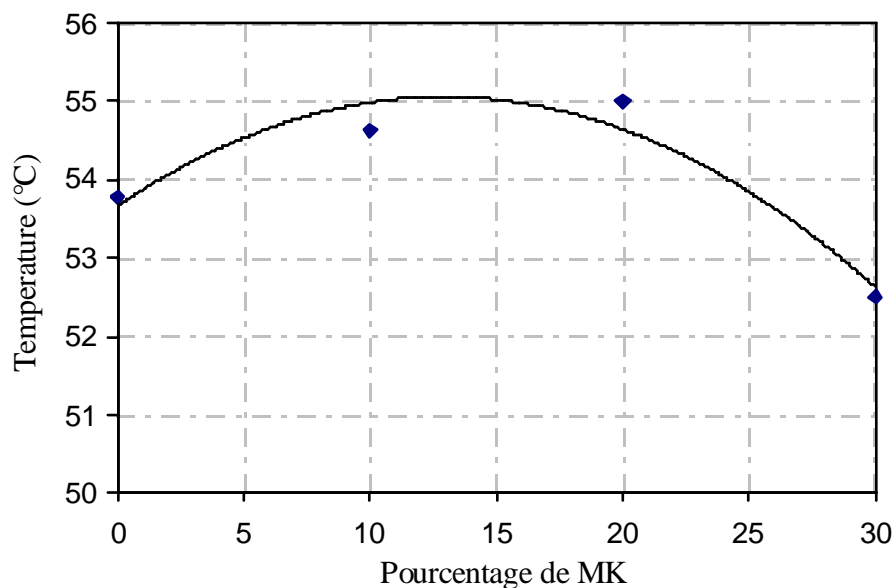


Figure 3.7: Influence du MK sur le pic de température.

Le temps nécessaire pour avoir le pic de température en fonction du temps sont présentés sur la Figure 3.8. On remarque que l'augmentation de la teneur du MK produit une augmentation dans le temps nécessaire pour atteindre le pic de température. Ceci indique une retardation de la réaction d'hydratation.

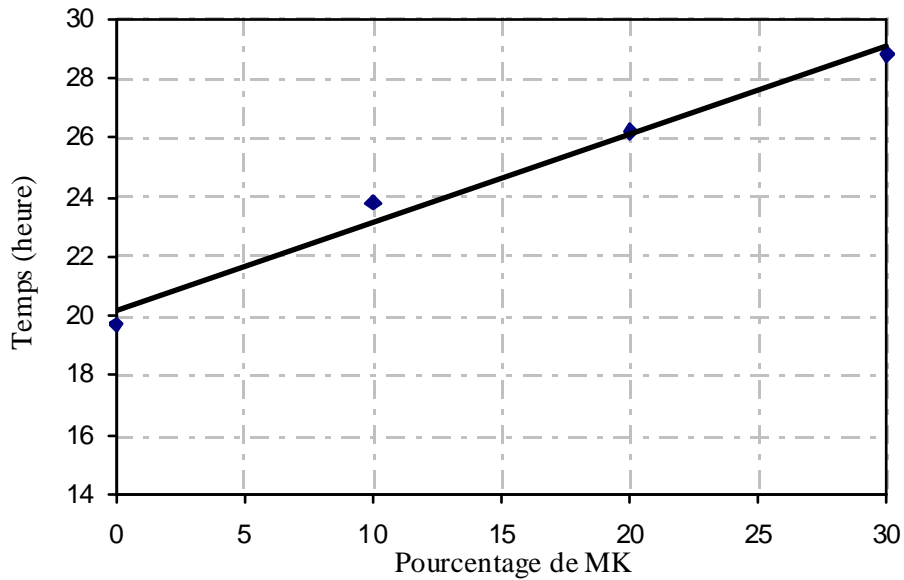


Figure 3.8: Influence du MK sur le temps nécessaire pour avoir le pic de température.

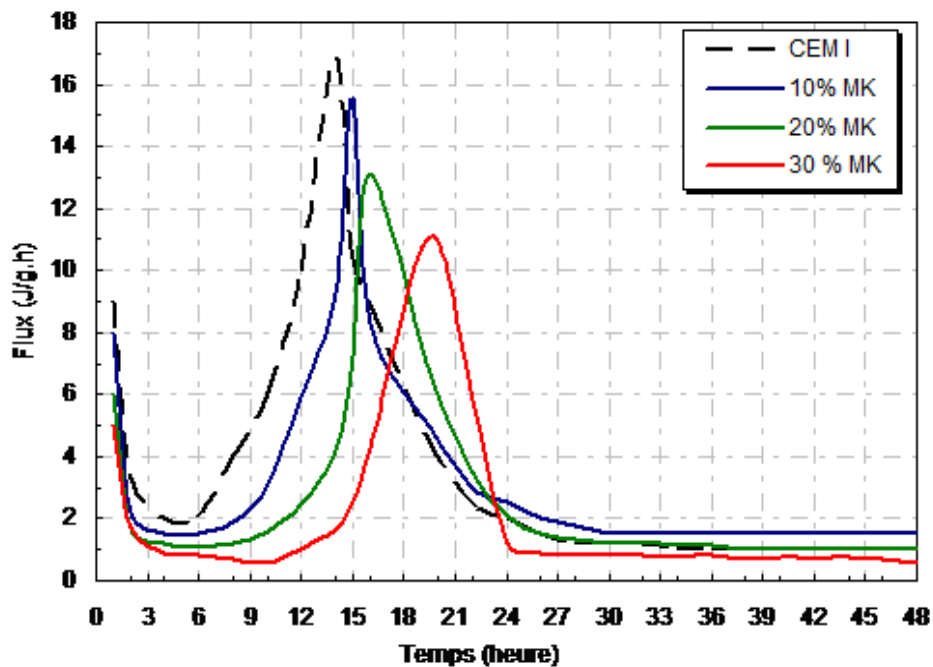


Figure 3.9: Evolution du flux thermique en fonction du temps pour différentes teneurs en MK.

Les courbes de flux thermique en fonction du temps pour les différentes teneurs en MK sont représentées sur la figure 3.9.

Les courbes de flux thermique ont toutes la même allure et présentent deux pics d'hydratation. Le premier pic repéré expérimentalement au bout d'une heure traduit les réactions initiales d'hydratation avant la période dormante tandis que le pic principal correspond aux principales réactions se produisant pendant la prise.

Il apparaît clairement que le MK exerce un effet retardateur marqué sur le développement de l'hydratation. Lorsque la teneur en MK passe de 0 % à 30%, la durée de la période dormante s'allonge d'une dizaine d'heures environ. Par ailleurs, on observe parallèlement une réduction de l'intensité maximale du flux thermique lorsque la teneur en MK s'accroît.

3.5 Influence du MK sur la maniabilité des mortiers

La Figure 3.10 montre l'influence du MK sur la demande en superplastifiant pour différents rapports E/L. On remarque que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK et avec la diminution du rapport E/L, ceci pour compenser les pertes de maniabilité. Ceci est dû probablement à la plus grande finesse du liant, car le MK utilisé dans cette étude est plus fin que le ciment.

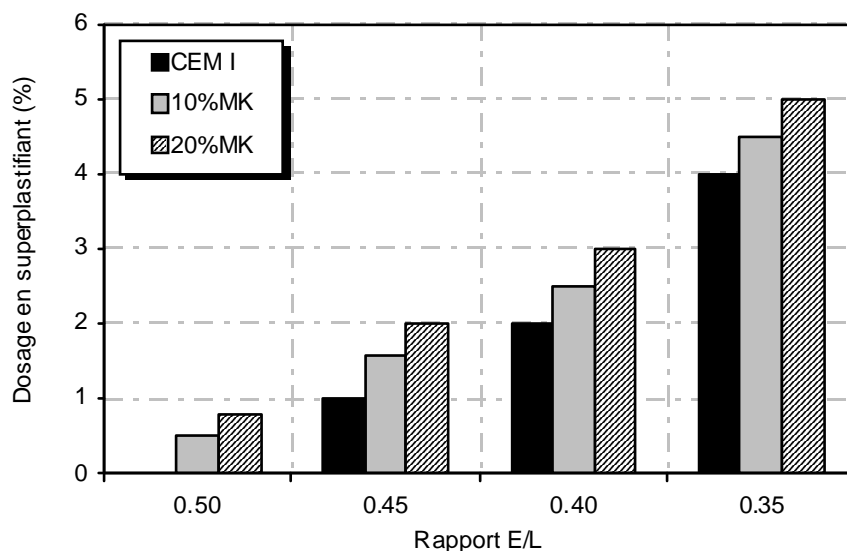


Figure 3.10: Influence du rapport E/L sur la demande en superplastifiant.

La même tendance a été trouvée par *Khatib et Clay*. [29], ils ont trouvé dans leur étude que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK, ceci pour compenser les pertes dans l'ouvrabilité. *Dubey et Banthia* [27] proposent que ceci est due à la finesse des particules de MK.

3.6 Influence du MK sur la résistance à la compression

3.6.1 Influence du dosage en MK sur la résistance à la compression

Les essais de résistance en compression effectués sur des mélanges ciment-métakaolin sont présentés sur la figure 3.11. Les résultats montrent que le MK joue un rôle important dans l'accroissement de la résistance à la compression jusqu'à des teneurs de l'ordre de 20%. Par contre, pour une teneur de 30% de MK, la résistance décroît à toutes les échéances et reste inférieure à celle du mortier de référence. Les mélanges à 10% de MK donnent les meilleures résistances quelle que soit l'échéance.

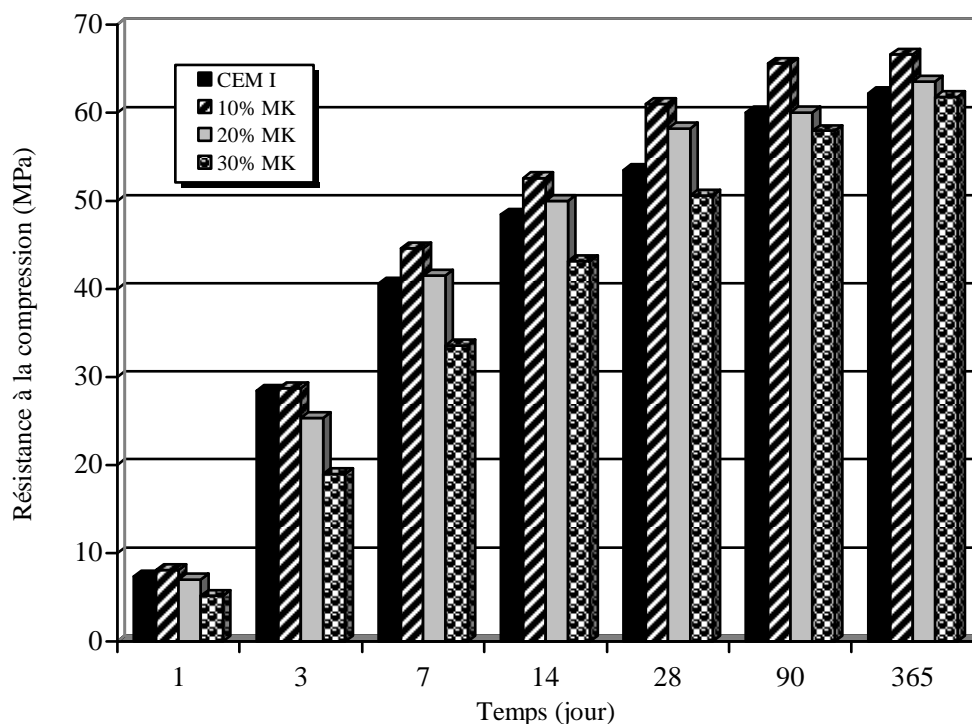


Figure 3.11 : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps.

Mélangé au ciment, le métakaolin possède un effet pouzzolanique. La réaction pouzzolanique se produit en solution (dissolution / précipitation) entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution du métakaolin, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment, avec formation de C-S-H supplémentaires. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à une densification de la matrice cimentaire [65].

Badogiannis et al. [44] ont trouvé les mêmes tendances en utilisant un MK grec, ils ont trouvé que 10% MK a eu un effet très positif sur la résistance du ciment après 2 jours et spécifiquement à 28 et 180 jours.

Ces résultats sont confirmés par les essais de calorimétrie montrés dans la figure 3.6, car une corrélation entre la chaleur d'hydratation mesurée et la résistance à la compression après 7 jours a été constatée (Figure 3.12). La relation entre la chaleur d'hydratation et la résistance à la compression des mortiers est non linéaire. Pour les mélanges étudiés, on a montré que la résistance à la compression au jeune âge se développe plus rapidement que la quantité de la chaleur libérée, qui est un aspect plutôt positif, lorsqu'on considère le risque de contrainte thermique et de fissuration au jeune âge.

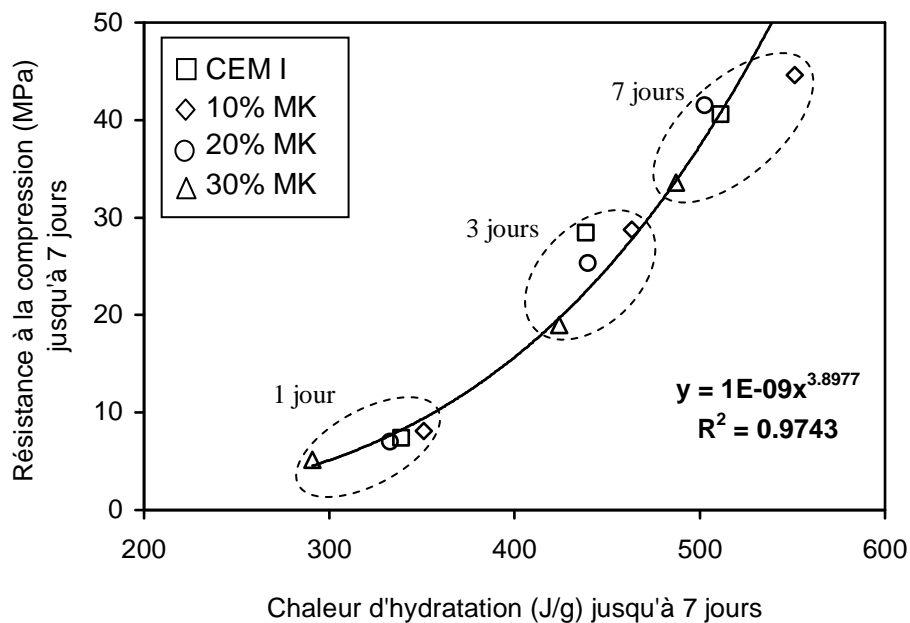


Figure 3.12: Corrélation entre la résistance à la compression et la chaleur d'hydratation.

La résistance à la compression relative en fonction du temps est donnée sur la figure 3.13. La résistance à la compression relative est le rapport entre résistance à la compression du mortier contenant le MK et la résistance à la compression du mortier sans MK à chaque temps de cure. L'incorporation de 10 et 20% MK est utile pendant les 28 premiers jours, où le taux de développement de résistance est considérablement plus élevé que le mortier témoin. Après 28 jours de cure, l'efficacité du MK diminue et ne cause plus d'augmentation du taux de développement de résistance.

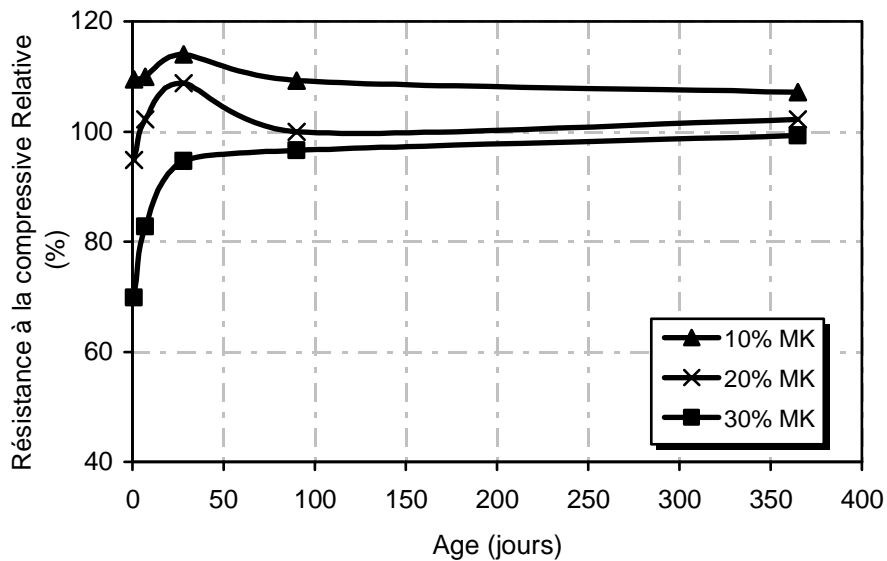


Figure 3.13: Résistance à la compression relative

Wild et al. [20] ont suggéré qu'il y ait trois facteurs élémentaires influençant la contribution que le MK apporte à la résistance à la compression quand il remplace partiellement le ciment en béton. Ce sont l'effet filler, l'accélération de l'hydratation de CEM I, et la réaction pouzzolanique du MK avec la CH. Selon *Wild et al.*[20], (i) l'effet filler, qui a comme conséquence un emballage plus efficace de la pâte, est immédiat, (ii) l'accélération de l'hydratation de CEM I a un impact maximum dans les 24 premières heures, et (iii) la réaction pouzzolanique qui apporte la plus grande contribution à la résistance à la compression entre 7 et 14 jours d'âge.

La figure 3.14 montre une analyse DRX des pâtes de ciment contenant le MK (0 – 30%) à l'âge de 90 jours. On remarque l'apparition de deux pics de l'hydroxyde de calcium (CH) à $2\theta = 18^\circ$ et $2\theta = 34^\circ$. Il est remarquable que les mélanges incorporant le MK semblent réagir avec le CH, dont les pics sont notamment réduits comparés à la pâte témoin. La diminution du pic de CH pour les mélanges contenant le MK traduit la pouzzolanité de ce dernier, ce pouvoir pouzzolanique est attribué à la phase vitreuse du MK (Figure 3.3), au taux de la silice active contenu dans le MK et à sa surface spécifique. Le CH produit pendant l'hydratation du ciment Portland ne contribue pas au développement de la résistance. Après réaction avec le MK, le CH se transforme en gel C-S-H de deuxième génération, ce gel C-S-H est caractérisé par une surface spécifique élevée qui densifie la microstructure de la pâte de ciment et participe au développement de la résistance.

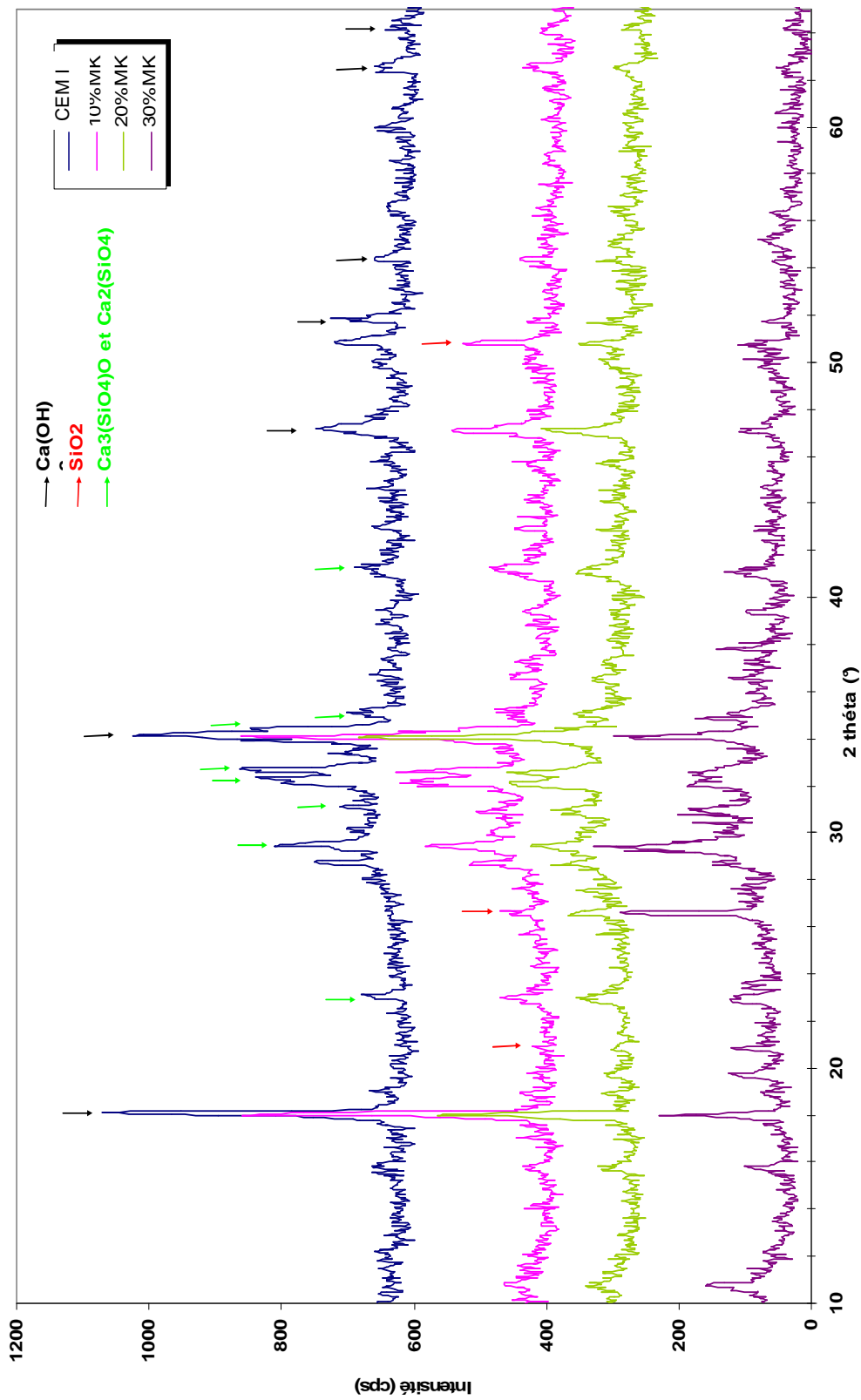


Figure 3.14: DRX des pâtes de ciment contenant le MK à l'âge de 90 jours.

