

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA1

Faculté de Technologie

Département de Génie Civil

Laboratoire de Géo matériaux et Génie Civil

THESE DE DOCTORAT

Spécialité : Génie Civil

ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA FINESSE DU METAKAOLIN

SUR LES MORTIERS A HAUTES PERFORMNCES

Par

Abderrazak BARKAT

Devant le jury composé de :

Karim EZZIANE	Professeur, Université Hassiba Benbouali – Chlef	Président
Othmane BOUKENDAKDJI	Professeur, Université Yahia Farès – Médéa	Examineur
Farid DEBIEB	Professeur, Université Yahia Farès – Médéa	Examineur
Ammar BOUIKNI	Docteur MCA, Université Saad Dahlab – Blida1	Examineur
Said KENAI	Professeur, Université Saad Dahlab – Blida1	Rapporteur
Belkacem MENADI	Professeur, Université Saad Dahlab – Blida1	Co-Rapporteur
EI-Hadj KADRI	Professeur, Université Cergy Pontoise – France	Invité

Blida, Janvier 2020

ملخص

تتميز الخرسانة ذاتية الرص عن الخرسانة العادية بنسبة تركيزها المرتفع من العناصر الناعمة وبطريقة تحضيرها الخاصة، مما يفسر ارتفاع تكلفتها. إن عملية استخدام الإضافات المعدنية في الخرسانة، الأقل تكلفة من الأسمنت البورتلاندي، تتنامى أكثر فأكثر لأسباب اقتصادية وبيئية. المتاكاولان عبارة عن إضافة ناعمة جدا من الصنف (II) ذو قوة بوزولانية عالية مقارنة مع دخان السيليس ويمكن إستعماله لتحسين قدرات الخرسانة الناضجة. غير أن نشاطه البوزولاني العالي وكفائته على تحسين قدرات الخرسانة يعتمدا على مصدر إنشاؤه وإجراءات تحويله إلى منتج نهائي

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير عوامل التشكيل على خصائص الخرسانة ذاتية الرص، وذلك من خلال تثمين مادة الكاولان لمنطقة الميلية. يتم إدخال الكاولان المفاعل حراريا في الخرسانة بالإستبدال الجزئي للإسمنت البورتلاندي الكلسي. الدراسة سمحت بالتأكد من إمكانية استعمال الطريقة اليابانية المقترحة من طرف أوكامورا والمسماة أيضا "بالطريقة العامة" لإنتاج الخرسانة ذاتية الرص مع بعض التعديلات خاصة في تحديد كمية الرمل، كمية اللدنات الممتازة وكذلك نسبة الماء في الخليط. كان من الضروري في بادئ الأمر تحديد وتثبيت كل المقادير حتى يتسنى لنا دراسة تأثير المتاكاولان في خصائص الخرسانة ذاتية الرص في حالتها المرنة والصلبة.

من وجهة نظر مرونة الإستخدام والحركة (ريولوجيا) أظهرت الدراسة أن نسبة 25 بالمائة من الأستبدال بالمتاكاولان يمكنها أن تنتج خرسانة ذاتية الرص أكثر استقرارا وذات مرونة في الحركة مماثلة لتلك الخاصة بالخرسانة ذات القدرات العالية. بإستخدام الإسمنت البورتلاندي الكلسي ذو الجفاف السريع، يمكن الإحتفاظ بليونة الخليط لمدة 60 دقيقة من بداية الخلط وذلك بوجود مادة اللدنات الممتازة من نوع (بوليكاربوكسيلات). بإستعمال المتاكاولان، حرارة التمييه وعتبة القص تنخفضان بينما مدة الجريان وكذا اللزوجة البلاستيكية ترتفعان. إضافة المتاكاولان إلى الخرسانة ذاتية الرص تفضي إلى أحسن الخصائص في الحالة المرنة، إلى أحسن الخصائص الميكانيكية في المدى الطويل وإلى تقليل المسامية والامتصاص الشعيري.

الكلمات المفتاحية: الإسمنت البورتلاندي الكلسي، كاولان الميلية، المتاكاولان، الخرسانة ذاتية الرص، ريولوجيا، خصائص الحالة الناضجة.