3.6.2 Influence du rapport E/L sur la résistance à la compression

La figure 3.15 montre l'évolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge pour différents rapports E/L.

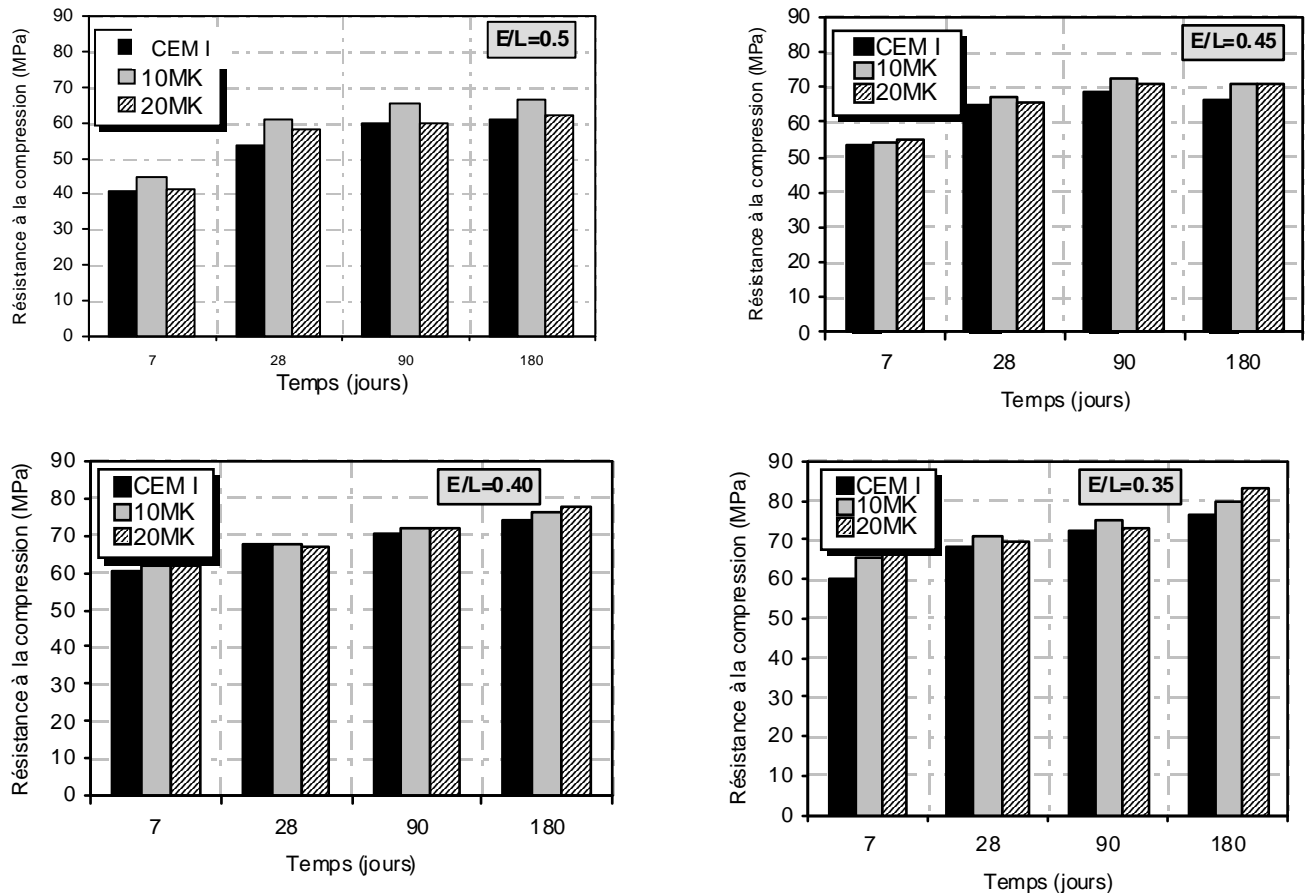


Figure 3.15: Evolution de la résistance à la compression (MPa) en fonction de l'âge pour différents rapports E/L et différentes teneurs en MK.

Pour E/L égal à 0,35 la substitution du ciment par 10% de MK a comme résultat l'amélioration de la résistance dans le court et le moyen terme. À 180 jours. L'amélioration apportée par 10% de MK par rapport au mortier témoin est de 9, 7, 3 et 4% pour E/L égal à 0.5, 0.45, 0.40 et 0.35 respectivement. Cette amélioration s'effectue dans le sens croissant du rapport E/L.

Pour 20% MK, la réduction du rapport E/L améliore la résistance à la compression des mortiers par rapport au mortier témoin à tous les âges. À 180 jours, 20% de MK améliore la résistance à la compression par rapport au mortier témoin de 2, 7, 5 et 9% pour E/L égal à 0.5, 0.45, 0.40 et 0.35 respectivement. On remarque que l'amélioration s'effectue dans le sens décroissant du rapport E/L.

Le rapport E/L influence également la cinétique d'hydratation. Théoriquement, un rapport E/L d'environ 0.4 est suffisant pour l'hydratation complète du ciment. En d'autres termes, un rapport E/L supérieur à 0.4 mènera à une hydratation complète du ciment. Cependant, l'hydratation du ciment est retardée à une basse humidité relative interne, et un rapport E/L théorique d'environ 0.4 n'est pas suffisant pour une hydratation complète. Les produits d'hydratation autour des particules anhydres de ciment empêchent davantage d'hydratation s'il y a une insuffisance d'eau libre dans les macro-pores.

3.7 Influence des FC sur la résistance à la compression

La figure 3.16 donne l'évolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge des mortier contenant le FC1. On remarque que la résistance à la compression augmente pour un niveau de substitution de 10% de calcaire à 1 jours, cette augmentation atteint 9% de la résistance du mortier contrôle, ensuite elle diminue de 15% pour 20% de calcaire. À 7 et 14 jours, la résistance à la compression de 10% FC1 dépasse la référence de 10% et 4% respectivement. Au delà de 28 jours la résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage du calcaire. *El-Khadiri et al.* [66] ont trouvé que la résistance à 2 jours d'un mortier contenant 13% de calcaire est similaire à la résistance du mortier témoin. *Menéndez et al.* [67] ont trouvé une augmentation de 31% d'un mortier contenant 10% de calcaire par rapport au mortier de référence à l'âge de 2 jours.

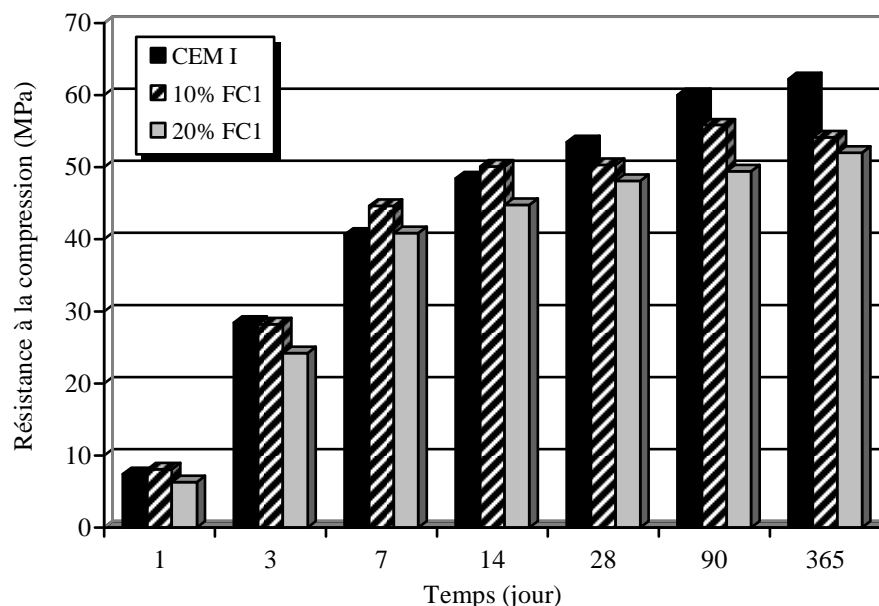


Figure 3.16: Evolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge

Des chercheurs ont montré qu'une réaction se produit entre le calcaire et le C₃A du ciment Portland pour produire un carboaluminate de calcium hydraté qui se précipite dans les pores et que la présence des particules de calcaire accélère l'hydratation de C₃S ainsi une augmentation de la résistance au jeune âge [68]. La réduction de la résistance à long terme des ciments contenant le calcaire est due à l'effet de dilution.

3.8 Influence de la combinaison MK/FC sur la résistance à la compression

Les résultats expérimentaux de la résistance à la compression pour chaque mélange sont rapportés dans les tableaux 3.2 et 3.3. Des modèles de prévision pour la résistance à la compression du mortier à divers âges ont été développés. En utilisant les résultats expérimentalement obtenus, ces modèles sont basés sur le modèle quadratique de surface de réponse et ont permis de tracer des courbes d'isoresponse. L'observation de la variable sensible $Y(t)$ est mesurée aux combinaisons des valeurs des variables x_1 et x_2 en utilisant le modèle suivant :

$$Y(t) = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_1 + \beta_2 \cdot x_2 + \beta_{11} \cdot x_1^2 + \beta_{22} \cdot x_2^2 + \beta_{12} \cdot x_1 \cdot x_2$$

où $Y(t)$ est la résistance à la compression (MPa) à l'âge t ; x_1 est la teneur en MK (% en masse de ciment.) ; x_2 est la teneur en FC (FC1 ou FC2) (% en masse de ciment) ; β_0 , β_1 , β_2 , β_{11} , β_{22} et β_{12} sont les coefficients du modèle. Les coefficients des modèles pendant 1, 3, 7, 28, 90 et 365 jours sont regroupés dans le tableau 3.4 et 3.5 pour FC1 et FC2 respectivement. Les équations ont été tracées sous forme de courbes d'isoresponse pour la prévision comme montré dans les figures 3.17 et 3.18.

Tableau 3.2: Résistance à la compression des mortiers pour le système CEM I/MK/FC1.

Combinaison	Résistance à la compression (MPa)					
	1j	3j	7j	28j	90j	365j
M00F00	7.38	28.43	40.60	53.50	60.04	62.20
M00F10	8.10	28.17	44.61	50.30	55.83	54.13
M10F00	7.78	27.91	42.61	58.30	63.32	66.40
M05F05	8.10	28.75	44.62	61.00	65.58	64.91
M00F20	6.30	24.21	40.84	48.10	50.74	52.04
M05F15	8.20	25.61	44.51	53.10	57.72	58.09
M10F10	7.27	25.14	41.87	58.80	61.85	63.87
M15F05	8.21	25.93	45.32	63.60	67.30	70.04
M20F00	7.00	25.35	41.49	58.20	61.00	63.54
M10F20	6.26	21.67	38.88	52.20	56.87	58.05
M20F10	5.43	19.82	38.96	58.40	63.14	65.90
M30F00	5.15	19.00	33.57	50.60	57.95	61.77

Tableau 3.3: Résistance à la compression des mortiers pour le système CEM I/MK/FC2.

Combinaison	Résistance à la compression (MPa)					
	1j	3j	7j	28j	90j	365j
M00F00	7.38	28.43	40.60	53.50	60.04	62.20
M00F10	4.89	25.10	41.70	52.09	56.95	54.07
M10F00	4.87	27.70	43.34	56.48	63.27	64.83
M05F05	4.89	28.75	44.62	61.00	65.58	64.91
M00F20	3.89	23.80	39.90	49.48	51.76	46.94
M05F15	3.94	23.40	48.02	53.90	58.27	60.81
M10F10	3.55	24.50	39.90	58.48	61.49	63.68
M15F05	4.45	26.00	50.42	61.40	66.12	63.62
M20F00	7.00	25.35	41.49	58.20	61.00	63.54
M10F20	3.23	20.40	34.60	53.97	57.98	58.17
M20F10	3.33	20.70	38.30	60.13	66.96	66.25
M30F00	5.15	19.00	33.57	50.60	57.95	61.77

La figure 3.17 illustre les courbes isoréponse de la résistance à la compression montrant l'effet d'interaction du MK et du FC1 pour le domaine étudié dans le système ternaire. À un jour, le point stationnaire correspondant à la résistance à la compression maximale est obtenu par le remplacement de 10% de FC1 ou de 10% MK. Le maximum est 9% plus élevée que la résistance du mortier témoin. Les courbes isoréponses ont une allure semblable pendant 3 et 7 jours, alors que la zone de la résistance maximale est située autour de 10% MK et de faible teneur en FC1 (0-10%). Cependant, l'allure des courbes isoréponse change de manière significative à 28 jours, où, la résistance à la compression maximale est obtenue avec la proportion plus grande de MK (15%) et autour de 5% de FC1. Dans ce cas, la résistance est 19% plus élevée que le mortier témoin.

En résumé, le point des résistances maximales est autour 10% de FC1 ou 10% MK aux jeunes âges. À 365 jours, ce point se déplace vers un niveau élevé de MK (15%) et un faible niveau de FC1 (5%).

La figure 3.18 illustre les courbes isoréponse de la résistance à la compression montrant l'effet d'interaction du MK et du FC2 pour le domaine étudié dans le système ternaire. Les courbes isoréponses ont une allure semblable pendant 1, 3 et 7 jours, alors que la zone de la résistance maximale est située autour de 10% MK et de faible teneur en FC2 (0-5%). Cependant, l'allure des courbes isoréponse change de manière significative à 28 jours, où, la résistance à la compression maximale est obtenue avec la proportion plus grande de MK (15%) et autour de 5% de FC2. Dans ce cas, la résistance est 15% plus élevée que le mortier témoin.

En résumé, le point des résistances maximales est autour 5% de FC2 ou 10% MK aux âges jeune. À 365 jours, ce point se déplace vers le niveau élevé de MK (20%) et de moyen niveau de FC2 (10%).

Ghrici et al. [68] ont introduit une addition inerte (calcaire) dans un ciment contenant de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf. Ils ont observé que le mortier contenant le couple optimal composé de 70% CEM I, 20% Pouzzolane naturelle et 10% calcaire développe des résistances à la compression supérieures à celle du mortier témoin et du mortier contenant le calcaire et des résistances comparables à celle du mortier contenant 10 et 20% de pouzzolane naturelle

Tableau 3.4: Coefficients obtenus pour le modèle quadratique pour la résistance à la compression du mortier contenant le MK et/ou le FC1 et le coefficient de détermination (R^2)

Age (days)	Coefficients						R^2
	β_0	β_1	β_2	β_{11}	β_{22}	β_{12}	
1	7.39	14.56	11.26	-0.75	-0.68	-0.84	0.82
3	28.60	17.70	-5.05	-1.68	-0.67	-1.95	0.98
7	40.53	63.47	55.81	-2.86	-2.60	-2.95	0.88
28	53.16	120.02	8.91	-4.29	-2.14	-0.48	0.93
90	62.16	41.92	-39.11	-1.55	-1.63	4.04	0.91
365	61.61	68.33	-22.13	-2.33	-1.76	2.12	0.85

Tableau 3.5: Coefficients obtenus pour le modèle quadratique pour la résistance à la compression du mortier contenant le MK et/ou le FC2 et le coefficient de détermination (R^2)

Age (days)	Coefficients						R^2
	β_0	β_1	β_2	β_{11}	β_{22}	β_{12}	
1	7.57	2.58	-47.44	-0.33	1.49	-0.32	0.93
3	28.34	23.05	-27.79	-1.79	0.07	-1.40	0.98
7	40.81	54.50	30.32	-2.55	-2.00	-3.07	0.89
28	53.49	99.86	3.76	-3.60	-1.56	0.36	0.94
90	60.65	51.82	-8.15	-2.02	-2.16	2.70	0.91
365	62.16	41.92	-39.11	-1.55	-1.63	4.04	0.91

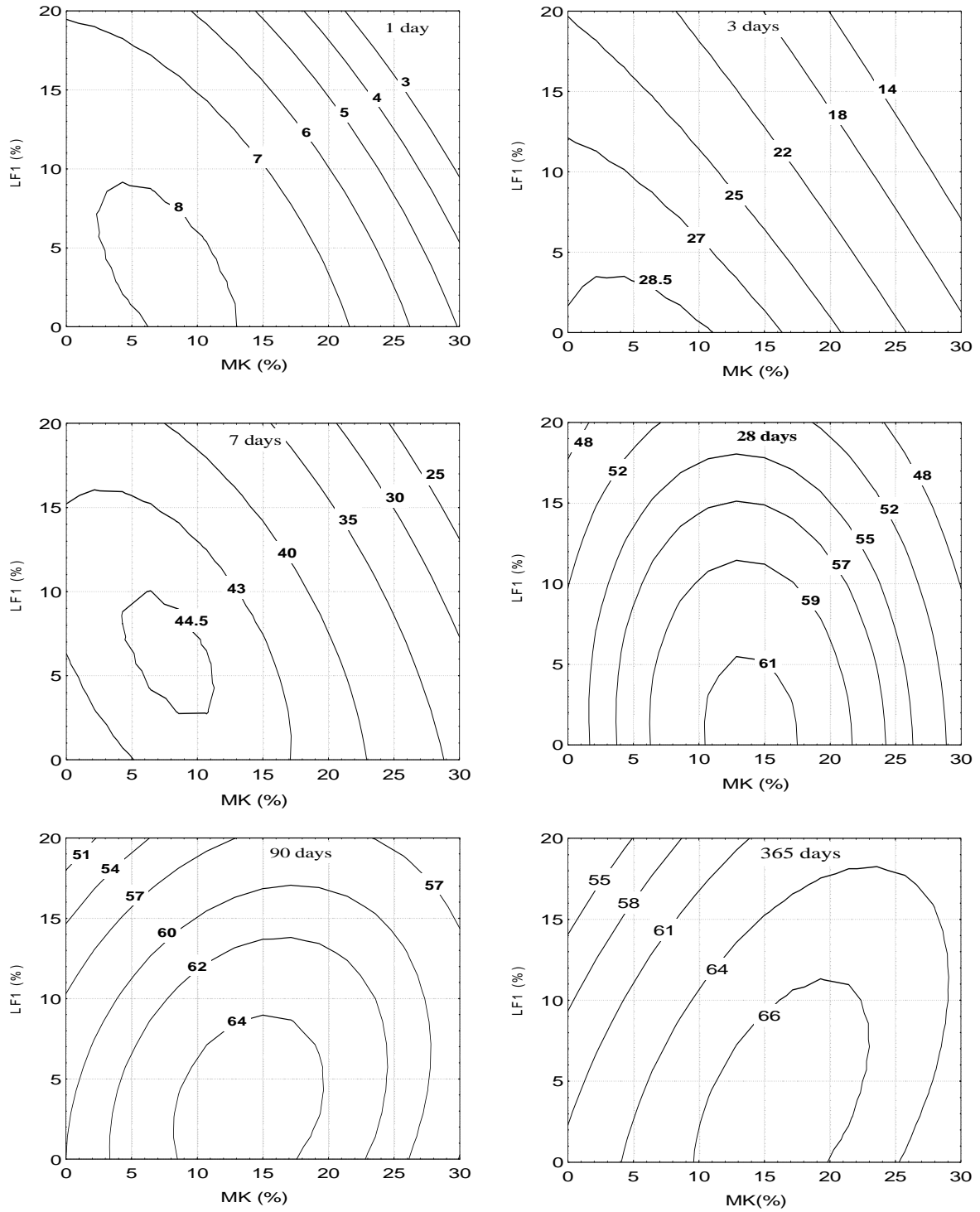


Figure 3.17 : Courbes isoréponses de la résistance à la compression (MPa) du système CEM I-MK-FC1 à différents âges.

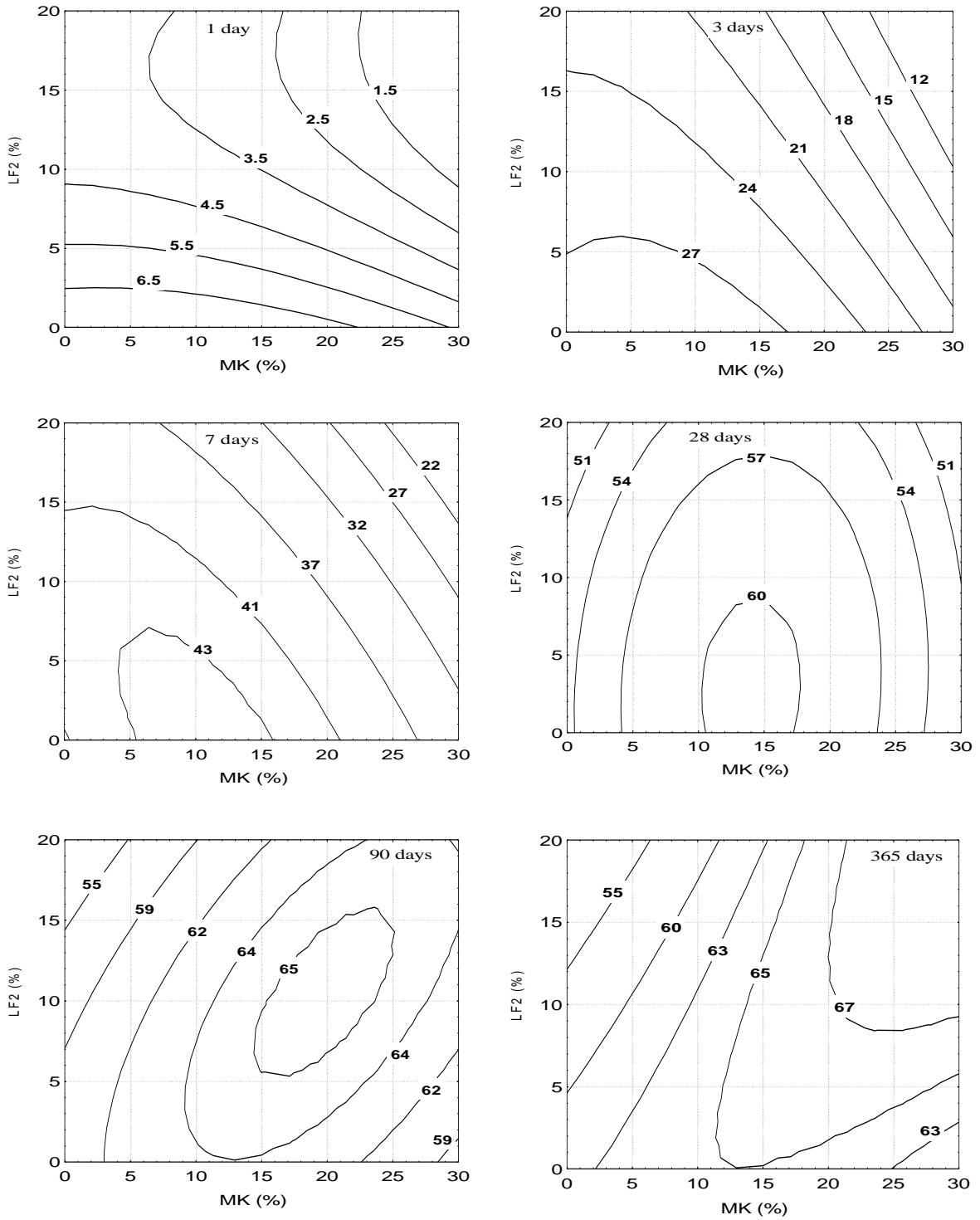


Figure 3.18 : Courbes isoréponses de la résistance à la compression (MPa) du système CEM I-MK-FC2 à différents âges.

3.9 Durabilité des mortiers dans les milieux agressifs

On se basant sur les résultats des essais mécaniques, les combinaisons MK/FC donnant des valeurs optimales de résistance mécanique ont été optées pour les essais de durabilité. En outre, le filler calcaire utilisé dans les essais de durabilité est le FC1 (filler calcaire le plus fin) :

3.9.1 Attaque des mortiers par les acides

3.9.1.1 Cas des mortiers avec MK

Les pertes de masse des éprouvettes placées dans 1% HCl et 2.5% H₂SO₄ sont montrés dans la figure 3.19. La figure 3.19 (a) donne la perte de masse des éprouvettes placées dans la solution de 1% HCl pendant 32 semaines d'immersion. On remarque qu'après 4 semaines d'immersion la perte de masse est presque la même pour tous les mortiers et est de 2%. Après 32 semaines d'immersion, l'incorporation du MK diminue les pertes de masse des mortiers par rapport au mortier de référence, la perte de la masse pour le mortier sans ajout est de 25%, l'incorporation de 30% de MK réduit les pertes de masse, par rapport au mortier contrôle, de 50%.

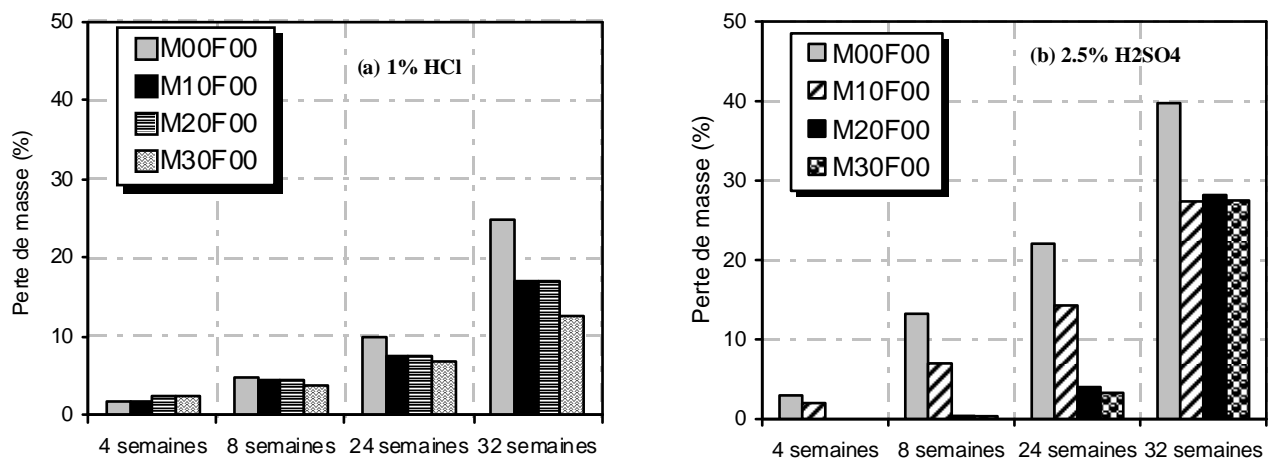


Figure 3.19 : Perte de masse des mortiers contenant le MK en fonction de la période d'immersion.

La figure 3.19 (b) donne la perte de masse des éprouvettes placées dans la solution de 2.5% H₂SO₄ pendant 32 semaines d'immersion. On remarque qu'après 8 semaines d'immersion le mortier contenant 30% MK ne présente aucune perte de masse. Après 32 semaines d'immersion, l'incorporation du MK diminue les pertes de masse des mortiers par rapport au mortier témoin, ce dernier présente une perte de la masse de 40%, l'incorporation de 10, 20 et 30% de MK réduit les pertes de masse, par rapport au mortier témoin, de 28%.

La perte de masse est due au fait que le ciment Portland, après hydratation, a libéré une partie considérable d'hydroxyde de calcium libre (CH) qui peut être lixiviée à l'extérieur quand elle est soumise à l'acide. Pour le mortier en contact avec l'acide sulfurique (H_2SO_4), l'hydroxyde de calcium réagit avec l'acide sulfurique pour former le sulfate de calcium, qui est déposé comme gypse. Pendant que l'attaque se poursuit, tous les composants du ciment sont par la suite décomposés et lixiviés. En outre le sulfate de calcium constitué par la première réaction va réagir avec la phase d'aluminate de calcium dans le ciment pour former le sulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite), qui après cristallisation, peut causer l'expansion du mortier. Ces réactions forment aussi une couche blanchâtre épaisse sur la surface du mortier. La couche du gypse précipitée est facilement lixiviée ayant pour résultat une perte de masse considérable.

Ces résultats montrent l'effet bénéfique du MK dans l'amélioration de la résistance à l'acide chlorhydrique (HCl) et la résistance de l'acide sulfurique (H_2SO_4). L'effet positif du MK pourrait être attribué à la formation des aluminates de calcium hydratés (C_2ASH_8 , C_4AH_{13} , C_3AH_6). Ces hydrates sont chimiquement stables dans les environnements fortement acides que les hydrates de silicate de calcium (C-S-H) [59].

3.9.1.2 Cas des mortiers avec MK/FC1

Les figures 3.20 et 3.21 montre la perte de la masse des éprouvettes en fonction de la période d'immersion dans les solutions de 1% HCl et 2.5% H_2SO_4 . La perte de la masse pour le mortier témoin est de 25% et 40% dans les solutions de 1% HCl et 2.5% H_2SO_4 respectivement, après 32 semaines d'immersion. L'incorporation de 30% de MK réduit les pertes de masse, par rapport au mortier témoin, de 50% dans la solution de 1% HCl et 30% dans la solution de 2.5% H_2SO_4 . L'incorporation de 10% FC1 a donné des pertes de masse 10% plus que le mortier témoin dans la solution de 1% HCl et réduit la perte de masse de 15% dans la solution de 2.5% H_2SO_4 ; la combinaison M15F05 a réduit les pertes de la masse 32% par rapport au mortier témoin dans la solution de 1% HCl , et de 35% dans la solution de 2.5% H_2SO_4 . Après 32 semaines d'immersion, la combinaison M05F05 présente une perte de masse presque identique que celle du mortier témoin.

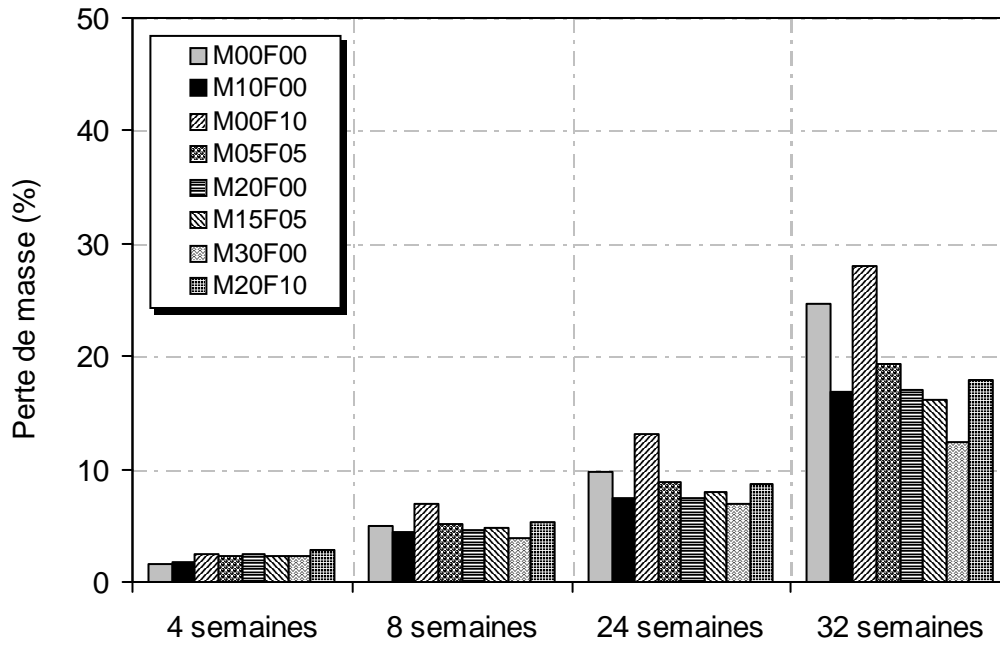


Figure 3.20 : Perte de masse des mortiers contenant les combinaisons MK/FC1 en fonction de la période d’immersion dans une solution de 1% HCl.

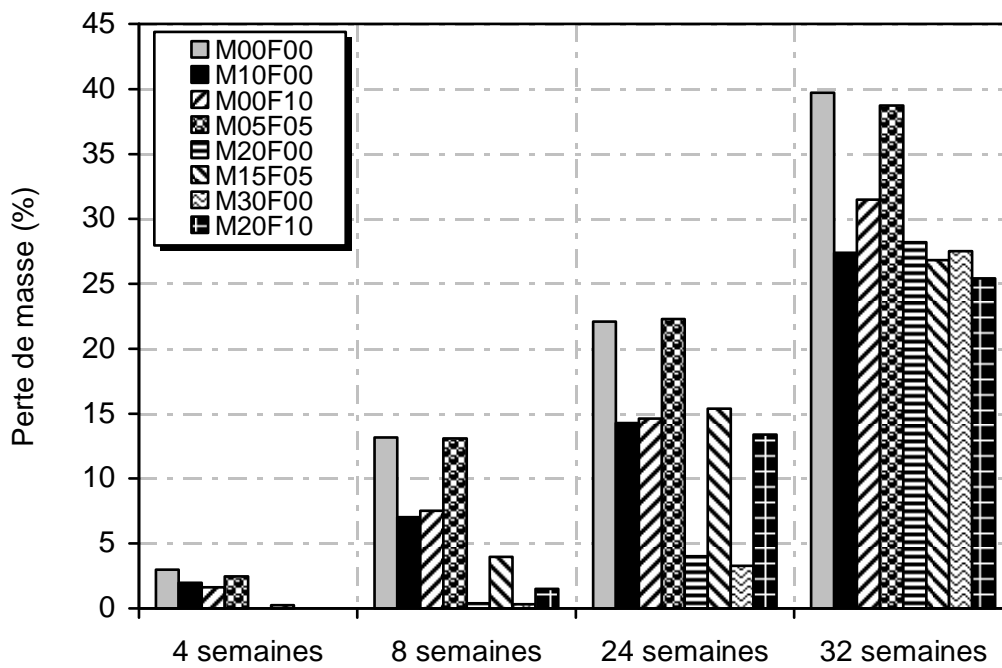


Figure 3.21: Perte de masse des mortiers contenant les combinaisons MK/FC1 en fonction de la période d’immersion dans une solution de 2.5% H₂SO₄.

L'examen visuel

L'examen visuel des échantillons en contact avec les acides, est un moyen pour évaluer la détérioration des propriétés physiques et les dégradations de l'aspect extérieur des éprouvettes. La figure 3.22 montre l'état des échantillons avant attaque et après 32 semaines d'immersion dans la solution du 1% HCl.



Figure 3.22: Photos des éprouvettes en mortier après 32 semaines d'immersion dans une solution de 1% HCl.

Après 32 semaines d'immersion dans la solution 1% HCl, le mortier témoin et le mortier M00F10 se sont visiblement dégradés. Les mortiers M10F00 et M15F05 ont aussi perdus remarquablement leurs formes.

La figure 3.23 montre l'état des échantillons avant attaque et après 32 semaines d'immersion dans la solution du 2.5% H_2SO_4 .

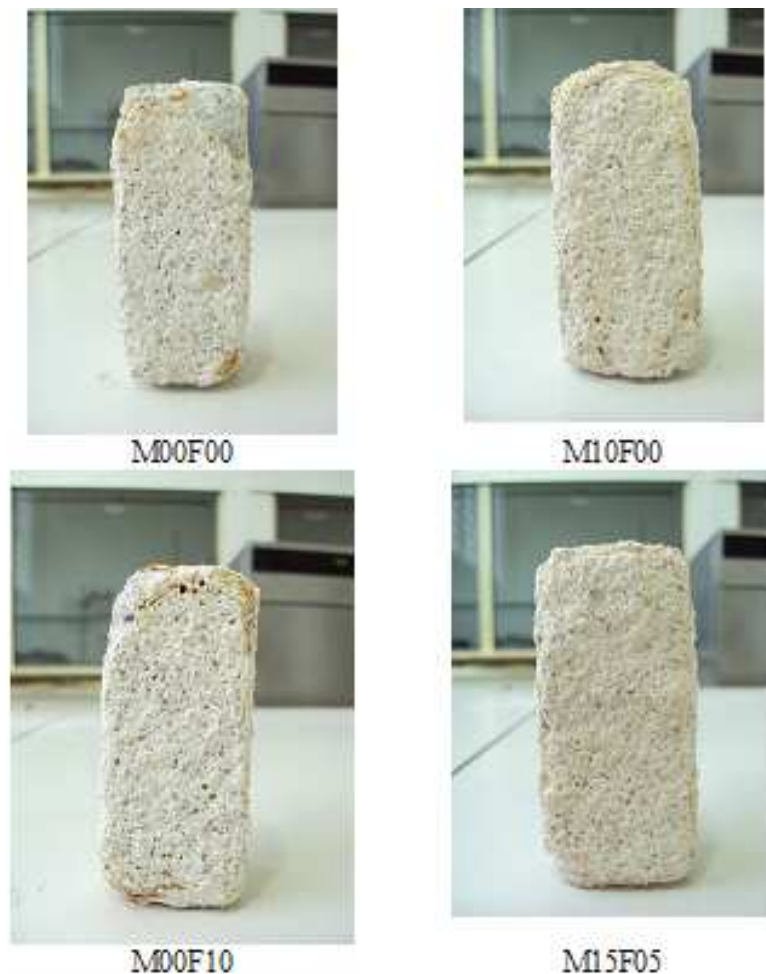


Figure 3.23: Photos des éprouvettes en mortier après 32 semaines d'immersion dans une solution de 2.5% H_2SO_4 .

Visuellement, nous distinguons clairement l'état des différents échantillons après 32 semaines d'immersion dans la solution d'acide 2.5% H_2SO_4 , le mortier référence et le mortier M10F00 ont perdu leur forme. Le mortier M10F00 a aussi perdu remarquablement sa forme, tandis que le mortier M15F05 a subi une plus faible dégradation.

3.9.2 Attaque des mortiers par les sulfates

La figure 3.24 montre la perte de résistance des éprouvettes en mortier contenant le MK seul, immergées dans les solutions de 5% $MgSO_4$ et 5% Na_2SO_4 . On remarque que la perte de résistance des mortiers à base de MK est supérieure à celle du mortier de référence dans les

deux solutions, 20 % de MK engendre une perte de résistance de 28% et 37% dans 5% MgSO_4 et 5% Na_2SO_4 respectivement, tandis que le mortier référence n'a perdu que 11% de sa résistance dans 5% MgSO_4 et un gain de résistance dans 5% Na_2SO_4 . L'ajout du filler calcaire au MK diminue les pertes de résistance, la combinaison M15F05 donne une perte de résistance de 18% et 27% dans 5% MgSO_4 et 5% Na_2SO_4 respectivement.

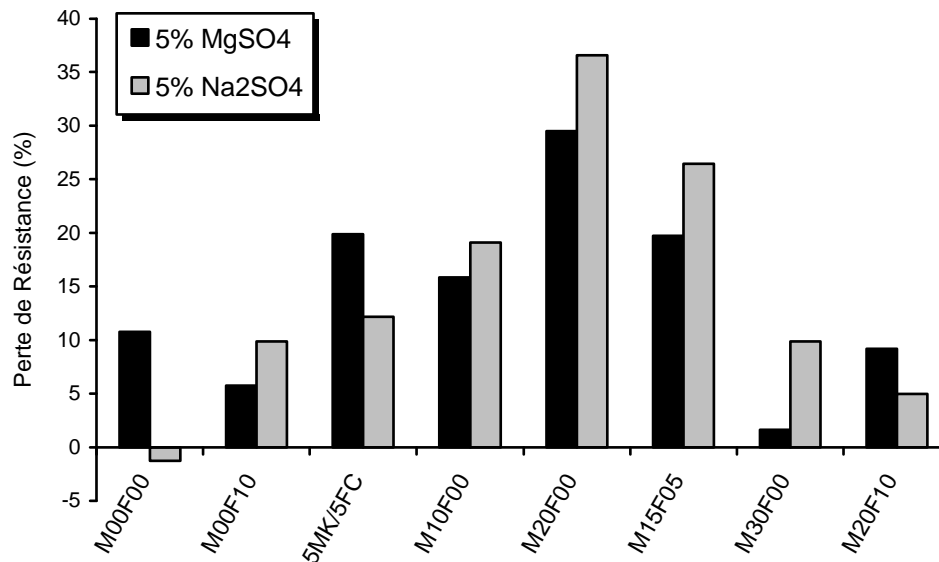


Figure 3.24: Perte de résistance des éprouvettes immergées dans les solutions 5% MgSO_4 et 5% Na_2SO_4

Lee et al. [51] ont mené une étude expérimentale sur la résistance au sulfate de magnésium des éprouvettes de mortier et de pâte incorporant différents teneurs en MK. Selon ces auteurs, l'effet négatif du métakaolin sur la résistance aux sulfates est attribué à la formation du gypse et non plus de l'ettringite et du thaumasite. En outre, la réduction d'hydroxyde de calcium et l'augmentation de C-S-H secondaire de la matrice cimentaire due à la réaction pouzzolanique du métakaolin ont mené à la conversion du gel primaire et secondaire de C-S-H en un gel de M-S-H. Ces auteurs ont conclu qu'il est nécessaire de prêter une attention particulière en utilisant le métakaolin dans un béton exposé aux solutions fortement concentrées en sulfate de magnésium.