RESUME

Le béton autoplaçant (BAP) se distingue du béton ordinaire principalement par son dosage en éléments fins plus important et par sa procédure de formulation plus particulière, ce qui explique son coût plus élevé. L'emploi d'additions minérales dans le béton, moins coûteuses que le ciment Portland, se développe de plus en plus pour des raisons économiques et également environnementales. Le métakaolin (MK) est une addition ultrafine de type (II) de pouvoir pouzzolanique élevé comparable à la fumée de silice et peut être utilisée pour améliorer les performances des bétons durcis. Toutefois, son activité pouzzolanique élevée et sa capacité d'améliorer les performances des bétons dépendent de son origine et de ses procédés d'élaboration en produit fini.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence des paramètres de formulation sur les propriétés d'un BAP, à travers la valorisation du kaolin d'El-Milia activé thermiquement. Ainsi, le MK produit a été introduit aux mélanges de béton en substitution partielle du ciment Portland au calcaire (PLC) à différents pourcentages. L'étude menée a permis en premier lieu de conclure que l'approche japonaise proposée par OKAMURA et désignée par « la méthode générale » pouvait être utilisée dans la formulation des BAP à la fois avec les matériaux locaux et avec quelques modifications concernant notamment l'optimisation de la teneur en sable, en eau et en superplastifiant. Il s'agissait, au début de fixer tous les paramètres afin de pouvoir étudier l'effet du MK, à activité pouzzolanique moyenne, sur les propriétés des BAP aux deux états, frais et durci.

L'étude expérimentale a montré que du point de vue ouvrabilité et rhéologie, une teneur en MK de 25% peut donner un BAP plus stable et présentant un comportement rhéologique du béton à hautes performances (BHP). Avec le ciment PLC à durcissement rapide, l'ouvrabilité peut être retenue jusqu'à 60 minutes en présence de superplastifiant à base de polycarboxylate. L'incorporation du MK conduit à la fois à une chaleur d'hydratation et à un seuil de cisaillement faibles et à un temps d'écoulement et à une viscosité plastique élevés. Le BAP à base du MK conduit : à des meilleures propriétés à l'état frais, à des meilleures propriétés mécaniques à long terme et à une porosité et une absorption capillaire réduites.

Mots clés : Ciment Portland au calcaire, Kaolin d'El-Milia, Métakaolin, Béton autoplaçant, Rhéologie, Propriétés à l'état durci.

ABSTRACT

Compare to Ordinary Concrete, Self-Compacting Concrete (SCC) is mainly specified by its high fines content and by its more specific mix design procedure, which explains its higher cost. The use of mineral additions in concrete, less expensive than Portland cement, is growing more and more for economic and environmental reasons. Metakaolin (MK) is an ultra-fine addition (type II) with high pozzolanic power comparable to silica fume and can be used to improve the performance of hardened concretes. However, its high pozzolanic activity and its ability to improve the performance of concrete depend on its origin and its processes of manufacture in finished product.

The aim of this work is to study the influence of mix design parameters on the SCC properties, through the use of thermally activated kaolin of El-Milia. Thus, the MK product has been introduced to concrete mixtures by substitution to Portland limestone cement (PLC) at different percentages. The experimental investigations concluded that the Japanese approach proposed by OKAMURA, called also « General Method », could be used with local materials with some modifications concerning especially the optimization of sand, water and superplasticizer content. Initially all parameters were fixed so that we can study the effect of MK, with an average pozzolanic activity, on the properties of both fresh and hardened SCC.

From the workability and rheological points of view, a percentage of 25% of MK gave a more stable SCC with a rheological behavior of high performances concrete (HPC). With fast curing PLC cement, workability retention can reach 60 minutes using a polycarboxylate based superplasticizer. The incorporation of MK leads to both lower heat of hydration and yield stress and higher flow time and plastic viscosity. MK-based SCC leads to better properties in the fresh state, better later mechanical properties and reduced water porosity and capillary water absorption.

Key words: Portland limestone cement, El-Milia kaolin, Metakaolin, Self-Compacting Concrete, Rheology, Hardened properties.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu DIEU miséricordieux qui m'a donné la force et la volonté d'achever ce modeste travail.

Cette thèse est le fruit d'un long travail de nombreuses années et qui n'aurait pu arriver à terme sans l'aide de nombreuses personnes. Je tiens à ce que chacune d'elles sache que je la remercie sincèrement.