Vu et al. [53] ont utilisé un MK vietnamien (0 – 30%) dans un mortier de forme prismatique (4x4x16 cm). Les éprouvettes ont été placées sous l'eau pendant 28 jours, ensuite dans une solution 0.2 M MgSO_4 . Les auteurs ont suivi la résistance à la compression des mortiers pendant 360 jours et ils ont trouvé que le MK vietnamien n'a pas d'effet positif sur la durabilité des mortiers à l'attaque du sulfate (MgSO_4).

Chapitre 4:
Prévision de l'efficacité
du métakaolin par
les réseaux de neurones

4.1 Introduction

L'emploi fréquent des ajouts minéraux (cendre volante, fumée de silice, métakaolin, laitier, pouzzolane naturelle, etc.) a entraîné l'apparition de normes dont le but est l'uniformisation et la réglementation de leurs conditions d'utilisation. Leur incorporation comme additions minérales dans les matrices cimentaires a été l'objet d'un nombre significatif de recherches au moyen de différentes approches, dans différents pays de par le monde. Des résultats encourageants concernant les propriétés mécaniques et la durabilité du béton ont été obtenues.

Plusieurs approches ont été utilisées par différents chercheurs [69-75] pour évaluer l'efficacité d'une addition minérale lorsqu'elle est introduite dans le béton. Ces approches ont été appliquées pour les cendres volantes, la fumée de silice et récemment pour le laitier et ont aboutit à des résultats concluants. Par contre, pour les pouzzolanes naturelles l'unique tentative d'évaluer leurs efficacités revient à *Papadakis et al* [73] mais cette tentative reste veine car le modèle développé par ces auteurs donne une surestimation du coefficient d'efficacité de 400%.

Le but de ce chapitre est d'appliquer l'approche non paramétrique de Réseaux de Neurones Artificiels (RNAs) pour prévoir l'efficacité d'une addition minérale lorsque celle ci est introduite dans un béton. Cette approche est utilisée en conjonction avec les résultats expérimentaux disponibles dans la littérature. Dans ce contexte, nous montrons dans la présente étude que cette approche est très bénéfique car elle est basée sur des approximations qui permettent de tenir compte des facteurs essentiels tels que la composition et l'âge du béton.

4.2 Concepts et notions théoriques

4.2.1 Indice d'activité

La notion d'indice d'activité a été introduite pour quantifier l'influence de l'incorporation d'une addition minérale en remplacement d'une partie p (taux de substitution) de ciment sur la résistance des mortiers ou bétons. De façon générale, cet indice, noté i , est défini comme le rapport des résistances mécaniques en compression pour un rapport eau/ciment donné (E/C).

Dans le cas général, nous écrivons :
$$i_p(t) = \frac{f_p(t)}{f_0(t)} \quad (4.1)$$

où $f_p(t)$ et $f_0(t)$ sont, respectivement, la résistance du mortier contenant une fraction p d'addition et la résistance du mortier témoin (sans addition).

4.2.2 Concept de liant équivalent

Pour spécifier les règles de substitution des additions au ciment, le liant est comparé au ciment auquel l'addition peut se substituer. Il convient alors de définir en premier lieu, ce ciment, c'est à dire, préciser sa classe et son type. Il faut ensuite préciser pour quelle propriété le liant doit être équivalent au ciment (équivalence vis à vis de résistance ou bien équivalence vis à vis des paramètres de durabilité : carbonatation pour un environnement marin ou en présence de sels fondants, pénétration des chlorures ou encore tenue au gel, etc.). L'équivalence dépend donc de l'addition considérée, du ciment et de l'environnement [76].

4.2.3 Coefficient d'Efficacité

Quantitativement, l'équivalence vis à vis d'une propriété d'un ciment de référence est assurée par l'intermédiaire d'un coefficient χ affecté à l'addition. On définit la quantité de liant équivalent noté L_{eq} comme la somme d'une quantité C d'un ciment donné et d'une quantité A d'addition pondérée de son coefficient d'efficacité χ , soit :

$$L_{eq} = C + \chi . A \tag{4-2}$$

Ou L_{eq} , C et A sont exprimés avec les mêmes unités. Par définition, pour une addition qui aurait un comportement identique à celui du ciment, la valeur du coefficient χ est égale à 1, l'activité dépend donc des valeurs de χ (Fig. 4.1). A priori, le coefficient d'efficacité dépend du ciment de référence, de l'âge du mortier et naturellement du type d'addition et de sa quantité.

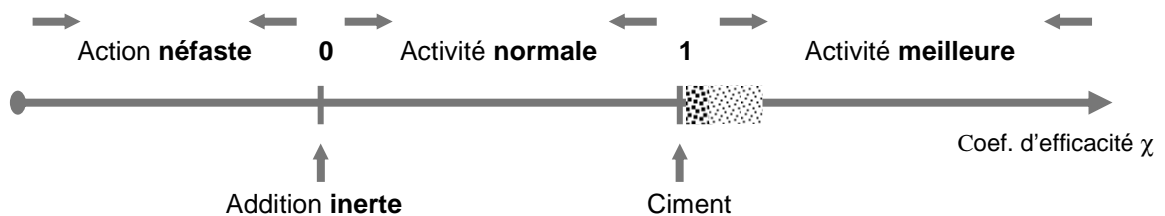


Figure 4.1: Différentes classes d'activité selon le coefficient d'activité.

4.3 Modalités d'évaluation du coefficient d'Efficacité

Selon *Cyr et al* [72] le calcul du coefficient d'efficacité peut être effectué de différentes façons. *Smith* [69] fût le premier à définir un coefficient d'efficacité pour une addition dans le but de proposer une méthode rationnelle de formulation de béton contenant des cendres volantes. Cette approche a ensuite été utilisée par plusieurs auteurs. Elle consiste, globalement, à déterminer expérimentalement (sur le mortier ou le béton contenant l'addition) le rapport " E/L_{eq} " permettant d'obtenir la même résistance mécanique que le ciment sans addition. Egalement, *Schiessl* [77] a défini la réduction (ΔW) du rapport "eau/liant" du béton de cendres volantes $[E/(C+A)]$ par comparaison au rapport $[E/C]$ du béton de référence et l'a nommé "**concept de (ΔW)**". En outre, le coefficient χ est défini de telle sorte que le rapport E/C_0 du béton de référence et le rapport $[E/(C+\chi A)]$ du béton avec ajout soient identiques. Récemment, *Babu* [78] a divisé le coefficient d'efficacité χ en deux coefficients: un coefficient χ_e représentant le facteur d'efficacité général et un coefficient χ_p représentant le facteur d'efficacité du pourcentage de l'addition utilisée.

Très récemment [73] le coefficient χ a été corrélé à la teneur de silice réactive de l'addition par la relation suivante :

$$\chi = \gamma_s \frac{f_{S,P}}{f_{S,C}} \left(1 - a \frac{E}{C} \right) \quad (4.3)$$

où :

γ_s , est le rapport du contenu de la silice active sur le contenu total de la silice de l'addition ;

$f_{S,C}$, est la fraction en poids de silice en ciment ;

$f_{S,P}$, est la fraction en poids de silice de l'addition.

a , est un paramètre fonction de l'âge,

L'expression (4.3) s'est avérée, expérimentalement, valide pour les cendres volantes et les laitiers. Par contre, pour les pouzzolanes naturelles, elle surestime les valeurs de χ de 400% [73]. De même, *Badogiannis et al* [79] ont montré que la relation 4.3 est aussi valable pour le métakaolin.

D'autres approches rationnelles utilisent une loi empirique exprimant la résistance du béton (ou mortier) en fonction du rapport E/C_0 , où C_0 est la masse de ciment dans la référence sans addition. A partir de telles relations comme celles développées par *Bolomey*, *Feret* ou *Abrams*, il est seulement suffisant de remplacer la quantité de liant équivalent (Eq. 4.2). Comme le montre le tableau 4.1, le coefficient d'efficacité est alors exprimé en fonction de l'indice d'activité et des paramètres de composition du mélange avec addition (rapport E/C_0 et dosage en addition p). Fonction de l'indice d'activité, le coefficient χ est donc implicitement fonction du temps. En pratique, les relations de *Bolomey*, de *Feret* ou d'*Abrams* donnent des résultats comparables [72, 80].

Tableau 4.1: Expressions des Coefficients d'Efficacité obtenues selon *Boolomey*, *Feret* et d'*Abrams*.

Relation	Résistance f_c	Indice d'Activité i	Coefficient d'Efficacité χ
Bolomey	$f_c = k \left(\frac{C_0}{E} - 0.5 \right)$	$i^B = 1 - \frac{p(1 - \chi^B)}{1 - 0.5 \frac{E}{C_0}}$	$\chi^B = 1 - \frac{1 - i^B}{p} \left(1 - 0.5 \frac{E}{C_0} \right)$
Feret	$f_c = k_f \left(\frac{C}{C + E + V} \right)^2$	$i^F = \frac{1}{\lambda} \left(1 - \frac{0.5 d_c}{1 + 0.5 d_c - p(1 - \chi^F)} \right)^2$	$\chi^F = 1 - \frac{1}{p} \left(1 + 0.5 d_c + \frac{0.5 d_c}{\sqrt{\lambda i^F - 1}} \right)$
Abrams	$f_c = \frac{k_1}{k_2^{1.5} \frac{E}{C_0}}$	$i_A = k_2^{1.5} \frac{E}{C_0} \left(1 - \frac{1}{1 - p + p \chi^A} \right)$	$\chi^A = \left(\frac{1}{1 - \frac{\ln(i^A)}{1.5 \frac{E}{C_0} \ln k_2}} - 1 + p \right) \frac{1}{p}$

Notons que V , C_0 et E sont, respectivement, les masses d'eau équivalente au volume d'air occlus, de liant égale à la masse de ciment dans le mortier témoin et d'eau. d_c est la densité de ciment et P est le taux de substitution. λ et k_2 représentent, respectivement un terme fonction de la densité d_c et un coefficient de la relation d'*Abrams*, nécessaire au calcul du facteur d'efficacité, une constante qui dépend principalement des propriétés des ciments utilisés.

4.4 Efficacité de quelques additions minérales en Béton

En raison de l'abondance des additions minérales et les grandes variations sur leurs caractéristiques physiques et chimiques, le développement d'un concept général pour leur

usage en béton est exigé. Le tableau 4.2 récapitule les différentes recherches effectuées pour l'évaluation de ce coefficient depuis leur première application jusqu'à aujourd'hui.

Tableau 4.2: Historique des Recherches sur l'efficacité des additions minérales.

Auteurs [Réf]	Année	Addition	Concept Utilisé	Propriété Etudiée
Smith (I.A) [69]	1967	Cendres Volantes	ΔW	Résistance à la compression
Babu(G.) [70]	1994	Cendres Volantes	ΔW	Résistance à la compression à 7 jours
Babu (G.) [71]	1995	Fumée de Silice	ΔW	Résistance à la compression à 28 jours
Hassabalah (F.) [75]	1995	Cendres volantes	Statistique	Résistance à la compression à 2, 7, 28, et 90 jours
Babu (G.) [81]	1996	Cendres Volantes	ΔW	Résistance à la compression à 7, 28, et 90 jours
Lawrence (P.) [80]	2000	Cendres Volantes	Indice d'Activité	Résistance à la compression à 2, 7, 14, 28, 90, et 180 jours
Cyrs (M.) [72]	2000	Cendres Volantes Fumée de Titane, et Calcaire	Indice d'Activité	Résistance à la compression à 28, et 180 jours
Babu (G.) [82]	2000	Laitier	ΔW	Résistance à la compression à 28 jours
Papadakis (V.) [73]	2002	Cendres Volantes laitier, et Pouzzolane N	Teneur de silice réactive	Résistance à la compression à 90 jours
Papadakis (V.) [83]	2002	Cendres Volantes laitier, et Pouzzolane N	Teneur de silice réactive	Pénétration aux ions chlores Carbonatation
Badogiannis (E.) [79]	2004	Métakaolin	Teneur de silice réactive	Résistance à la compression à 2, 7, 28 et 90 jours
Wong (W.S.) [84]	2005	Fume de silice et Métakaolin	Indice d'Activité	Résistance à la compression à 7, 28, 56, 90 et 180 jours

4.4.1 Efficacité des cendres volantes

Tout au début, des efforts de recherches mesurant cette efficacité ont échoué en raison des nombreuses variables impliquées, en termes de caractéristiques des cendres volantes et du ciment [81]. Des efforts ont par la suite été orientés vers une évaluation efficace et ont abouti à des méthodes rationnelles. Ceci a été fait en ajustant une quantité de cendres volantes

présentée à remplacer le ciment par "le facteur d'efficacité noté χ " des cendres volantes. L'évaluation de ce facteur a fait l'objet de plusieurs recherches (Tableau 4.3).

Tableau 4.3: Facteur d'Efficacité fonction du taux de substitution de cendre volante.

Auteurs [Réf]	Coefficient d'Efficacité χ	Taux de Substitution (%)
Smith (I.A.) [69]	0.25	10 ÷ 25
Schiessl [77]	0.50	≤ 28
Babu (G.) [81]	0.30	10 ÷ 75
Norme Allemande	0.30	10 ÷ 25
Code Britannique	0.30	10 ÷ 50
Le code de CEB-FIP	0.40	15 ÷ 40

Le tableau 4.3 montre qu'une valeur simple du coefficient d'efficacité χ (0.25÷0.50) est recommandée actuellement, pour le niveau de remplacement P entre 10% et 75%.

Selon *Sharma et al.* [74] l'efficacité des cendres volantes dépend non seulement des caractéristiques physiques et chimiques des cendres volantes et du taux de substitution de l'addition, mais sera également influencée par les paramètres de formulation: la gamme de résistance et l'âge. En revanche, une étude récente [75] indique que l'effet du rapport E/C sur l'efficacité était mineur même pour différents types de ciment.

Ces dernières années, une étude a été principalement concernée par l'évaluation de l'efficacité des cendres volantes à différents âges pour le béton traité à température normale [81]. L'efficacité globale χ a été évaluée comme la somme du facteur d'efficacité général χ_e et du facteur d'efficacité de pourcentage χ_p :

$$\chi = \chi_e + \chi_p \quad (4.4)$$

Les résultats obtenus, pour des substitutions entre 15–75%, ont montré que le coefficient d'efficacité des cendres volantes varie entre 0.95 et 0.13 à 7 jours, entre 1.15 et 0.33 à 28 jours et entre 1.25 et 0.43 à 90 jours. Ce qui prouve clairement que le coefficient d'efficacité global

χ des cendres volantes ne peut pas être en juste proportion représenté par une seule valeur (Fig. 4.2).

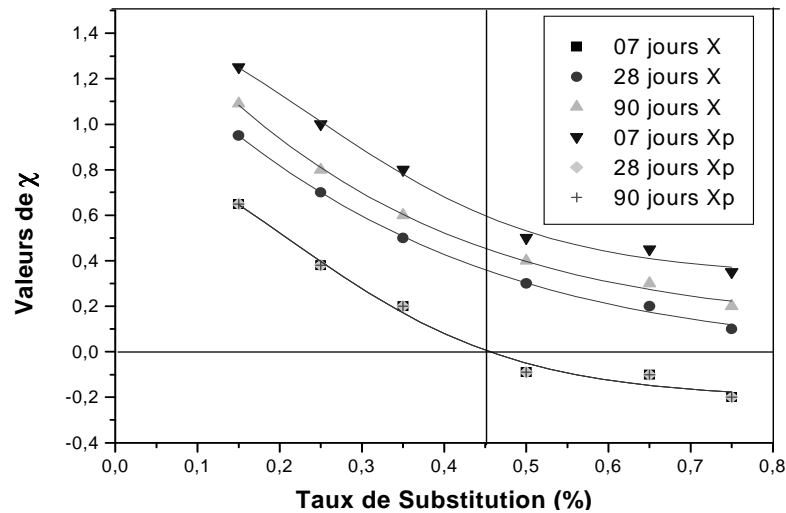


Figure 4.2: Variation des facteurs d'efficacité χ des Cendres volantes [81].

4.4.2 Efficacité de la fumée de silice

L'étude de *Maage* [85] sur l'efficacité de la fumée de silice en béton a prouvé que le coefficient d'efficacité χ augmente pour des classes plus élevées de résistance. Cette étude a également inclus l'évaluation des efficacités basées sur les conditions de cure, de perméabilité, de carbonatation et de la pénétration de chlorures. *Sellevold* [86] a également proposé un autre facteur d'efficacité χ_w qui tient compte de la demande en eau d'un mélange donné (résistance) et l'a nommée facteur d'efficacité à une ouvrabilité constante.

Babu [71], pour des substitutions 3-40%, en utilisant le concept du (Δw) a montré que l'efficacité globale de la fumée de silice χ ne peut être représenté pas une seule valeur constante. Il a constaté, pour les résistances à la compression à 28 jours, que le facteur d'efficacité général χ_e est égal à 3 pour tous les pourcentages de remplacement et le facteur d'efficacité de pourcentage χ_p varie de 2.28 à 0.37. Cependant, le coefficient d'efficacité globale χ varie de 6.85 à 1.1 pour des substitutions allons de 5-40% (Fig. 4.3).

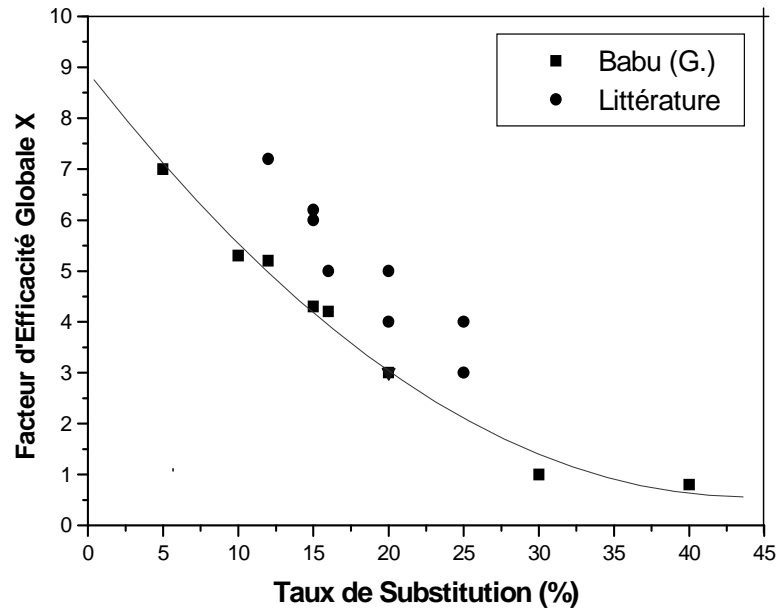


Figure 4.3: Variation des facteurs d'efficacité χ des Fumées de Silice à 28 jours [71]

4.4.3 Efficacité du laitier des hauts fourneaux

Pour évaluer l'efficacité des Laitiers des hauts fourneaux dans les ciments, certains des paramètres comme la composition chimique, réactivité hydraulique, et la finesse ont été soigneusement examinés par plusieurs chercheurs. Initialement, les chercheurs ont essayé d'exprimer la réactivité du laitier en termes d'indice d'activité ou indice hydraulique, vu sa composition chimique. Ce dernier est défini selon l'ASTM C989 comme le rapport en pourcentage de la résistance moyenne à la compression des cubes de mortier du ciment contenant 50% du laitier à la résistance à la compression des cubes de mortier de ciment sans ajout à un âge indiqué [87].

A partir d'une étude réalisée sur des résultats expérimentaux publiés par différents chercheurs, *Babu et Kumar* [82] ont évalué le coefficient d'efficacité du laitier en béton à 28 jours pour des remplacements allant de 10 à 80% d'ajout (Tableau 4.4).

Le tableau 4.4 montre que le coefficient d'efficacité global χ à 28 jours varie de 1.29 à 0.7 pour des remplacements de 10% à 80%. Ces auteurs ont constaté que la quantité du liant doit être augmentée par 8.5% pour le remplacement 50% du laitier et de 19.5% pour le remplacement 65% pour atteindre une résistance comparable à celle d'un béton de référence.

Ceci corrobore les résultats obtenus par *Swamy et Bouikni* [88] qui ont obtenu des augmentations de 10 et 20 % pour des remplacements de 50 et 65% respectivement.

Tableau 4.4: Coefficient d'Efficacité du laitier à 28 jours [82].

Taux de Substitution (%)	Eau/Ciment	Ouvrabilité (mm)	Résistance à la compression (MPa)	Coefficient d'Efficacité χ
10	0.26-0.38	150	58.5-105	1.29
30	0.26-0.55	100-150	49.1-105	1.02
50	0.30-0.80	35-190	21.2-89.3	0.84
60	0.26-0.50	150	43.5-80	0.78
65	0.46-0.75	100	23.0-57.5	0.75
70	0.41-0.61	45-65	32.5-62.5	0.73
80	0.5	-	29.5-32.5	0.70

4.4.4 Efficacité des pouzzolanes naturelles

Les études consacrées à l'évaluation du coefficient d'efficacité des pouzzolanes naturelles sont rares dans la littérature. Cependant, l'unique tentative qui a été effectuée par *Papadakis et al* [73] reste veine puisque le modèle qui a été proposé par ces auteurs (Eq. 4.3) est basé sur la fraction de la silice réactive dans la pouzzolane. Toutefois, les méthodes utilisées pour déterminer la silice réactive d'une addition minérale ne sont pas valables pour les matériaux naturels comme les pouzzolanes naturelles [73].