J'exprime tout d'abord ma profonde gratitude et mes respectueux remerciements à Mon Directeur de thèse, Monsieur Saïd KENAI, Professeur et Directeur du Laboratoire de Géomatériaux et Génie Civil à l'Université Saad Dahlab de Blida1. La qualité de son encadrement et de ses conseils, sa disponibilité, ses encouragements et ses minutieuses corrections m'ont été précieux pour mener à bien ce travail. Professeur KENAI restera pour moi et pour toujours une référence scientifique et pédagogique de très grande qualité que je demande à encore en profiter durant le restant de ma carrière professionnelle.

Mes sincères remerciements vont à Mon Co-directeur de thèse, Monsieur Belkacem MENADI, Professeur à l'Université de Saad Dahlab de Blida1, de m'avoir guidé et suivi. Je ne saurai oublier son aide efficace lors de la réalisation de la partie expérimentale, sa grande disponibilité, ses encouragements et de la confiance qu'il m'a accordée.

Je suis reconnaissant à Monsieur Karim EZZIANE, Professeur à l'Université de Hassiba Benbouali de Chlef, pour sa gratitude d'avoir accepté de participer et d'être le président du jury de cette thèse.

Je remercie Messieurs Othmane BOUKENDAKDJI et Farid DEBIEB, Professeurs à l'Université Yahia Farès de Médéa et Monsieur Ammar BOUIKNI, Maître de conférences à l'Université Saad Dahlab de Blida1, de me faire l'honneur de participer à mon jury de thèse et d'examiner mon travail.

Ce travail n'aurait pu se finaliser sans la contribution de Monsieur El-Hadj KADRI, Professeur et Directeur adjoint du laboratoire L2MGC à l'Université de Cergy-Pontoise (France). Mes sincères remerciements vont également vers cette personne, pour sa gentillesse, ses conseils, ses orientations pris pour mener à bien ce travail. Je le remercie vivement pour m'avoir accueilli à son laboratoire où j'ai pu réaliser les expériences de microstructure, de rhéologie et de mesures de la chaleur d'hydratation.

Je remercie tous les membres du département de Génie Civil, du Laboratoire de Géomatériaux et Génie Civil de l'Université Saad Dahlab de Blida1, enseignants, chercheurs, techniciens et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Je tiens à remercier vivement le Docteur Walid YAHIAOUI pour son aide inappréciable. Je ne peux pas oublier Monsieur Abdelkader FORTAS, technicien au même laboratoire pour son aide, son dynamisme et sa gentillesse.

En grande partie, ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Recherche de Génie Civil de l'Université Ammar Telidji de Laghouat. A cette occasion je tiens à remercier le Professeur et l'Ex-Directeur du laboratoire de recherche, Monsieur Mohamed Mouldi KHENFER, le Professeur Lakhdar AZZOUZ, le Professeur Akram Salah Eddine BELAIDI et le Maître de conférences Benchâa BENABED pour leurs aides précieuses. Une pensée particulière au mon collègue Monsieur Benharzallah KROBBA et à tous les membres du département de Génie Civil de l'Université Ammar Telidji de Laghouat.

J'exprime également mes remerciements à l'ensemble du personnel du L2MGC pour sa disponibilité et sa gentillesse, en particulier les ingénieurs du laboratoire : Annelise COUSTURE, Lilian CRISTOFOL et Noémie CHAUMONT. Un témoignage particulier au Docteur Hamza SOUALHI pour tout son aide et soutien inestimables et sa grande disponibilité durant notre séjour à Cergy et jusqu'au présent. Je ne saurais oublier son aide inappréciable lors de la réalisation de la partie rhéologique.

Il m'est agréable d'adresser mes sincères remerciements à l'ensemble du personnel de la société SOALKA, particulièrement Messieurs Mohamed NOUIOUA et Fouad OUADJHANI, respectivement Ex et Présent Directeur du Complexe des Kaolins d'El-Milia et l'Ingénieur Bolahbib HAMLAOUI, d'avoir mis à ma disposition les échantillons de kaolin de Tamazert.

Mes chaleureux remerciements vont pareillement à l'ensemble du personnel de la société Ciments Calcia de Nantes (France) et de la société GRANITEX d'Alger de m'avoir fourni respectivement de ciment CEM I 52,5 N et de superplastifiant.