4.4.5 Efficacité du métakaolin

Peu de travaux qui ont été mené sur l'efficacité du métakaolin, entre autres, le travail de *Badogiannis et al.* [79] qui ont développé un modèle basé sur le concept de la silice réactive et celui de *Wong et al.* [84] qui ont développé un modèle qui utilise le concept de la résistance relative. Ce qui nous a amené à appliquer l'approche non paramétrique de réseaux de neurones pour la prévision du coefficient d'efficacité du métakaolin.

4.5 Introduction aux réseaux de neurones artificiels

4.5.1 Généralités

Les réseaux de neurones artificiels sont considérés parmi les métaphores biologiques (Figure 4.4) employées de nos jours pour la résolution des problèmes. Conçus en des modèles mathématiques très simplifiés plus ou moins inspirés du fonctionnement cérébral de l'être humain, en se basant principalement sur le concept du Neurone Biologique. Ce qui suit n'est qu'une vision très schématique du fonctionnement du dit cerveau. C'est un système auto adaptatif qui établit lui-même ses propres programmes. Il se compose d'environ mille milliards de cellules nerveuses dites *Neurones*. Chacun de ces neurones est connecté avec environ 10 000 de neurones voisins, ce qui donne un nombre de connexions d'environ 10^{15} . Le neurone possède un noyau et des extensions par lesquelles il peut distribuer des signaux par une connexion sortante (axone) ou en recevoir par de connexions entrantes (dendrites) ; les échanges de signaux se font au niveau des synapses.

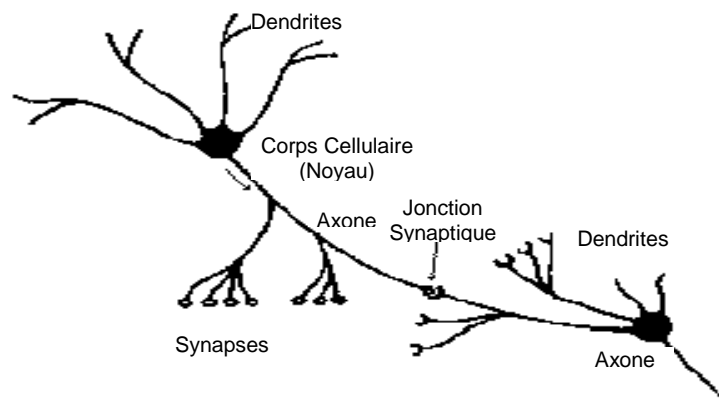


Figure 4.4: Connexion entre deux Neurones Biologiques.

Dans le domaine du Génie Civil, plusieurs chercheurs énumèrent des applications potentielles des modèles de cette nouvelle approche [89] qui serviront, en particulier pour des problèmes d'optimisation, de modélisation et de prédiction. Ces applications couvrent une gamme des matières très diverses concernant beaucoup de technologies comme les bétons, matériaux, structures et géotechnique [90-91] et notamment pour la prévision des propriétés des bétons comme l'ouvrabilité, l'hydratation, la résistance et la durabilité des bétons [92-94]. La majorité de ces modèles considère généralement l'utilisation du réseau multicouche, connu également sous le nom Rétropropagation (RPG). Les caractéristiques d'un tel réseau, qui ont été décrites dans la littérature [95], les rendent très attrayantes et appropriées pour prévoir les propriétés des bétons.

4.5.2 Construction d'un réseau de neurones artificiels

Le premier modèle simplifié, inspiré du neurone biologique, appelé neurone formel est un automate booléen caractérisé par son état binaire possédant une seule sortie (output) et un nombre d'entrées quelconque (input) comme le montre la figure 4.5. Il calcule périodiquement la somme pondérée de tous les potentiels disponibles à son entrée. Un test de comparaison est ensuite établi sur le résultat par rapport à un seuil bien déterminé. Si la somme pondérée est supérieure à ce seuil, le neurone est activé et produit un potentiel de sortie, sinon il reste inactif et ne transmet rien.

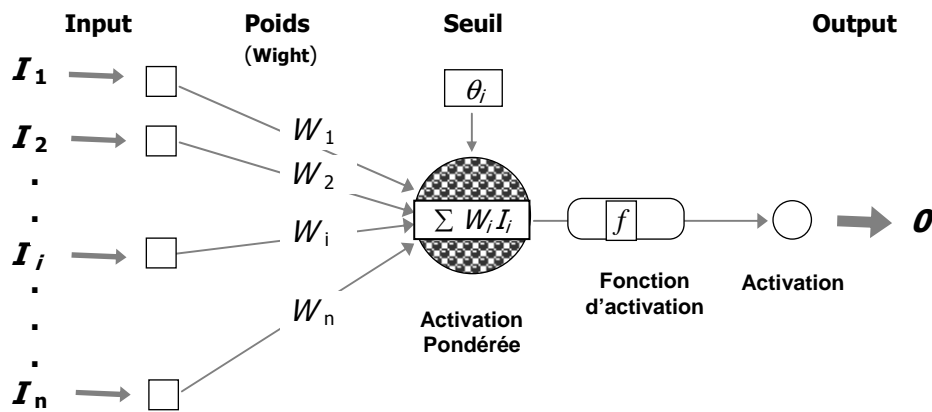


Figure 4.5: Modélisation du neurone formel.

Le neurone formel fait une somme de potentiels d'actions qui lui parviennent dans les autres unités auxquelles il est connecté selon l'expression :

$$O = f(\sum W_i I_i) \quad (4.5)$$

avec : I_i , O , : entrée et sortie du neurone respectivement, W_i : poids correspondant à chaque entrée ; θ : représente le seuil ; et $f(x)$ fonction de seuil vérifiant $\forall x, f(x) = 1$ si $x > \theta$, et $f(x)=0$ sinon.

La *fonction d'activation (transfert)* limite la sortie du neurone avec les bornes minimales et maximales permises. C'est-à-dire, elle offre une infinité de valeurs possibles comprises entre $[0,+1]$ (ou $[-1,+1]$). Elle peut prendre différentes formes (Figure 4.6): Binaire, linéaire à seuil, sigmoïde (encore appelé fonction logistique). Le choix de l'une de ces fonctions se révèle être

un élément constitutif important des RNAs. A titre illustratif voici quelques fonctions couramment utilisées :

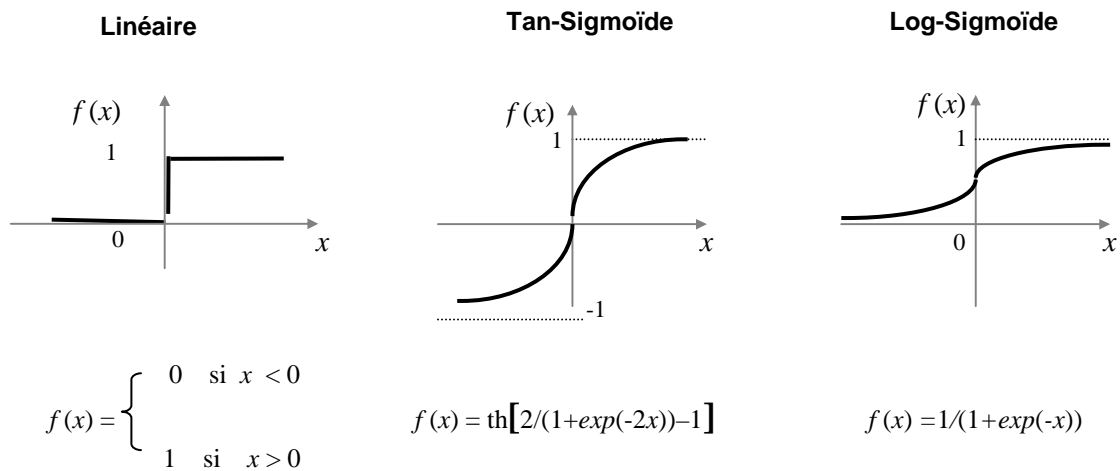


Figure 4.6: Quelques Fonctions d'activation.

4.5.3 Processus d'apprentissage: Rétropropagation

En terme de RNAs, l'apprentissage est vraisemblablement la propriété la plus intéressante qui ne concerne cependant pas tous les modèles, mais les plus utilisés. C'est pourquoi la majorité des réseaux disposent d'une règle d'apprentissage selon leur type qui leur permet d'adapter leurs poids automatiquement. En général, l'apprentissage se fait pendant une période relativement longue ; durant laquelle, les vecteurs des neurones d'entrée peuvent être présentés au réseau en un grand nombre de fois (cycle, itérations). Les règles d'apprentissage les plus connues sont la règle de HEBB, la règle de Windrow-Holff (Delta) et la règle de Delta généralisé (Rétropropagation).

Le modèle réseau de neurones à rétropropagation est sans doute le plus simple et le plus connu des réseaux de neurones. C'est un réseau multicouche (Multi Layer Perception MLP) (Figure 4.7). Ce réseau utilise le modèle d'apprentissage supervisé où l'on fournit au réseau un ensemble d'exemples, chaque exemple est constitué d'un vecteur d'entrée et de son vecteur de sortie désirée. Les poids sont au départ aléatoires, et c'est par un mécanisme "d'essai erreur correction" que ce type de réseau évolue vers un état stable.

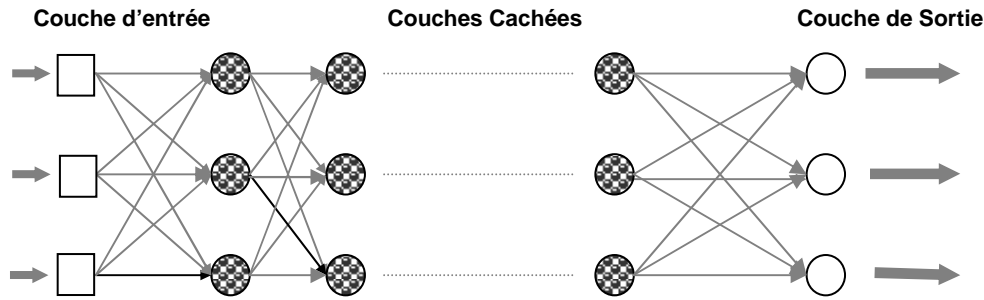


Figure 4.7: Réseau de neurones à niveau multiples

Cette méthode est la plus utilisée pour l'entraînement des réseaux multicouches statiques. Elle a été développée par le groupe de recherche PDP (Parallel Distributed Processing). Le principe de cette méthode s'effectue en deux phases (Figure 4.8):

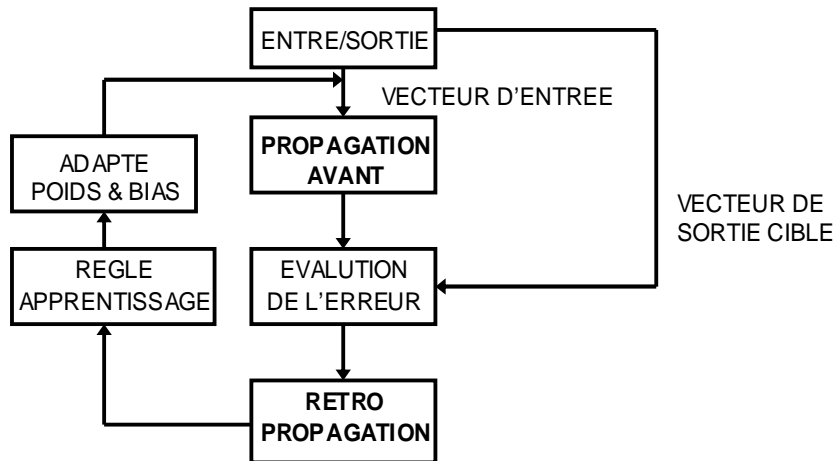


Figure 4.8: Organigramme de Rétropropagation.

➤ **Phase de propagation avant**

Durant cette phase, un exemple de l'ensemble d'apprentissage est présenté au réseau. La sortie réelle est alors calculée, le calcul s'effectue de l'entrée vers la sortie par passes successives à travers les différentes couches, où chaque nœud reçoit en entrée la somme pondérée des sorties des nœuds de la couche précédente, et qui est calculée par [86]:

$$N_j = \sum_i (W_{ji} O_i) \quad (4.6)$$

avec W_{ji} le poids de la connexion reliant le nœud j de la couche j au nœud i de la couche $(j-1)$ et, O_i la sortie du nœud i de la couche $(j-1)$;

Des résultats théoriques montrent que pour tirer parti du type du réseau qui utilise la méthode de Rétropropagation, il faut utiliser des fonctions d'activation non linéaires. Le calcul de la sortie du réseau est donc :

$$O_j = f_j(N_j) \quad (4.7)$$

où f est une fonction non-décroissante et différentiable.

A ce niveau, l'erreur entre la sortie désirée T et la sortie calculée O est calculée par :

$$E = \frac{1}{2} \sum_j (T_j - O_j)^2 \quad (4.8)$$

En appliquant la règle du type Delta, l'erreur va être minimisée par cette méthode du gradient, en faisant évoluer les poids dans la direction indiquée par le gradient de l'erreur c'est-à-dire calculer la dérivée de E par rapport à W_{ij} et prouver que : ΔW_{ji} est proportionnelle

$$\text{à } -\frac{\partial E_p}{\partial W_{ji}}.$$

En prenant la définition de E l'équation 4.8. nous allons décomposer $\frac{\partial E}{\partial W_{ji}}$ en deux termes et écrire :

$$\frac{\partial E}{\partial W_{ji}} = \frac{\partial E}{\partial N_j} \frac{\partial N_j}{\partial W_{ji}} \quad (4.9)$$

La première partie, indique comment l'erreur change quand la sortie change, la seconde comment la sortie varie en fonction des poids. Il est maintenant facile de calculer les deux membres. Tout d'abord de l'équation (4.6), nous voyons que le second facteur peut s'écrire :

$$\frac{\partial N_j}{\partial W_{ji}} = \frac{\partial \sum_k W_{jk} O_k}{\partial W_{ji}} = O_i, \text{ et définir un nouveau } \delta \text{ par : } \delta_j = -\frac{\partial E}{\partial N_j}$$

Nous pouvons maintenant réécrire notre équation 4.5 : $-\frac{\partial E}{\partial W_{ji}} = \delta_j O_i$

Donc, si nous voulons avoir une règle de gradient, nous devons faire en sorte que les poids variaient suivant une règle du type :

$$\Delta_j W_{ji} = \eta \delta_j O_i \quad (4.10)$$

Tout le problème est donc maintenant de voir ce que peuvent être les valeurs des δ_j : pour chacune des unités u_j du réseau. Nous allons montrer qu'il est possible de calculer

récurivement les δ_j en rétro-propageant les signaux d'erreur à travers le réseau. Nous allons donc décomposer δ_j en deux termes :

$$\delta_j = -\frac{\partial E}{\partial N_j} = -\frac{\partial E_p}{\partial O_j} \frac{\partial O_j}{\partial N_j} \quad (4.11)$$

De l'équation 6.7 on obtient: $\frac{\partial O_j}{\partial N_j} = f'_j(N_j)$. Si u_j est une unité de la couche de sortie, on

peut écrire pour un réseau bicouches: $\frac{\partial E}{\partial O_j} = -(T_j - O_j)$. Nous trouvons, en remplaçant dans

4.8:

$$\delta_j = (T_j - O_j) f'_j(N_j) \quad (4.12)$$

et ceci, pour les unités u_j appartenant à la couche de sortie où f' représente la dérivée de la fonction d'activation.

➤ Phase de Rétropropagation

Dans cette phase l'écart entre la réponse et les variables cibles, soit l'erreur de sortie, est propagée en arrière (rétro-propagée) vers les couches précédentes

Donc, Pour les unités n'appartenant pas à la couche de sortie, on va calculer δ_j en rétro-propageant les signaux d'erreurs à travers le réseau, nous calculons d'abord $\frac{\partial E}{\partial O_j}$ en le

décomposant en deux termes :

$$\frac{\partial E}{\partial O_j} = \sum_k \frac{\partial E}{\partial N_k} \frac{\partial N_k}{\partial O_j} = \sum_k \frac{\partial E}{\partial N_k} \frac{\partial \sum_i W_i O_i}{\partial O_j} = \sum_k \frac{\partial E}{\partial N_k} W_{kj} = -\sum_k \delta_k W_{kj}$$

En remplaçant dans 4.12 on trouve :

$$\delta_j = f'_j(N_j) \sum_k \delta_k W_{kj} \quad (4.13)$$

On voit donc que, lors de la première phase, on calcule à partir du vecteur d'entrée le vecteur de sortie (4.6). Puis on le compare au vecteur théorique et on déduit un signal d'erreur δ_j pour chaque unité de la couche de sortie (4.12). Lors de la seconde phase, le signal d'erreur est

rétro-propagé à travers le réseau (4.13) et les changements dans les poids sont effectués pour chacune des couches (4.11).

4.6 Evaluation de l'efficacité du MK par l'approche de réseau de neurone

Un réseau de neurones artificiels a été développé pour prévoir le coefficient d'efficacité du métakaolin. Dans cette section on décrit le procédé de choix de données, la topologie du réseau construit, le processus d'apprentissage et le processus de validation.

4.6.1 Base de données

La base de données a été construite à partir des résultats expérimentaux réalisés sur des bétons au métakolin et obtenus de diverses sources de recherche et de la littérature [20, 34, 41, 84, 96-98]. Cette base de données est composée d'un grand ensemble de données (80 compositions de béton). Pendant l'évaluation des données, certaines de ces compositions de bétons ont été supprimées à cause de l'insuffisance d'information concernant les mélanges utilisés. La gamme des constituants des bétons au métakaolin est indiquée dans le tableau 1. La base de données a été divisée en trois parties : Apprentissage (70%), Test (15%) et Validation (15%). L'ensemble de données d'apprentissage a été utilisé pour entraîner le modèle RN, l'ensemble de données de validation a été utilisé pour l'arrêt du processus d'apprentissage et l'ensemble de données de test a été utilisé pour évaluer la performance du modèle RN après l'achèvement du processus d'apprentissage. Chaque ensemble de données se compose de vecteurs des facteurs influents, et du coefficient d'efficacité correspondant. Après leur partage les données ont été normalisées entre -1,0 et +1,0 avant leur présentation au RN pour qu'elles soient en accord avec les bornes de la fonction de transfert tangente sigmoïde utilisée dans les couches cachées et la couche de sortie.

Tableau 4.5: Gammes des constituants et propriétés des bétons

Composants et propriétés	Données	
	Min	Max
Ciment (kg/m ³) (C)	105	600
Metakaolin (MK)	00	30
Eau/Ciment (E/C)	0,27	0,5
Age (jours)	3	90
Résistance à la compression (MPa)	4,6	112
Coefficient d'efficacité	0,05	9,8

4.6.2 Topologie du modèle de RNAs

L'architecture du modèle RN développé est d'abord décrite, suivie de la détermination de ses paramètres d'apprentissage et de ses performances. Le modèle a été entraîné et testé avec son ensemble de données d'apprentissage, de test, et de validation en utilisant l'algorithme de rétro-propagation. L'implémentation et la simulation ont été effectuées à l'aide des fonctions du logiciel MATLAB 7.5. Dans un premier temps, le nombre optimal de neurones dans les couches cachées a été déterminé.

La figure 4.9 montre l'architecture optimale du réseau qui a été déterminée en utilisant l'approche d'essai erreur correction. Le réseau est composé de quatre variables d'entrée (le dosage du ciment, le pourcentage de substitution du métakaolin, le rapport eau/ciment, et l'âge), deux couches cachées avec quatre et cinq neurones chacune et une variable de sortie (coefficient d'efficacité). Le tableau 4.6 récapitule les différents paramètres d'apprentissage du modèle RN développé dans cette application. Il y a à noter que les simulations numériques ont permis de déterminer l'architecture optimale pour ce réseau. Après la comparaison des résultats obtenus de l'application de cette architecture avec les données de test, le modèle entraîné a permis d'obtenir des prévisions précises du coefficient d'efficacité. On peut noter que le modèle a permis d'atteindre des erreurs de 0,018 pour toutes les données et des coefficients de détermination de 0,95 et 0,90 autant pour la phase d'apprentissage que pour la phase de test.

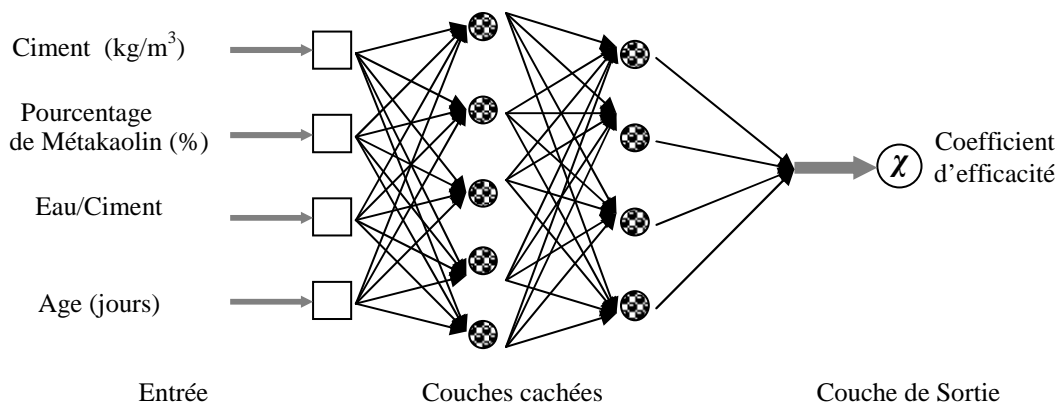


Figure 4.9: Architecture du RN développée.