Ce travail n'a pu s'achever sans la contribution précieuse d'ensemble du personnel de différents établissements. J'en saurais gré d'adresser mes vifs remerciements, en particulier à Monsieur Maxime GUERINEAU de l'ICB de l'université de Bourgogne (France), Monsieur Slimane AZZI de la SONATRACH Division Laboratoires de Boumerdès, Monsieur Said du LNHC de Djelfa, Monsieur Abdessamie ZEDAH du LTPS de Tamanrasset, Monsieur Ahmed BELAL, Monsieur Mohand Arezki TEFFAHI, Monsieur Brahim NASRI et Madame Farida du CETIM de Boumerdès.

Une pensée particulière vers mes ex-collègues de l'Université Ziane Achour de Djelfa, mes collègues du Centre Universitaire de Tamnaghasset, Monsieur Noureddine AKACEM, Ex-Directeur du CRAAG (Unité de Tamanrasset) et les amis parentaux :

Monsieur Daniel GILBERT et le regretté Monsieur Marcel VADELL, pour leurs contributions inappréciables.

Un profond respect et ma plus grande gratitude vont vers Monsieur Mohamed Tahar BENTEBBA, Professeur à l'Université Kasdi Merbah de Ouargla, qui a guidé mes premiers pas dans la recherche et m'a fait aimer le domaine de Génie Civil.

Mes plus chaleureux remerciements vont à mes parents dont je dédie cette thèse de doctorat à mon père que j'admire beaucoup et dont le parcours m'a particulièrement inspiré et motivé à me surpasser et à donner le meilleur de moi-même.

Enfin, je n'aurai pas suffisamment de mots pour qualifier la patience et le courage de mon épouse et de mes enfants, qui ont eu à supporter mes longues absences et partager mes soucis. Que toute ma famille et belle famille trouvent ici l'expression de mes plus vifs remerciements pour leur soutien permanent et leur encouragement.

TABLE DES MATIERES

ملخص

RÉSUMÉ

ABSTRACT

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIÈRES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES NOTATIONS ET ABRÉVIATIONS

INTRODUCTION GÉNÉRALE	20
1. AJOUT MÉTAKAOLIN – ÉTAT DE CONNAISSANCES	23
1.1 Ajouts minéraux	23
1.1.1 Généralités	23
1.1.2 Classification des différents ajouts minéraux	24
1.1.3 Types d'ajouts minéraux normalisés	25
1.1.4 Activité des ajouts à caractère pouzzolanique	25
1.1.5 Ajouts pouzzolaniques	26
1.1.6 Classification des ajouts pouzzolaniques	27
1.1.7 Réaction pouzzolanique	27
1.1.8 Conclusion	28
1.2 Kaolin, matière argileuse	29
1.2.1 Définition	29
1.2.2 Formation du kaolin	29
1.2.3 Structure minéralogique de la kaolinite	30
1.2.4 Utilisation du kaolin	33
1.2.5 Conclusion	34
1.3 Métakaolin	34
1.3.1 Définitions	34

1.3.2	Déshydroxylation de la kaolinite	35
1.3.3	Activité thermique et formation du métakaolin	38
1.3.4	Réaction pouzzolanique du métakaolin	40
1.3.5	Différentes applications du métakaolin dans le béton	41
1.3.6	Conclusion	42
2.	BÉTON AUTOPLAÇANT – CONCEPT ET FORMULATION	43
2.1	Généralités	43
2.2	Définitions	44
2.3	Principes de formulation	44
2.3.1	Cahier des charges minimum à l'état frais	44
2.3.2	Particularité de la composition des bétons autoplaçants	46
2.4	Classification des bétons autoplaçants à l'état frais	53
2.5	Propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais	54
2.5.1	Propriétés principales d'ouvrabilité	54
2.5.2	Consistance des bétons autoplaçants	55
2.5.3	Critères d'acceptation des bétons autoplaçants	57
2.6	Méthodes de formulation	58
2.6.1	Principe de formulation	58
2.6.2	Méthode générale	59
2.6.3	Formulation CBI (Suède)	62
2.6.4	Formulation LCPC (France)	63
2.7	Propriétés rhéologiques des bétons autoplaçants	64
2.7.1	Définitions	64
2.7.2	Types de comportements rhéologiques	66
2.7.3	Grandeurs rhéologiques	68
2.7.4	Comportement rhéologique du béton frais	70
2.8	Propriétés des bétons autoplaçants à l'état durci	72
2.8.1	Résistance à la compression	72
2.8.2	Résistance à la traction	75
2.8.3	Module d'élasticité	76
2.8.4	Porosité	77
2.8.5	Absorption capillaire	79
2.8.6	Perméabilité	81
2.9	Conclusion	83