Le tableau 4.6 récapitule les différents paramètres d'apprentissage et l'architecture des réseaux de neurones adaptés.

Tableau 4.6: Architecture et paramètres du modèle de RNA.

Paramètre d'entrée (X_N)	Architectures			Performances				Sortie (Y)
	N.CC	N.NCC	N.ITR	EA	ET	R ² A	R ² T	
(1) Dosage de Ciment (kg/m ³) (2) Pourcentage d'Ajout (%) (3) Eau/Liant (3) Age (jours)	2	4-5	227	0,018	0,02	0,95	0,90	Coefficient d'Efficacité (α)

Note : N. CC : nombre de couches cachées ; N.NCC : nombre de neurones dans la couche cachée, N. ITR : nombre d'itérations, EA : Erreur d'apprentissage, ET : Erreur de test, R²A: coefficient de détermination d'apprentissage, R²T : coefficient de détermination de test.

4.6.3 Apprentissage et test du modèle RN

Le modèle a été appliqué en lui introduisant des données réelles du coefficient d'efficacité. Après l'apprentissage, le modèle a également fourni le coefficient d'efficacité prévue du béton définie par ces données concernant la formulation du béton.

Les valeurs prévues par le modèle de RNA comparée aux valeurs réellement observées dans le laboratoire pour les exemples d'essai dans la phase apprentissage et test pour le système sont montrées respectivement par la figure 4.10.

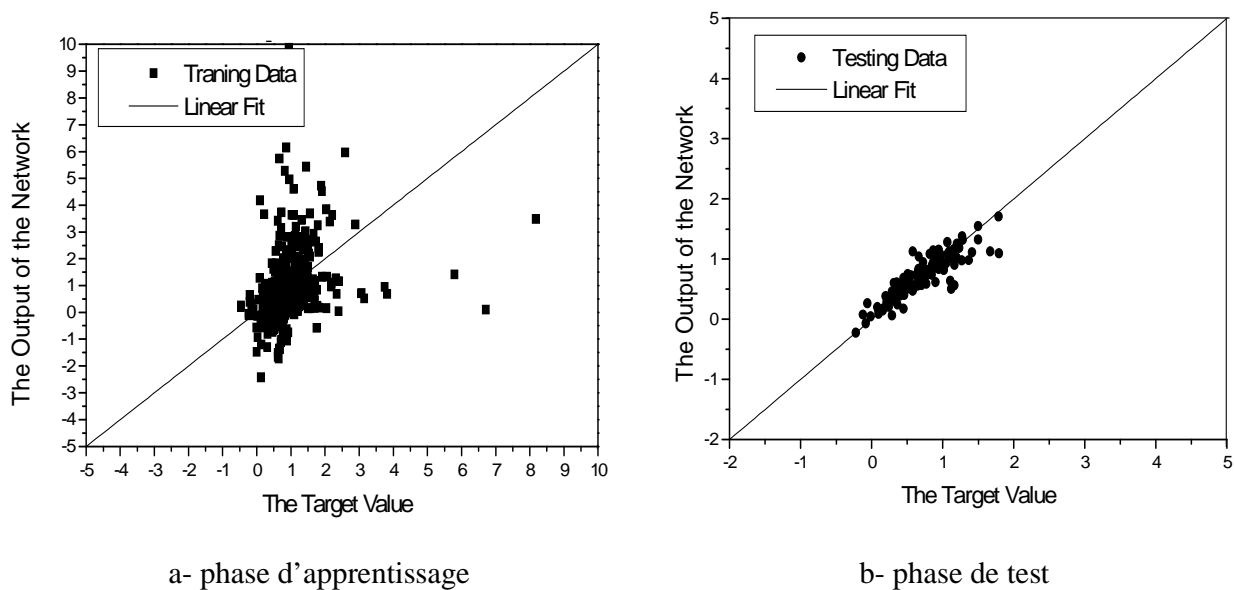


Figure 4.10: Résultats d'apprentissage et test de réseau de neurones du métakaolin.

4.6.4 Validation expérimentale du modèle RN

Dans le but de valider expérimentalement le modèle RN développé, quatre bétons ont été considérés et réalisés au laboratoire dont deux bétons témoins et deux bétons au métakaolin par substitution en poids de ciment de 15% avec les rapport Eau/liant de 0,5 et 0,4 (Tableau 4.7).

Tableau 4.7: Composition des mélanges des bétons.

N°	Ciment (kg/m ³)	P (%)	MK (kg/m ³)	Eau/ Liant	Gros Agrégats (kg/m ³)		Sable (kg/m ³)	Super- Plastifiant (%)
					80% 5- 14 (mm)	20% 10- 20 (mm)		
1	350,0	0	0	0,5	860	215	815	0
2	297,5	15	52,5		910	227	737	0,67
3	350,5	0	0	0,4	957	239	775	0,9
4	297,5	15	52,5		963	240	779	1,2

Note : P est le pourcentage du métakaolin

Sur la base des résultats des essais de la résistance à la compression obtenus, les coefficients d'efficacité du MK ont été déterminés par l'application de modèle de résistance de Feret. Les résultats expérimentaux ont été injectés dans le modèle RN pour la simulation numérique du coefficient d'efficacité. La figure 4.11 montre la comparaison des résultats obtenus par le modèle de *Feret* et ceux prédits par le modèle RN développé.

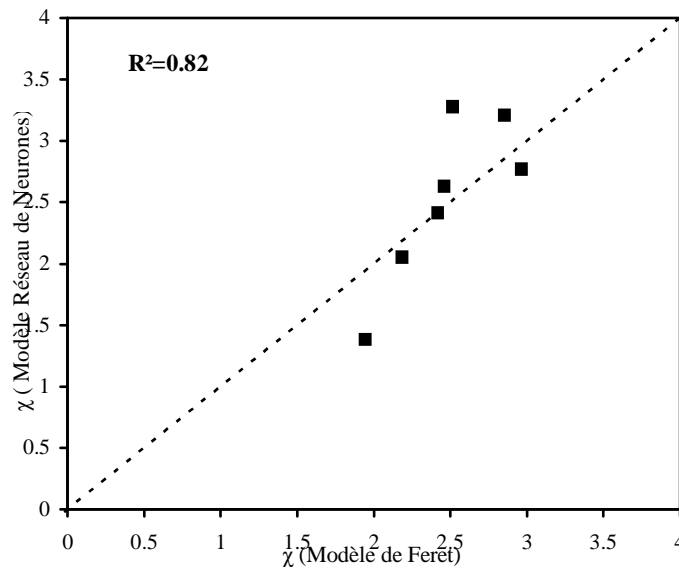


Figure 4.11: Confrontation des résultats.

4.6.5 Analyse de sensibilité

La méthode proposée ci-dessus pour évaluer l'efficacité du métakaolin s'est également avérée appropriée dans le modèle développé. La figure 4.12 illustre la variation des coefficients d'efficacité à 3, 7, 28 et 90 jours des bétons contenant des dosages de 5% à 30% de métakaolin. On constate que le coefficient d'efficacité diminue lorsque la quantité d'ajout augmente. Le coefficient d'efficacité varie entre 1.95 et 4.33 à 28 jours et entre 2.00 et 4.8 à 90 jours. Par contre, quelque soit le dosage de l'ajout cimentaire, le coefficient d'efficacité augmentent avec l'âge jusqu'à 90 jours.

Wong *et al.* [84], en se basant sur le concept de la résistance relative, ont trouvé un coefficient d'efficacité à 28 jours variant entre 1.6 et 2.1 pour un pourcentage de 5 à 10% MK, à 180 jours ils ont trouvé un coefficient d'efficacité variant entre 1.8 et 4.0

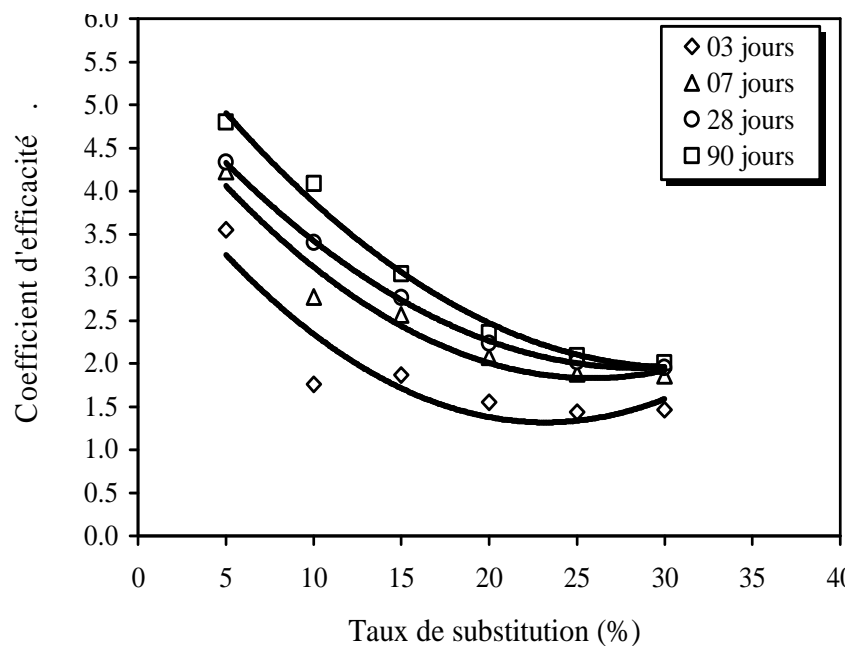


Figure 4.12: Effet du taux de substitution sur le coefficient d'efficacité

Sur la base des résultats obtenus par le modèle RN développé, un modèle mathématique est développé par un ajustement non-linéaire de la formule, comme représenté dans l'équation suivante:

$$\chi(t, p) = (3,82 + 0,0658t - 0,00049t^2) \exp(-0,0389p) \quad (4.14)$$

Où t et p représentent l'âge et le pourcentage de substitution de l'ajout respectivement. Ce modèle a été développé avec une forte corrélation qui a été estimé à 0,95 à tous les âges.

4.6.6 Effet de l'âge sur le coefficient d'efficacité

Le coefficient d'efficacité suit une évolution continue en fonction du temps, avec une vitesse décroissante caractérisant l'avancement de la réaction d'hydratation. Sur la figure 4.13, la valeur de ce coefficient est supérieure à 1,00 dès les premiers jours pour tous les niveaux de substitution, cela veut dire une activité meilleure que le ciment seul.

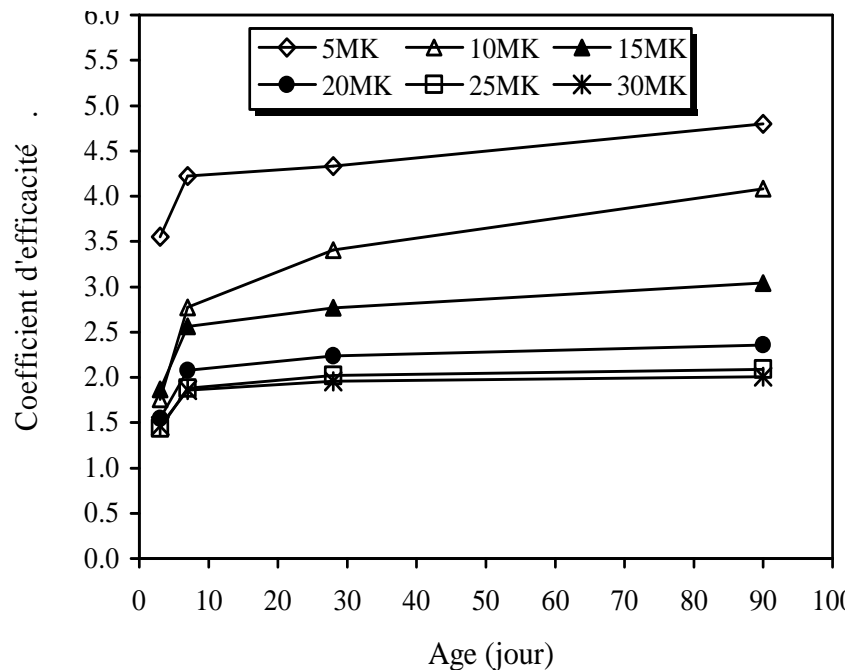


Figure 4.13: Variation du coefficient d'efficacité du MK en fonction de l'âge.

4.7 Conclusion

Dans cette étude on a montré la possibilité de l'application de l'approche RN pour prévoir le coefficient d'efficacité du métakaolin à 3, 7, 28 et 90 jours dans un béton, ceci pour différents taux de substitution du ciment par du métakaolin allant de 5 à 30%. De nombreux facteurs comme la composition du béton, le taux de substitution et l'âge font qu'il n'y a pas unicité du facteur d'efficacité des additions. Basé sur des simulations par le modèle RN développé, l'étude de l'influence du taux de substitution sur l'efficacité en fonction de l'âge a permis de développer un modèle mathématique pour la prévision de cette efficacité. De façon générale, l'approche présentée ici peut mener à une prévision plus précise et plus rapide de l'efficacité du métakaolin en tenant compte de la quantité utilisée dans la formulation du béton.

Conclusions générales et recommandations

1 Introduction

Au départ le but de ce travail été l'étude de l'influence du métakaolin sur le comportement rhéologique et mécanique des BHP mais avec les contraintes de temps, nous avons été incapable d'étudier le comportement rhéologique des mortiers et nous avons seulement étudié le comportement mécanique et la durabilité des mortiers contenant le métakaolin.

Il ressort de cette étude que l'utilisation du métakaolin issu de la calcination du kaolin algérien d'El-Milia, contribue d'une façon positive à l'amélioration de la résistance à la compression à moyen et à long terme. La durabilité est aussi améliorée où une meilleure résistance aux acides a été prouvée. Des résultats trouvés à travers cette étude, quelques conclusions peuvent être tirées et des recommandations seront suggérées pour de futurs travaux.

2 Conclusions générales

Les résultats obtenus dans cette recherche peuvent mener aux conclusions suivantes :

- L'optimisation des conditions de la calcination du kaolin a été faite par deux méthodes; l'indice d'activité à 28 jours et la chaleur d'hydratation pendant les premières heures;
- La calcination à une température de 850 °C pendant une durée de 3 heures transforme le kaolin algérien en un matériau amorphe à caractère pouzzolanique,
- L'analyse chimique du kaolin avant et après calcination montre une augmentation dans la teneur des oxydes SiO_2 et Al_2O_3 ;
- L'analyse par DRX du kaolin algérien, avant et après calcination, confirme la transformation de ce matériau d'un état cristallin à un état amorphe à caractère pouzzolanique;
- L'observation au MEB du kaolin montre une composition minéralogique diversifiée, constituée d'un ensemble de feuillets de micas superposés les un sur les autres et posés sur un feuillet de kaolinite;

- L'augmentation de la teneur de MK entre 10 et 20% donne des températures maximales par rapport au mortier control (0% MK) indiquant une contribution significative à la chaleur dégagée;
- L'augmentation de la teneur du MK produit une augmentation dans le temps nécessaire pour atteindre le pic de température. Ceci indique une retardation de la réaction d'hydratation;
- Le mortier avec 10% MK donne une chaleur d'hydratation maximale après 20 heures, Au contraire une substitution de 30% de ciment donne une chaleur d'hydratation inférieure;
- L'incorporation de 10 et 20% MK est utile pendant les 28 premiers jours, où le taux de développement de résistance est considérablement plus élevé que le mortier témoin. Après 28 jours de cure, l'efficacité du MK diminue et ne cause plus d'augmentation du taux de développement de résistance.
- Pour E/L égal à 0,35 la substitution du ciment par 10% de MK a comme résultat l'amélioration de la résistance dans le court et le moyen terme. A 7 jours, la résistance du mortier contenant 10% de MK est 108% du mortier de référence, à 180 jours elle est de 104%.
- Les rôles complémentaires joués par le MK et le FC dans le développement de la résistance, en particulier aux jeunes âges, peuvent être combinés pour produire des ajouts efficaces pour le ciment. Aux jeunes âges, seulement les faibles niveaux de substitution de CEM I et les rapports faibles de MK/FC donnent des résistances comparables au mortier contrôle. Cependant, après 90 jours, les ciments avec des niveaux élevés de substitution de CEM I et des faibles rapports de MK/FC donnent des résistances au-dessus du mortier sans ajout.
- Le mortier contenant la combinaison de 10% calcaire et de 20% MK a amélioré la résistance à la compression de 20% par rapport au mortier contrôle à 1 jours, tandis qu'à 90 jours elle est augmentée de 30%. Le MK améliore la résistance à long terme par la réaction pouzzolanique qui colmate le système de pores. Du point de vue de résistance

mécanique, le ciment ternaire contenant le FC et le MK présente une meilleure performance par rapport aux ciments binaires et aux ciments sans ajouts;

- La combinaison de 15% MK/5% FC donne les meilleures performances concernant les résistances aux acides. La perte de la masse pour le mortier sans ajout, dans 1% HCl, est de 25%, l'incorporation de 30% de MK réduit les pertes de masse, par rapport au mortier contrôle, de 50%.
- Le métakaolin présente un effet négatif sur la résistance des mortiers aux sulfates, cela est due à la formation du gypse et non plus de l'ettringite et du thaumasite. En outre, la réduction d'hydroxyde de calcium et l'augmentation de C-S-H secondaire de la matrice cimentaire due à la réaction pouzzolanique du métakaolin ont mené à la conversion du gel primaire et secondaire de C-S-H en un gel de M-S-H.
- L'application de l'approche Réseau de Neurone est possible pour prévoir le coefficient d'efficacité du métakaolin à 3, 7, 28 et 90 jours dans un béton, pour différent taux de substitution allant de 5 à 30%.
- L'étude de l'influence du taux de substitution sur l'efficacité en fonction de l'âge a permis de développer un modèle mathématique pour la prévision de cette efficacité.

3. Recommandations

Suite aux conclusions rapportées dans cette étude, les recommandations suivantes sont données pour servir d'orientations, éventuellement à de futures recherches :

- Etude d'autres types de ciment ternaires à base d'ajouts disponibles en Algérie (laitier, Tuf, ...);
- Effet de la conservation des mortiers contenant le métakaolin algérien dans différents environnements de cure simulant les différents environnements des différentes régions de notre pays (climat chaud et sec, ...);
- Effet du type et de la durée de cure sur les propriétés des mortiers et bétons contenant le métakaolin algérien ;

- Etude de la faisabilité économique de l'utilisation des ciments à base de métakaolin algérien ;
- Performance d'éléments en béton armé à base de métakaolin algérien sous conditions sévères du site (eau de mer, sud Algérien, ...).

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

- [1]. ENV 206, Concrete-Performance, production, placing and compliance criteria, 1989.
- [2]. Baron J., "Les additions normalisées pour bétons", In, "Les bétons: Bases et données pour leur formulation", sous la direction de J. Baron et J.P. Olivier, Edition Eyrolles, 1997, pp. 47-57.
- [3]. Moulin, E., Blanc, P. and Sorrentino, D., Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 23, N° 6, 2001, pp. 463-469.
- [4]. Ambroise, J., Murat, M., Pera, J., Hydration reaction and hardening of calcined clays and related minerals: V. Extension of the research and general conclusions, *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, 1985, pp. 261-268.
- [5]. Brinkley G.W., Ceramic Fabrication Processes, Cambridge & New York: Technology Press & John Wiley and Sons, 1958.
- [6]. Cabrera J. and Rojas M.F., Mechanism of hydration of metakaolin-lime-water system, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 4, 2000, pp.177-182,.
- [7]. Rojas M.F. Cabrera J., Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and water-blended cement systems at 20°C, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 4, 2001 pp. 519-527.
- [8]. Sabir B.B. Wild S. Bai J., Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 23, N°6, 2001, pp. 441-454.
- [9]. Jones T., Metakaolin as a pozzolanic addition to concrete, dans J. Bensted P. Barnes, (éditeur), *Structure and performance of cement*, Londres : Spon press, 2002, pp. 372-398.
- [10]. Murat M. and Bachiorrini A., Corrélation entre l'état d'amorphisme et l'hydraulicité du MK. *Bulletin Minéral*, N° 105, 1982. pp. 543-555.
- [11]. Andriolo F.R. and Sgarabozza B.C., Proceeding of the 7th International Conference of AAR, Grattan Bellow (éditeur), 1985, pp. 66-70.