3. MATÉRIAUX UTILISÉS ET CARACTÉRISATION DU MÉTAKAOLIN	84
3.1 Introduction	84
3.2 Matériaux utilisés	84
3.2.1 Ciments	84
3.2.2 Kaolin	85
3.2.3 Métakaolins produits	89
3.2.4 Granulats	92
3.2.5 Eau de gâchage	93
3.2.6 Adjuvant	94
3.3 Caractérisation du kaolin KT2 et du métakaolin MK3	94
3.3.1 Analyse thermogravimétrique et différentielle	95
3.3.2 Analyse minéralogique	98
3.3.3 Granulométrie et analyse des paramètres physiques	105
3.4 Caractérisation du MK3 selon la norme en vigueur	111
3.4.1 Exigences chimiques	111
3.4.2 Exigences physiques et mécaniques	113
3.5 Conclusion	117
4. FORMULATIONS ET PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE	118
4.1 Formulations adoptées	118
4.1.1 Formulation des mortiers	119
4.1.2 Confection des mortiers	122
4.1.3 Formulation des bétons autoplaçants	123
4.1.4 Confection des bétons autoplaçants	124
4.1.5 Conservation des éprouvettes	126
4.2 Caractérisation des mortiers autoplaçants à l'état frais	126
4.2.1 Essai d'étalement au Mini-Cône	126
4.2.2 Essai d'écoulement à l'entonnoir en V (V-funnel test)	127
4.2.3 Essai au rhéomètre à mortier	127
4.2.4 Essai de la chaleur d'hydratation	128
4.3 Caractérisation des bétons autoplaçants à l'état frais	129
4.3.1 Essai d'étalement au Cône d'Abrams (Slump flow test)	130
4.3.2 Essai d'écoulement à l'entonnoir en V (V-funnel test)	132
4.3.3 Essai à la boîte en L (L-Box test)	133
4.3.4 Essai d'écoulement à l'anneau (J-Ring test)	135
4.3.5 Essai de stabilité au tamis (GTM test)	138

4.4	Caractérisation des bétons autoplaçants à l'état durci	140
4.4.1	Essai de résistance à la compression	140
4.4.2	Essai de résistance à la traction par flexion	141
4.4.3	Essai d'auscultation dynamique	142
4.4.4	Essai de porosité et de masse volumique	143
4.4.5	Essai d'absorption capillaire	145
4.5	Récapitulatif du programme des essais réalisés	146
4.5.1	Essais des mortiers autoplaçants à l'état frais	146
4.5.2	Essais des bétons autoplaçants à l'état frais	147
4.5.3	Essais des bétons autoplaçants à l'état durci	148
5.	INFLUENCE DU MÉTAKAOLIN SUR LES PROPRIÉTÉS DES MAP	
	A L'ÉTAT FRAIS	149
5.1	Introduction	149
5.2	Mortier autoplaçant de référence	149
5.2.1	Optimisation du rapport Sable/Mortier (S/M)	149
5.2.2	Optimisation du rapport Eau/Liant (E/L)	152
5.2.3	Optimisation du rapport Superplastifiant/Liant (SP/L)	155
5.3	Mortier autoplaçant à base de métakaolin	156
5.3.1	Effet du métakaolin sur la demande en eau	156
5.3.2	Effet du métakaolin sur le besoin en superplastifiant	158
5.3.3	Relation entre le métakaolin et le superplastifiant	160
5.4	Effet du métakaolin sur la rhéologie des mortiers autoplaçants	162
5.4.1	Effet du métakaolin sur les paramètres rhéologiques	162
5.4.2	Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'étalement	165
5.4.3	Corrélation entre la viscosité et le temps d'écoulement	166
5.5	Effet du métakaolin sur la chaleur d'hydratation des mortiers autoplaçants	167
5.6	Conclusion	172
6.	INFLUENCE DU MÉTAKAOLIN SUR LES PROPRIÉTÉS DES BAP	173
6.1	Introduction	173
6.2	Effet du métakaolin sur l'ouvrabilité des bétons autoplaçants	173
6.2.1	Formulations et propriétés résultantes à l'état frais	173
6.2.2	Capacité de remplissage par l'essai d'étalement au cône d'Abrams	175
6.2.3	Effet du métakaolin sur le ressuage et la ségrégation	178
6.2.4	Capacité de remplissage par l'essai d'entonnoir en V (V-funnel)	180

6.2.5	Effet du métakaolin sur le besoin en agent de viscosité	182
6.2.6	Aptitude à l'écoulement par l'essai de la boîte en L (L-Box test)	184
6.2.7	Aptitude à l'écoulement par l'essai de l'anneau (J-Ring test)	185
6.2.8	Résistance à la ségrégation par l'essai de stabilité au tamis	189
6.3	Effet du métakaolin sur les propriétés des bétons autoplaçants à l'état durci	191
6.3.1	Résistance à la compression	191
6.3.2	Relation entre la résistance en compression et la température initiale	194
6.3.3	Résistance à la traction par flexion	195
6.3.4	Module d'élasticité dynamique	197
6.3.5	Porosité accessible à l'eau	197
6.3.6	Densité	201
6.3.7	Absorption capillaire	202
6.4	Conclusion	204
	CONCLUSION GÉNÉRALE ET RECOMMANDATIONS	205
	RÉFÉRENCES	208
	ANNEXE A – FICHES TECHNIQUES	225
	ANNEXE B – EXEMPLE DE CALCUL DE LA COMPOSITION DU MORTIER	229
	ANNEXE C – EXEMPLE DE CALCUL DE LA COMPOSITION DU BÉTON	230
	ANNEXE D – DONNÉES RELATIVES A L'ESSAI DE LA CHALEUR D'HYDRATATION POUR MORTIER	231

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Catégorie des bétons autoplaçants	53
Tableau 2.2	Propriétés d'ouvrabilité des BAP et méthodes d'essai alternatives	54
Tableau 2.3	Classes de consistance des BAP selon NF EN 206-9	56
Tableau 2.4	Critères d'acceptation d'un béton autoplaçant ($D_{max} \leq 20$ mm)	57
Tableau 2.5	Modèles de courbes d'écoulement non linéaires	67
Tableau 2.6	Propriétés rhéologiques des pâtes, des mortiers et des bétons	72
Tableau 2.7	Résistances à 28 jours pour des éléments standards	76
Tableau 3.1	Composition chimique massique du ciment Portland au calcaire	85
Tableau 3.2	Les différents usages des kaolins	87
Tableau 3.3	L'analyse chimique du kaolin et des métakaolins	91
Tableau 3.4	Caractéristiques physiques du sable et des gravillons	92
Tableau 3.5	Caractéristiques du MEDAFLOW 30	94
Tableau 3.6	Phases minérales cristallisées du KT2 et du MK3	101
Tableau 3.7	Composition minéralogique du KT2 et du MK3	103
Tableau 3.8	Distribution des particules du KT2 et du MK3 en volume cumulé	109
Tableau 3.9	Exigences minimales sur les finesses des métakaolins	114
Tableau 3.10	Demande en eau des métakaolins	115
Tableau 3.11	Exigences minimales sur les indices d'activité à 28 jours	116
Tableau 3.12	Caractéristiques physico-mécaniques du KT2 et du MK3	116
Tableau 4.1	Limites générales de dosages pour les constituants des BAP	124
Tableau 4.2	Classes des BAP selon le domaine d'utilisation	132
Tableau 4.3	Critères de stabilité au tamis	139
Tableau 5.1	Compositions et résultats des essais sur mortiers (E/L = 0,40)	150
Tableau 5.2	Propriétés à l'état frais du mortier M2	153
Tableau 5.3	Compositions et résultats des essais sur mortiers (E/L = 0,42)	154

Tableau 5.4	Propriétés à l'état frais des mortiers M7 et M8	155
Tableau 5.5	Compositions et résultats des mortiers à dosage en SP constant	157
Tableau 5.6	Compositions et résultats des mortiers à dosage en SP variant	159
Tableau 5.7	Propriétés à l'état frais des mortiers binaires adoptés	161
Tableau 5.8	Propriétés rhéologiques des mortiers autoplaçants	162
Tableau 5.9	Compositions et pics des températures des mortiers binaires	168
Tableau 6.1	Compositions des bétons autoplaçants	174
Tableau 6.2	Propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais	175
Tableau 6.3	Résistances mécaniques à 28 jours des BAP	196
Tableau 6.4	Absorption d'eau des mortiers après 28 jours et 14 mois d'âge	199