- [12]. Lima Souza P.S. and Dal Molin D.C.C., Viability of using calcined clays, from industrial byproducts, as pozzolans of high reactivity, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, 2005, pp. 1993-1998.
- [13]. Batis G., Pantazopoulou P., Tsivilis S. and Badogiannis E., The effects of MK on the corrosion behavior of cement mortars, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, 2005, pp. 125-130.
- [14]. Wu Z. and Young J.F., The hydration of tricalcium silicate in the presence of colloidal silica, *Journal of Materials Sciences*, Vol. 19, 1984, pp. 3477-3486.
- [15]. Khatib J.M., Sabir S. and Wild S., Some properties of MK paste and mortar, *Concrete for environmental enhancement and Protection*, Ed. Dhir R.K. and Dyer T.D. Spon Press, Londres, 1996.
- [16]. Badogiannis E., Tsivilis S., Papadakis V.G. and Chaniotakis E., The effects of MK on concrete properties, *Proceeding of Dundee Conference*, 2002, pp. 81-89.
- [17]. Rachel J. and Mehta P.K., Chemical and physical effects of silica fume on the mechanical behavior of concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 26, 1996, pp. 611-622.
- [18]. Naiqian F., The properties of zeolite mineral admixture concrete, *Mineral Admixture in Cement and Concrete*, ABI Book Private Limited, 1993, pp. 396-447.
- [19]. Mindess S., Young F.J. and Darwin, D., *Concrete, 2nd ed.*, Upper Saddle River: Prentice Hall, 2003.
- [20]. Wild S., Khatib J.M. and Jones A., Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 26, N° 10, 1996, pp. 1537-1544.
- [21]. Poon C.S., Lam L., Ko, S.C., Wong Y.L. and Wong, R., Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 9, 2001, pp. 1301-1306.
- [22]. Oshawa S., Asaga K., Goto S. and Daimon, M., Quantitative determination of fly ash in the hydrated fly ash-CaSO₄-Ca(OH)₂ system, *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, N° 2, 1985, pp. 357-366.

- [23]. Li S., Roy D.M. and Kumer A., Quantitative determination of pozzolanas in hydrated system of cement or $\text{Ca}(\text{OH})_2$ with fly ash or silica fume, *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, N° 6, 1985, pp. 1079-1086.
- [24]. Wild S. and Khatib J.M., Portlandite consumption in metakaolin cement pastes and mortars, *Cement and Concrete Research*, Vol. 27, N° 1, 1997, pp. 137-146.
- [25]. Frías M. and Cabrera J., Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin-cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, N° 4, 2000, pp. 561-569.
- [26]. Ding J.T. and Li Z.J., Effects of metakaolin and silica fume on properties of concrete, *ACI Materials Journal*, Vol. 99, N° 4, 2002, pp. 393-398.
- [27]. Dubey A. and Banthia N., Influence of high-reactivity metakaolin and silica fume on the flexural toughness of high-performance steel fiber-reinforced concrete, *ACI Materials Journal*, Vol. 95, N° 3, 1998, pp. 284-292.
- [28]. Bai J., Wild S., Sabir B.B. and Kinuthia J.M., Workability of concrete incorporating pulverized fuel ash and metakaolin, *Magazine of Concrete Research*, Vol. 51, N° 3, 1999, pp. 207-216.
- [29]. Khatib, J.M. and Clay, R.M., Absorption characteristics of metakaolin concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 34, N° 1, 2004, pp. 19-29.
- [30]. Qian X.Q. and Li Z.J., The relationships between stress and strain for high performance concrete with metakaolin, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 11, 2001, pp. 1607-1611.
- [31]. Brooks J.J., Johari M.A.M. and Mazloom M., Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 22, N° 1, 2000, pp. 293-301.
- [32]. Cabrera J.G. and Lee R.E., A new method for the measurement of workability of high-pulverised fuel ash concrete, *International Ash Utilization Symposium*, 1985, pp.347-360.
- [33]. Batis G., Pantazopoulou P., Tsivilis S. and Badogiannis E., The effect of metakaolin on the corrosion behavior of cement mortars, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, N° 1, 2005, pp. 125-130;

- [34]. Vu D.D., Stroeven P. and Bui V.B., Strength and durability aspects of calcined kaolin-blended Portland cement mortar and concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 23, N° 6, 2001, PP. 471-478.
- [35]. Caldarone M.A., Gruber K.A. and Burg R.G., High reactivity metakaolin (HRM): a new generation mineral admixture for high performance concrete, *Concrete International*, Vol. 16, N° 11, 1994, pp. 37-40.
- [36]. Zhang M.H. and Malhotra V.M., Characteristics of a thermally activated alumino-silicate pozzolanic material and its use in concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, N° 8, 1995, pp. 1713-1725.
- [37]. Ambroise J., Maximilien S. and Pera, J., Properties of metakaolin blended cements, *Advanced Cement Based Materials*, Vol. 1, N° 4, 1994, pp. 161-168.
- [38]. Frías M., de Rojas M.I.S. and Cabrera J., The effect that the pozzolanic reaction of metakaolin has on the heat evolution in metakaolin-cement mortars, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, N° 2, 2000, pp. 209-216.
- [39]. Sabir B.B., Wild S. and Bai J., Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 23, N° 6, 2001, pp. 441-454.
- [40]. Curcio F., DeAngelis B.A. and Pagliolico S., Metakaolin as a pozzolanic microfiller for high-performance mortars, *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, N° 6, 1998, pp. 803-809.
- [41]. Brooks J.J. and Johari M.A.M., Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete, *Cement and Concrete Composites*, 23, N° 6, 2001, pp. 495-502.
- [42]. Poon C.S., Kou S.C. and Lam L., Pore size distribution of high performance metakaolin concrete, *Journal Of Wuhan University Of Technology-Materials Science Edition*, Vol. 17, N° 1, 2002, pp. 42-46.
- [43]. Badogiannis E., Papadakis V.G., Chaniotakis E. and Tsivilis, S., Exploitation of poor Greek kaolins: strength development of metakaolin concrete and evaluation by means of k-value, *Cement and Concrete Research*, Vol. 34, 2004, pp. 1035–1041.

- [44]. Badogiannis E., Kakali G., Dimopoulou G., Chaniotakis E. and Tsivilis S., Metakaolin as a main cement constituent: exploitation of poor Greek kaolins. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, 2005, pp. 197–203.
- [45]. Razak H.A. and Wong H.S., Strength estimation model for high-strength concrete Incorporating metakaolin and silica fume. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, 2005, pp. 688–695.
- [46]. Güneyisi E. and Mermerdas K., Comparative study on strength, sorptivity, and chloride ingress characteristics of air-cured and water-cured concretes modified with metakaolin, *Materials and Structures*, Vol. 40, 2007, pp. 1161–1171.
- [47]. Frías M. and Cabrera J., Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin-cement paste, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, 2000, pp. 561-569.
- [48]. Khatib J.M. and Wild S., Pore size distribution of metakaolin paste, *Cement and Concrete Research*, Vol. 26, N° 10, 1996, pp. 1545-1553.
- [49]. Gané R., Cours de durabilité et réparation des bétons (GCI-714), Chapitre 2: *La durabilité des bétons*. Université de Sherbrooke, Canada, 2002, p.32, www.usherb.ca.
- [50]. Khatib J.M. and Wild, S., Sulfate resistance of metakaolin mortar, *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, N° 1, 1998 pp. 83–92.
- [51]. Lee S.T., Moon H.Y., Hooton R.D. and Kim J.P., Effect of solution concentrations replacement levels of metakaolin on the resistance of mortars exposed to magnesium sulfate solutions, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, 2005, pp. 1314–1323.
- [52]. Al-Akhras N.M., Durability of metakaolin to sulfate attack, *Cement and Concrete Research*, Vol. 36, N° 9, 2006, pp. 1727–1734.
- [53]. Vu D.D., Stroeven P. and Bui V.B., Strength and durability aspects of calcined kaolin-blended Portland cement mortar and concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 23, 2001, pp. 471-478.
- [54]. Nguyen V.H., Nedjar B., Colina H., and Torrenti J.M., A separation of scales analysis for the modelling of calcium leaching in concrete, *Computer methods in applied mechanics and engineering*, Vol. 195, 2006, pp.7196-7210.

- [55]. Rozière E., Granger S., Turcry Ph., Loukili A., Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 29, 2007, pp. 626–636.
- [56]. Roy D.M., Arjunan P. and Silsbee M.R., Effect of silica fume, and low-calcium fly ash on chemical resistance of concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, 2001, pp.1809-1813.
- [57]. Sayamipuk S., Strength and durability of mortars containing metakaolin from Thailand'', PhD Thesis, School of Civil Engineering, Asian Institute of Technology, Thailand , 1999, 201 page.
- [58]. Kim H.S., Lee S.H. and Moon H.Y., Strength properties and durability aspects of high strength concrete using Korean metakaolin, *Construction and Building Materials*, Vol. 21, 2007, pp.1229–1237.
- [59]. Hewayde E., Nehdi M. L., Allouche E., and Nakhla G., Using concrete admixture for sulfuric acid resistance, *Proceeding of Institution of Civil Engineering*, Construction Materials 160, Issue CMI, 2007, pp. 25-35.
- [60]. Courard L., Darimont A., Schouterden M., Ferauche F., Willem X., and Degeimbre R., Durability of mortars modified with metakaolin, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, 2003, pp. 1473-1479.
- [61]. Ramlochan T., Thomas M. and Gruber K.A., The effect of metakaolin on alkali silica reaction in concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, N° 3, 2000, pp. 339-344.
- [62]. AFNOR, NF P 18-452, Bétons – Mesure du temps d'écoulement des bétons et des mortiers aux maniabilimètres, mai 1988.
- [63]. ASTM C 618-03, Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete, February 2003, 3 pages.
- [64]. Merabet D., Belkacemi H., Caractérisation Minéralogique et Chimique du kaolin de Tamazert (Algérie), *Annales de Chimie Science des Matériaux*, Vol. 28. N° 5, 2003, pp. 61-83.
- [65]. Fernandez R., Martirena F. and Scrivener K. L., The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and

- montmorillonite, *Cement and Concrete Research*, Vol. 41, N° 1, 2011, pp. 113-122.
- [66]. Elkhadiri I., Diouri A., Boukhari A., Aride J. and F. Puertas, Mechanical behaviour of various mortars made by combined fly ash and limestone in Moroccan Portland, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, No. 10, 2002, pp. 1597-1603.
- [67]. G. Menendez, V. Bonavetti and E.F. Irassar, Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast-furnace slag, *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, 2003, pp.61-67.
- [68]. M. Ghrici, S. Kenai and M. Said-Mansour, Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements , *Cement and Concrete Composites*, Vol. 29, 2007, pp.542-549.
- [69]. Smith I.A., The design of fly ash concretes, *Proceedings of the institute of civil Engineering*, London, 1967, pp.769-700.
- [70]. Babu G. and Rao G.S.N., Early strength behavior of fly ash concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 24, 1994, pp.277-284.
- [71]. Babu G.K. and Prakash P.V.S., Efficiency of silica fume in concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, 1995, pp.1273-1283.
- [72]. Cyr M., Lawrence Ph. et Ringot E., Prise en compte des additions minérales dans le calcul des résistances des mortiers, *Materials and Structures*, Vol. 33, 2000, pp.466-472.
- [73]. Papadakis V.G., Antiohos S. and Tsimas S., Supplementary cementing materials in concrete: Part 2- A fundamental estimation of the efficiency factor, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, 2002, pp.1533-1538.
- [74]. R.C. Sharma, N.K. Join and N.S. Ghosh, Semi-theoretical method for the assessment of reactivity of fly-ash, *Cement and Concrete Research*, Vol. 23, 1993, pp.41-45.
- [75]. Hazzabalaha A. and Wenwel T.H., A strength definition of the water of cement material ratio, *Proceedings of the 5th International Conference on the Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolan in Concrete*, Milwaukee, USA, 1995, pp.417-437.

- [76]. Bijen J. and Selst R. V., Cement equivalence factor for fly-ash, *Cement and Concrete Research*, Vol. 23, N° 5, 1993, pp.1029-1039.
- [77]. Schiessl P. and Hardtl R., Efficiency of fly ash in concrete: evaluation of test results, *Technical Report of Institute Fur Bauforschung*, RWTH, Aachen, 1991.
- [78]. Babu G.K., Rao G.S.N. and Prakash P.V.S., Efficiency of pozzolans in cement composites in concrete, *Concrete 2000*, Dundee, 1993, pp.496-509.
- [79]. Badogiannis E., Papadakis V.G., Chaniotakis E. and Tsvivilis S., Exploitation of poor Greek kaolins : strength development of metrikaolin concrete and evaluation by means of k-value, *Cement and Concrete Research*, Vol. 24, N° 3, 2004, pp.1029-1039.
- [80]. Lawrence Ph., Ringot E. et Charles-Gibergues A., Variation des facteurs d'efficacité caractérisant les additions minérales, *Revue Française de Génie Civil*, Vol. 4, 2000, pp.525-542.
- [81]. Babu G.K. and Rao G.S.N., Efficiency of fly ash in concrete with age, *Cement and Concrete Research*, Vol. 26, 1996, pp.465-474.
- [82]. Babu G. and Kumar S.R.V., Efficiency of GGBS in concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, 2000, pp.1031-1036.
- [83]. Papadakis V.G. and Tsimas S., Supplementary cementing materials in concrete: Part 1- Efficiency and design, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, 2002, pp.1525-1532.
- [84]. Wong H.S. and Abdul RAZAK H., Efficiency of calcined kaolin and silica fume as cement replacement material for strength performance, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, 2005, pp.696-702.
- [85]. Maage M., Efficiency factor for condensed silica fume in concrete, *Proceedings of the 3^h International Conference on the Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolan in Concrete*, Trondheim, Norvege, 1989, pp.783-798.
- [86]. Sellevod E.J. and Radjy F.F., Condensed silica fume in concrete: water demand and strength development, *Proceedings of the 1st International Conference on the Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolan in Concrete*, 1983, pp.677-694.

- [87]. ASTM C 989-94a, Standard specification for ground granulated blast furnace slag for use in concrete and mortars, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.01, 1996.
- [88]. Swamy R.N. and Bouikni A., Some engineering properties of slag: its development, use and future, *ACI Material Journal*, Vol. 87, 1990, pp.210-220.
- [89]. Flood I. and Kartman N., Neural Network in Civil Engineering. I Principals and Understanding, *ASCE J Comput. Civil Eng.*; Vol. 8, N° 3, 1994, pp 345-258.
- [90]. Toll D., Artificial Intelligence Applications in Geotechnical Engineering, *EJGE. Geotechnical Systems Group*, School of Engineering, University of Durham. UK. 1996, 29p
- [91]. Papadrakiakia N., Largos N.D. and Tsompznakis Y., Structural Optimization using Evolution Strategies and Neural Networks, *Journal of Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 156, 1998, pp.309-333.
- [92]. Basma A.A., Barakat S.A. and Al-Oraimi S., Prediction of Cement Degree of Hydration Using Artificial Neural Networks, *ACI Materials Journal*, Vol.96, N°2, 1999, p.167-172.
- [93]. Guang N.H. and Zong W.J., Prediction of Compressive Strength of Concrete by Neural Networks, *Cement and Concrete Research*, 30, 2000, pp.1245-1250.
- [94]. Dias W.P.S. and Pooliyada S.P., Neural Networks for Predicting Properties of Concretes with Admixtures, *Construction and Building Materials*, 15, 2001, pp.371-379.
- [95]. Hecht-Nielsen R., Theory of the Backpropagation Neural Network, *Proc., Int. Joint Conf. On Neural Networks*, IEEE, Washington, D.C., V. I, 1989, pp 593-605.
- [96]. Khatib J.M., Metakaolin concrete at a low water to binder ratio, *Construction and Building Materials*, Vol. 22, 2008, pp. 1691-1700.
- [97]. Poon C. S., Kou S.C. and Lam L., Compressive strength, chloride diffusivity and pore structure of high performance metakaolin and silica fume concrete, *Construction and Building Materials*, Vol. 20, 2006, pp. 858-865.

- [98]. Badogiannis E. and Tsvilis S., Exploitation of poor Greek kaolins: Durability of metakaolin concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 31, 2009, pp. 128-133.

Annexes

Annexe1: Moyenne et Ecart-type des résultats de résistance à la compression des mortiers contenant différentes combinaisons CEM I/MK/FC1

1 jour:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	7.63	7.16	7.36	7.38	0.24
M00F10	7.99	8.27	7.90	8.05	0.19
M10F00	8.10	7.48	7.75	7.78	0.31
M05F05	8.11	8.00	8.14	8.08	0.08
M00F20	6.45	6.17	6.29	6.30	0.14
M05F15	8.21	7.92	8.41	8.18	0.25
M15F05	8.24	8.05	8.34	8.21	0.15
M10F10	7.43	7.14	7.26	7.27	0.14
M20F00	6.77	7.33	6.91	7.00	0.29
M10F20	6.39	6.09	6.30	6.26	0.15
M20F10	5.48	5.41	5.39	5.43	0.05
M30F00	5.10	5.10	5.25	5.15	0.09

3 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	29.79	28.30	27.22	28.43	1.29
M00F10	29.17	26.97	28.38	28.17	1.11
M10F00	29.10	27.38	27.24	27.91	1.03
M05F05	28.73	29.87	27.64	28.75	1.12
M00F20	24.22	24.58	23.83	24.21	0.38
M05F15	25.10	25.52	26.22	25.61	0.57
M15F05	25.69	25.64	26.47	25.93	0.46
M10F10	25.11	25.35	24.96	25.14	0.19
M20F00	25.36	25.52	25.15	25.35	0.19
M10F20	21.50	21.23	22.28	21.67	0.54
M20F10	19.47	20.03	19.97	19.82	0.31
M30F00	18.99	19.09	18.88	19.00	0.10

7 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	40.60	39.49	41.63	40.60	1.07
M00F10	45.90	42.61	45.31	44.61	1.76
M10F00	44.11	42.31	41.40	42.61	1.38
M05F05	44.76	43.67	45.42	44.62	0.88
M00F20	40.85	41.00	40.67	40.84	0.16
M05F15	43.42	45.48	44.64	44.51	1.04
M15F05	45.18	45.33	45.46	45.32	0.14
M10F10	43.82	41.57	40.21	41.87	1.83
M20F00	41.15	40.92	42.38	41.49	0.78
M10F20	38.88	38.73	39.03	38.88	0.15
M20F10	38.73	38.93	39.24	38.96	0.26
M30F00	33.46	33.15	34.11	33.57	0.49

28 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	54.41	52.89	53.24	53.51	0.79
M00F10	50.78	50.03	50.14	50.31	0.40
M10F00	58.33	58.14	58.44	58.30	0.15
M05F05	61.88	59.41	61.72	61.00	1.38
M00F20	48.05	48.11	48.14	48.10	0.05
M05F15	53.20	52.10	54.01	53.10	0.96
M15F05	63.62	64.46	62.66	63.58	0.90
M10F10	63.00	54.66	58.63	58.76	4.17
M20F00	58.16	58.27	58.29	58.24	0.07
M10F20	51.42	52.90	52.14	52.15	0.74
M20F10	59.32	58.18	57.59	58.36	0.88
M30F00	50.57	51.70	49.54	50.60	1.08

90 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	60.14	61.29	58.70	60.04	1.30
M00F10	55.10	56.14	56.24	55.83	0.63
M10F00	63.30	63.04	63.61	63.32	0.28
M05F05	65.28	65.89	65.60	65.59	0.30
M00F20	50.70	50.71	50.77	50.74	0.04
M05F15	56.84	59.50	56.81	57.72	1.54
M15F05	68.00	66.50	67.40	67.30	0.75
M10F10	60.80	61.62	63.10	61.84	1.17
M20F00	59.90	62.15	60.91	61.00	1.13
M10F20	59.75	53.95	56.90	56.87	2.90
M20F10	60.94	63.51	64.94	63.13	2.03
M30F00	57.79	55.67	60.38	57.95	2.36

365 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	66.30	58.22	62.07	62.20	4.04
M00F10	57.51	53.45	51.45	54.13	3.09
M10F00	68.43	67.40	63.36	66.40	2.68
M05F05	66.92	62.85	64.97	64.91	2.04
M00F20	48.21	52.40	51.68	50.76	2.24
M05F15	63.74	53.33	57.19	58.09	5.26
M15F05	69.85	70.96	69.30	70.04	0.85
M10F10	61.37	63.58	66.66	63.87	2.65
M20F00	65.93	63.95	60.75	63.54	2.62
M10F20	56.33	58.89	58.92	58.05	1.48
M20F10	64.93	65.64	67.14	65.90	1.12
M30F00	62.15	61.69	61.45	61.77	0.36

Moyenne et Ecart-type des résultats de résistance à la compression des mortiers contenant différentes combinaisons CEM I/MK/FC2

1 jour:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	7.63	7.16	7.36	7.38	0.24
M00F10	4.55	4.27	5.84	4.89	0.84
M10F00	4.80	4.86	4.96	4.87	0.08
M05F05	4.55	4.27	5.84	4.89	0.84
M00F20	4.07	3.85	3.75	3.89	0.16
M05F15	3.79	3.90	4.12	3.94	0.17
M15F05	3.66	3.49	3.49	3.55	0.10
M10F10	4.34	4.38	4.64	4.45	0.16
M20F00	6.77	7.33	6.91	7.00	0.29
M10F20	3.29	3.14	3.27	3.23	0.08
M20F10	3.49	3.21	3.30	3.33	0.14
M30F00	5.10	5.10	5.25	5.15	0.09