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Classification des différents ajouts minéraux solides adaptée	24
Figure 1.2	Processus d'hydratation de ciment Portland et de la pouzzolane	28
Figure 1.3	Kaolin (argile blanche) extrait de la montagne en bois, canada	29
Figure 1.4	Structure cristallographique de la kaolinite	31
Figure 1.5	a) morphologie d'une kaolinite bien cristallisée et b) représentations d'une plaquette de kaolinite	32
Figure 1.6	Secteurs d'application du kaolin	33
Figure 1.7	Métakaolin vus au microscope électronique	35
Figure 1.8	Analyse thermique différentielle d'un kaolin	37
Figure 2.1	Phénomène de blocage des granulats au droit d'un obstacle	45
Figure 2.2	Dispersion des granulats par excès de pâte	46
Figure 2.3	Influence de la finesse d'un filler sur le comportement rhéologique	47
Figure 2.4	Action des superplastifiants – Défloculation des grains de ciment	48
Figure 2.5	Influence du dosage en SP sur l'étalement et la viscosité d'un béton	49
Figure 2.6	Influence du couple SP / Agent de viscosité sur un mortier	50
Figure 2.7	Blocage de granulats à travers deux armatures	51
Figure 2.8	Propriétés des BAP à l'état frais pour différentes applications	57
Figure 2.9	Principe général de formulation d'un béton autoplaçant	58
Figure 2.10	Méthode de formulation d'un béton autoplaçant	60
Figure 2.11	Cône pour mesurer l'étalement des mortiers et entonnoir en V pour mesurer le temps d'écoulement des mortiers	60
Figure 2.12	Relation entre les termes Γ_m et R_m pour différents dosages en superplastifiant (S_P/P) et différents rapports volumiques (V_W/V_P)	61
Figure 2.13	Géométries de cisaillement de type Couette	65
Figure 2.14	Les six différents types d'écoulement de la matière	67

Figure 2.15	Schéma du glissement des couches	68
Figure 2.16	Différents types de modèles d'écoulement	69
Figure 2.17	Comportements rhéologiques pour différents types de béton	70
Figure 2.18	Approximation linéaire du modèle de Herschel-Bulkley par le modèle de Bingham	71
Figure 2.19	Evolution de la résistance mécanique d'un BAP et d'un BV	73
Figure 2.20	Résistance mécanique d'un BV et de deux BAP (de formulations différentes)	74
Figure 2.21	Evolution de la résistance en compression des BAP	75
Figure 2.22	Représentation schématique d'un solide poreux	79
Figure 2.23	Résultats d'absorption d'eau par capillarité de trois BAP et deux BV	80
Figure 2.24	Distribution de la taille des pores de pâtes de ciment à divers E/C	82
Figure 2.25	Coefficient de perméabilité à l'oxygène de trois BAP et deux BV	82
Figure 3.1	Situation géographique de Tamazert et de Djebel Debbagh	86
Figure 3.2	Kaolin de Tamazert KT2	89
Figure 3.3	Calcination du kaolin KT2	90
Figure 3.4	a) Kaolin KT2 calciné et b) Kaolin KT2 calciné et broyé	90
Figure 3.5	Courbes granulométriques des granulats utilisés	93
Figure 3.6	Appareil NETZSCH STA 449 F1 Jupiter®	95
Figure 3.7	ATD et ATG du kaolin KT2	96
Figure 3.8	Définition du rapport des pentes maximales (S.R)	97
Figure 3.9	Diffraction des rayons X du kaolin KT2	100
Figure 3.10	Diffraction des rayons X du métakaolin MK3	100
Figure 3.11	Microscope électronique à balayage LEICA S430i	105
Figure 3.12	MEB du kaolin KT2	106
Figure 3.13	MEB du métakaolin MK3	106
Figure 3.14	Diffraction de rayon laser sur les particules	107
Figure 3.15	Granulomètre laser Mastersizer 3000 & accessoire Aero S	108
Figure 3.16	Distribution des particules du KT2 et du MK3 en volume cumulé	109