3 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	29.79	28.30	27.22	28.43	1.29
M00F10	25.48	24.15	25.70	25.11	0.84
M10F00	26.66	26.98	29.50	27.71	1.55
M05F05	28.73	29.87	27.64	28.75	1.12
M00F20	24.40	23.30	23.70	23.80	0.56
M05F15	24.62	22.96	22.63	23.40	1.07
M15F05	25.68	23.95	23.85	24.49	1.03
M10F10	25.86	24.82	27.36	26.01	1.28
M20F00	25.36	25.52	25.15	25.35	0.19
M10F20	20.60	20.40	20.20	20.40	0.20
M20F10	21.60	20.00	20.50	20.70	0.82
M30F00	18.99	19.09	18.88	19.00	0.10

7 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	40.60	39.54	41.65	40.60	1.06
M00F10	40.96	40.88	43.35	41.73	1.40
M10F00	44.65	43.35	42.00	43.33	1.33
M05F05	45.62	44.20	44.00	44.61	0.88
M00F20	40.22	38.50	41.00	39.91	1.28
M05F15	49.60	47.50	47.00	48.03	1.38
M15F05	40.58	38.87	40.20	39.89	0.90
M10F10	50.58	51.15	49.56	50.43	0.81
M20F00	41.15	40.92	42.38	41.49	0.78
M10F20	34.22	35.46	34.13	34.60	0.74
M20F10	37.97	37.85	39.13	38.31	0.71
M30F00	33.46	33.15	34.11	33.57	0.49

28 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	54.41	52.89	53.24	53.51	0.79
M00F10	52.94	50.98	52.34	52.09	1.00
M10F00	55.65	56.15	57.64	56.48	1.04
M05F05	61.88	59.41	61.72	61.00	1.38
M00F20	49.09	49.84	49.51	49.48	0.37
M05F15	54.43	52.99	54.26	53.89	0.79
M15F05	58.88	58.50	58.08	58.49	0.40
M10F10	63.17	60.67	60.35	61.40	1.55
M20F00	58.16	58.27	58.29	58.24	0.07
M10F20	56.40	52.06	53.45	53.97	2.21
M20F10	61.23	58.88	60.26	60.13	1.18
M30F00	50.55	51.70	49.54	50.60	1.08

90 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	60.14	61.29	58.70	60.04	1.30
M00F10	57.49	55.40	57.97	56.95	1.37
M10F00	65.29	65.40	59.11	63.27	3.60
M05F05	64.23	66.85	65.65	65.58	1.31
M00F20	50.44	53.37	51.48	51.76	1.49
M05F15	60.17	56.17	58.45	58.27	2.01
M15F05	66.06	58.20	60.21	61.49	4.08
M10F10	66.20	66.25	65.90	66.12	0.19
M20F00	59.90	62.15	60.91	61.00	1.13
M10F20	58.32	56.78	58.85	57.98	1.07
M20F10	67.23	65.96	67.71	66.96	0.90
M30F00	57.79	55.67	60.38	57.95	2.36

365 jours:

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	66.30	58.22	62.07	62.20	4.04
M00F10	57.30	53.45	51.45	54.07	2.97
M10F00	65.64	64.64	64.18	64.82	0.74
M05F05	64.52	65.15	65.08	64.92	0.34
M00F20	48.25	45.65	46.92	46.94	1.30
M05F15	59.00	62.82	60.60	60.81	1.92
M15F05	64.55	63.67	62.81	63.68	0.87
M10F10	64.45	63.62	62.80	63.62	0.83
M20F00	65.37	63.55	61.71	63.54	1.83
M10F20	58.20	58.85	57.48	58.18	0.68
M20F10	63.45	66.25	69.04	66.25	2.80
M30F00	62.15	61.69	61.45	61.77	0.36

Annexe 2: Moyenne et Ecart-type des résultats de résistance à la compression des mortiers pour différents rapports E/L, différents âge et différents teneurs en MK.

E/L=0.45		Combinaison	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecartype
	7 jours	CEM I	56.93	51.03	52.86	53.61	3.02
		10% MK	51.34	53.57	57.18	54.03	2.95
		20% MK	54.40	53.41	57.25	55.02	1.99
	28 jours	CEM I	66.69	62.27	65.91	64.96	2.36
		10% MK	63.93	66.80	69.55	66.76	2.81
		20% MK	61.78	68.35	65.49	65.21	3.29
	90 jours	CEM I	68.91	69.56	66.88	68.45	1.40
		10% MK	72.94	72.64	72.20	72.59	0.37
		20% MK	69.81	71.20	72.51	71.17	1.35
180 jours	CEM I	65.76	64.21	69.20	66.39	2.55	
	10% MK	72.00	70.24	71.10	71.11	0.88	
	20% MK	71.20	70.90	70.20	70.77	0.51	

E/L=0.40		Combinaison	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecartype
	7 jours	CEM I	59.90	60.74	60.34	60.33	0.42
		10% MK	61.50	61.38	62.93	61.94	0.86
		20% MK	62.51	60.82	61.38	61.57	0.86
	28 jours	CEM I	69.21	65.50	67.50	67.40	1.86
		10% MK	67.40	67.98	67.84	67.74	0.30
		20% MK	67.15	66.58	67.00	66.91	0.30
	90 jours	CEM I	73.49	69.60	68.64	70.58	2.57
		10% MK	71.01	71.80	72.55	71.79	0.77
		20% MK	71.39	72.95	71.48	71.94	0.88
	180 jours	CEM I	74.00	72.00	76.10	74.03	2.05
		10% MK	79.53	74.33	75.74	76.53	2.69
20% MK		76.63	79.04	77.52	77.73	1.22	

E/L=0.35		Combinaison	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecartype
	7 jours	CEM I	60.55	60.69	59.82	60.35	0.47
		10% MK	66.49	65.99	63.25	65.24	1.74
		20% MK	67.13	66.24	63.94	65.77	1.65
	28 jours	CEM I	67.50	67.90	68.60	68.00	0.56
		10% MK	70.92	70.80	70.40	70.71	0.27
		20% MK	69.20	69.20	70.20	69.53	0.58
	90 jours	CEM I	73.49	71.00	71.50	72.00	1.32
		10% MK	77.22	72.23	75.95	75.13	2.59
		20% MK	69.29	72.96	76.14	72.80	3.43
	180 jours	CEM I	74.34	77.90	76.56	76.27	1.80
		10% MK	80.50	78.20	80.00	79.57	1.21
20% MK		82.64	84.08	83.40	83.37	0.72	

Annexe 3: Moyenne et Ecart-type des résultats de résistance à la compression des mortiers contenant différentes combinaisons CEM I/MK/FC1 immergés dans une solution de 5% Na₂SO₄

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	59.91	59.49	59.80	59.73	0.22
M00F10	51.10	50.40	50.00	50.50	0.56
M10F00	52.20	52.00	51.69	51.96	0.26
M05F05	56.47	60.59	55.71	57.59	2.63
M15F05	43.21	45.12	49.60	45.98	3.28
M20F00	39.91	37.49	38.80	38.73	1.21
M20F10	61.50	60.76	60.12	60.79	0.69
M30F00	53.10	52.30	51.39	52.26	0.86

Moyenne et Ecart-type des résultats de résistance à la compression des mortiers contenant différentes combinaisons CEM I/MK/FC1 immergés dans une solution de 5% Mg₂SO₄

Mélange	Eprouv. 1	Eprouv. 2	Eprouv. 3	Moyenne	Ecart-Type
M00F00	56.26	53.77	50.56	53.53	2.86
M00F10	52.53	50.50	54.70	52.58	2.10
M10F00	55.97	50.46	53.45	53.29	2.76
M05F05	50.77	51.36	55.48	52.54	2.57
M15F05	52.21	53.71	56.08	54.00	1.95
M20F00	48.23	44.10	44.80	45.71	2.21
M20F10	56.28	55.13	60.59	57.33	2.88
M30F00	56.96	59.12	55.11	57.06	2.01

Annexe 4: Base de données pour la détermination du coefficient d'efficacité par RNAs

S. Wil et al. [20]

Liant	MK (kg/m ³)	Sable (kg/m ³)	Gravier (kg/m ³)	E/C	Sp (%)	T (°C)	Résistance (MPa)				
							1	7	14	28	90
350.2	0	810.4	1200.6	0.45	0.0	20	19.07	50.23	57.10	62.60	72.43
349.7	17.5	809.2	1198.9	0.45	0.6	20	21.50	53.80	58.97	63.50	71.63
349.1	34.9	808.0	1197.0	0.45	1.2	20	22.43	62.30	69.23	71.00	80.07
348.6	52.3	806.8	1195.3	0.45	1.8	20	20.23	64.80	74.67	76.00	83.70
348.1	69.6	805.6	1193.6	0.45	2.4	20	19.33	66.47	75.73	82.47	85.13
347.6	86.9	804.5	1191.8	0.45	3.0	20	15.73	62.50	69.77	73.93	82.23
347.1	104.1	803.3	1190.0	0.45	3.6	20	14.53	60.53	72.33	76.73	81.80

D. D. Vu & al. [34]

Liant	MK (kg)	Sable	Gravier	E/C	Sp (kg)	T (°C)	Résistance (MPa)					
							3	7	28	60	90	180
328	0	655	1300	0.44	4.92	20	29.7	33.9	46.6	52.0	52.1	56.0
295.2	32.8	649	1300	0.44	4.92	20	32.3	44.2	57.5	62.5	67.8	69.5
262.4	65.6	643	1300	0.44	4.92	20	31.0	46.8	60.5	65.3	68.1	70.1
229.6	98.4	637	1300	0.44	4.92	20	26.0	45.9	57.6	62.2	68.4	68.9
501	0	501	1257	0.36	5.01	20	48.1	59.1	68.6	78.6	85.0	90.9
450.9	50.1	493.3	1257	0.36	5.01	20	48.5	59.7	72.6	81.3	83.5	88.5
400.8	100.2	485.6	1257	0.36	5.01	20	43.8	63.1	70.5	80.3	78.3	81.3
350.7	150.3	477.9	1257	0.36	5.01	20	33.9	54.5	62.3	63.9	69.5	71.7
583	0	423	1269	0.32	5.83	20	57.6	66.9	78.9	84.9	90.8	95.9
524.7	58.3	412	1269	0.32	5.83	20	55.7	72.9	86.0	90.8	93.7	96.3
466.4	116.6	401	1269	0.32	5.83	20	43.7	63.1	76.5	80.3	80.0	83.1
408.1	174.9	390	1269	0.32	5.83	20	34.7	51.9	60.7	63.1	71.9	73.8

J.J. Brooks et al.[41]

Ciment (kg)	MK (kg)	Sable (kg/m3)	Gravier (kg/m3)	E/C	Sp (kg)	T (°C)	Résistance (MPa)
							28 j
450	0	675	1125	0.28	13.995	20	87.0
427.5	22.5	675	1125	0.28	13.995	20	91.5
405	45	675	1125	0.28	13.995	20	104.0
382.5	67.5	675	1125	0.28	13.995	20	103.5

H. S. Wong & H. Abdul Razak [83]

Ciment (kg)	MK (kg)	Sable (kg)	Gravier (kg)	E/C	Sp (kg)	T (°C)	Résistance (MPa)						
							1	3	7	28	56	90	180
500	0	720	1050	0.27	9.0	28	39.0	68.0	72.5	84.0	86.5	87.5	90.0
475	25	720	1050	0.27	9.0	28	35.0	67.0	76.5	89.0	95.0	98.0	99.0
450	50	715	1050	0.27	9.0	28	26.5	63.0	80.0	94.0	97.0	100.5	102.0
425	75	710	1050	0.27	9.0	28	26.0	60.5	79.5	94.5	98.0	100.0	100.5
500	0	695	1050	0.30	4.0	28	48.0	63.5	72.0	83.5	84.5	85.5	87.5
475	25	690	1050	0.30	4.0	28	45.5	62.5	76.5	88.5	94.0	96.0	100.5
450	50	685	1050	0.30	4.0	28	41.5	68.0	81.0	93.5	95.0	96.5	100.5
425	75	680	1050	0.30	4.0	28	38.0	60.5	80.0	94.5	96.5	97.5	99.5
500	0	700	1050	0.33	2.5	28	41.0	58.0	62.5	75.0	78.0	79.0	81.5
475	25	695	1050	0.33	2.5	28	35.5	56.0	70.0	78.5	80.5	84.0	86.0
450	50	690	1050	0.33	2.5	28	34.0	59.0	74.0	84.5	87.0	89.0	92.5
425	75	685	1050	0.33	2.5	28	32.0	48.0	70.0	82.0	87.5	87.5	90.5

J.M. Khatib [96]

Ciment (kg/m ³)	MK (kg/m ³)	Sable (kg/m ³)	Gravier (kg/m ³)	E/C	Sp (kg/m ³)	T (°C)	Résistance (MPa)				
							1j	7j	14j	28j	56j
482	0	608	1254	0.30	6.5552	20	28.9	55.3	60.7	66.1	71.3
474	24	629	1298	0.30	6.7728	20	30.6	59.2	67.7	72.5	79.0
470	36	641	1322	0.30	6.8816	20	25.1	62.2	74.4	81.4	85.7
462	60	665	1372	0.30	7.0992	20	28.5	68.6	81.6	85.3	90.4
457	72	678	1398	0.30	7.1994	20	28.6	70.2	83.6	89.7	91.0
447	96	705	14	0.30	7.3848	20	22.8	62.8	78.9	83.2	86.1

C. S. Poon et al. [97]

Ciment (kg)	MK (kg)	Sable (kg)	Gravier (kg)	E/C	Sp **(L/m ³)	T (°C)	Résistance (MPa)			
							3j	7j	28j	90j
500	0	725	1087	0.3	0.5	27	68.5	81.1	96.5	102.5
475	25	721	1087	0.3	0.6	27	73.0	88.2	103.6	112.9
450	50	717	1087	0.3	0.8	27	85.9	99.8	116.8	120.3
400	100	708	1087	0.3	1.0	27	70.8	87.6	99.6	113.8
410	0	662	1081	0.5	-	27	28.6	41.2	52.1	60.4
389.5	20.5	659	1081	0.5	-	27	32.6	45.9	57.1	66.5
369	41	656	1081	0.5	-	27	40.4	55.2	66.2	71.6
328	82	653	1081	0.5	-	27	30.0	43.2	58.4	69.1

E. Badogiannis et al. [98]

	C (kg/m ³)	MKt (kg/m ³)	Sable (kg/m ³)	Gravier (kg/m ³)	E/C	Sp (Kg)	T (°C)	Résistance (MPa)			
								2j	7j	28j	90j
	350	0	720	1200	0.50	0.1995	20	38.1	49.0	55.8	67.0
MK commercialisé	315	35	720	1200	0.50	0.49	20	36.1	54.5	74.0	80.5
	280	70	720	1200	0.50	0.595	20	34.3	57.4	75.6	85.3
Kaolin traité (650°C/3h)	315	35	720	1200	0.50	0.6335	20	42.5	59.4	79.9	91.4
	280	70	720	1200	0.50	1.400	20	34.0	54.5	77.4	86.3



Cimfluid 231

Superplastifiant / Haut Réducteur d'Eau

Le **Cimfluid 231** est un adjuvant non chloré, à base de polynaphtalènes sulfonés, appartenant à la famille des superplastifiants / hauts réducteurs d'eau.

Il est conforme à la norme EN 934-2. De par son action dispersante sur les éléments fins des bétons et des mortiers, le **Cimfluid 231** permet leur fluidification.

Son incorporation aux bétons permet d'obtenir, sans ségrégation, une très forte réduction d'eau qui entraîne une nette amélioration de la compacité du béton.

CARACTERISTIQUES

- Liquide brun foncé
- Masse volumique à 20°C :
1,150 kg/dm³ ± 0,030
- pH : 7,5 ± 1,0
- Extrait sec : 31,5 % ± 1,3 %
(halogène)
- Extrait sec : 32,5 % ± 1,6 %
(NF EN 480-8)
- Na₂O_{équivalent} : ≤ 5,3 %
- Cl⁻ : ≤ 0,10 %
- Température de congélation :
- 4°C environ.
- Viscosité :
 - à 20°C ≈ 22 cP
 - à 5°C ≈ 27 cP
- Effet à la corrosion : PND
- contient des composants uniquement de l'EN 934-1 : 2008 annexe A1.

DOMAINE D'UTILISATION

Le **Cimfluid 231** est adapté aux marchés suivants :

- BPE, notamment pour les bétons pompés, les bétons à hautes performances, les bétons fluides...
- Préfabrication.
- L'effet haut réducteur d'eau permet d'optimiser les cycles d'étuvage.
- Sols industriels et chapes.
- Il favorise leur mise en oeuvre.
- Prédalles en béton précontraint.
- Bétons fermes destinés à la fabrication de pièces manufacturées en démoulage immédiat (tuyaux, regards, bordures, ...).

Le **Cimfluid 231** bénéficie d'un certificat lui permettant d'être utilisé dans les bétons entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine.

MODE D'EMPLOI

L'effet optimal du **Cimfluid 231** sera obtenu en l'incorporant dans le béton après un prémalaxage.

Dans le cas du transport par camion toupie, il est possible d'introduire le **Cimfluid 231** à l'arrivée sur chantier.

Un temps minimum de rotation de la toupie à vitesse maximale doit être respecté.

Pour les bétons à hautes performances, on introduit une partie (1/3) du **Cimfluid 231** dans l'eau de gâchage à la centrale, comme un réducteur d'eau, et l'autre partie (2/3) en fin de malaxage ou sur le chantier, comme un fluidifiant, dans la toupie.

Les dosages sont obligatoirement à définir par des essais préalable.

RESULTATS D'ESSAIS

Essais selon la norme NF EN 934-2, réalisés avec un béton contenant 350 kg de CEM I 42,5 R / CP2 :

Cimfluid 231 : dosage = 1,3 %

Dosage	Eau en L/M ³	Réduction d'eau en %	Résistances en MPa	
			1 jour	28 jours
Témoin	193	/	14,4	38,6
Cimfluid 231 à 1,3%	163	16	20,2	46,6

DOSAGE

Selon l'effet désiré de 0,6 à 3 kg par 100 kg de ciment.

Au dosage maximal, le **Cimfluid 231** peut entraîner un retard de prise importants avec certains ciments.

PRECAUTIONS D'EMPLOI

- Si le **Cimfluid 231** a subi le gel, il doit être entièrement décongelé et réhomogénéisé avant son utilisation.
- Rincer à l'eau en cas de projections.
- Il est recommandé de stocker le **Cimfluid 231** dans un local mis hors gel, à l'abri du soleil et des fortes chaleurs.



Ne supporte pas le gel

SECURITE

- Il est conseillé d'utiliser des lunettes et des gants lors de la manipulation du produit.
- Dans tous les cas, se reporter à la fiche de sécurité de ce produit.

CONDITIONNEMENT

- Vrac
- Cubitainer de 1 000 litres.
- Fûts de 200 litres.
- Tonnelets de 30 litres.

DUREE DE VIE

- Date de péremption : 1 an à compter de sa date de fabrication.

Retrouvez la fiche technique et la fiche de données de sécurité de ce produit sur notre site Internet : <http://www.axim.fr>



Société Nouvelle du Littoral

**SABLE NORMALISE CEN CERTIFIE
CONFORME EN 196-1**

**SABLE NORMALISE ISO
CONFORME ISO 679**

Méthodes d'essais des ciments
Sable pour mesure des résistances mécaniques

1- CARACTERISTIQUES

Le sable normalisé CEN (sable normalisé ISO) est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes garanties de qualité et de régularité.

Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun $1\ 350 \pm 5$ g.

Les livraisons se font à l'unité carton de 20 sachets pesant 27.5 kg et sur palette de 2 à 45 cartons, protégés par une housse en polyéthylène (transport routier) ou en carton renforcé (transport maritime).

2- CONTROLES

La composition granulométrique déterminée par tamisage est conforme aux exigences des normes EN 196-1 (§ 5) et ISO 679 : 2009 (§ 5).

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0.08	99 ± 1
0.16	87 ± 5
0.50	67 ± 5
1.00	33 ± 5
1.60	7 ± 5
2.00	0

Ces analyses sont complétées par des contrôles de masse des sachets, des mesures du taux d'humidité et des contrôles de résistances mécaniques, selon les exigences des normes EN 196-1 (§ 11) et ISO 679 : 2009 (§ 11).

3- CONFORMITE

La conformité à la norme est contrôlée par le L.E.M.V.P. (Laboratoire d'Essais des Matériaux de la Ville de Paris), 4 Avenue du Colonel Henri Rol-Tanguy - 75014 PARIS

Le certificat de conformité à la norme Européenne est délivré par l'AFNOR (Association Française de Normalisation), 11 Rue Francis de Pressensé – 93571 La Plaine Saint Denis Cédex.



Siège Social & Usine : Z.A – BP 9 – 11370 LEUCATE (France)
Tél : 33 (0) 4 68 40 14 05 Fax : 33 (0) 4 68 40 92 72 • Internet : www.s-n-l.fr – e.mail contact@s-n-l.fr

N° 3-11/09-F