Figure 3.17	Indice d'activité des métakaolins, à 28 jours, sur éprouvettes normalisées. Effet de la surface spécifique BET, pour des taux de remplacement de ciment entre 10 et 20%	113
Figure 3.18	Demande en eau des métakaolins de différentes origines	114
Figure 4.1	Séquence de malaxage du mortier autoplaçant	123
Figure 4.2	Séquence de malaxage du béton autoplaçant	126
Figure 4.3	Rhéomètre à mortier	127
Figure 4.4	Croisillon et récipient cylindrique du rhéomètre à mortier	128
Figure 4.5	Dispositif expérimental pour la mesure de la Chaleur d'Hydratation	129
Figure 4.6	Dispositif de l'essai d'étalement au cône d'Abrams	130
Figure 4.7	Essai d'étalement au cône d'Abrams	131
Figure 4.8	Ségrégation du béton autoplaçant	131
Figure 4.9	Essai d'écoulement à l'entonnoir en V	133
Figure 4.10	Essai à la boîte en L	134
Figure 4.11	Dimensions de l'anneau et positions pour mesure de différence en hauteur	136
Figure 4.12	Mesure d'étalement en présence de l'anneau (J-Ring)	137
Figure 4.13	Mesure des hauteurs à l'intérieur et à l'extérieur de l'anneau	137
Figure 4.14	Essai de stabilité au tamis	138
Figure 4.15	Mesure du pourcentage de laitance	139
Figure 4.16	Essai de résistance à la compression	140
Figure 4.17	Essai de résistance à la traction par flexion	141
Figure 4.18	Essai d'auscultation dynamique	142
Figure 4.19	Essai de saturation au vide et d'imbibition	143
Figure 4.20	Pesée hydrostatique de l'échantillon	144
Figure 4.21	Essai d'absorption capillaire	145
Figure 4.22	Essais des mortiers autoplaçants à l'état frais.	146
Figure 4.23	Essais des bétons autoplaçants à l'état frais.	147
Figure 4.24	Essais des bétons autoplaçants à l'état durci.	148

Figure 5.1	Étalement et temps d'écoulement du mortier en fonction du SP (E/L = 0,40)	151
Figure 5.2	Ressuage du mortier M5 (SP = 1,6)	152
Figure 5.3	Étalement du mortier M2 a) juste après malaxage b) après 60 minutes du malaxage	153
Figure 5.4	Étalement et temps d'écoulement du mortier en fonction du SP (E/L = 0,42)	154
Figure 5.5	Étalement du mortier M7 a) juste après malaxage b) après 60 minutes du malaxage	156
Figure 5.6	Étalement du mortier M8 a) juste après malaxage b) après 60 minutes du malaxage	156
Figure 5.7	Étalement et temps d'écoulement du mortier binaire à SP constant	158
Figure 5.8	Étalement et temps d'écoulement du mortier binaire à SP variant	160
Figure 5.9	Étalement et temps d'écoulement des mortiers binaires retenus	161
Figure 5.10	Teneur en MK en fonction du dosage en SP	161
Figure 5.11	Effet du MK et du SP sur les paramètres rhéologiques	163
Figure 5.12	Seuil de cisaillement en fonction de l'étalement des MAP	166
Figure 5.13	Viscosité plastique en fonction du temps d'écoulement des MAP	167
Figure 5.14	Variation de la température en fonction de l'âge du mortier	168
Figure 5.15	Chaleur d'hydratation cumulée pendant 24 heures	169
Figure 5.16	Chaleur d'hydratation cumulée pendant 144 heures	170
Figure 5.17	Influence du MK sur le pic de température	171
Figure 5.18	Influence du MK sur le temps nécessaire à atteindre le pic	171
Figure 6.1	Étalement en fonction de la teneur en MK	176
Figure 6.2	Temps d'écoulement t_{500} en fonction de la teneur en MK	177
Figure 6.3	Étalements des BAP a) PLC b) 5MK c) 10MK d) 15MK e) 20MK f) 25MK	179
Figure 6.4	Observation de la répartition des granulats verticalement	180
Figure 6.5	Temps d'écoulement à l'entonnoir en V en fonction du MK	182

Figure 6.6	Rapport H_2/H_1 en fonction de la teneur en MK	184
Figure 6.7	Temps d'écoulement t_{200} et t_{400} en fonction de la teneur en MK	185
Figure 6.8	a) étalement et b) temps d'écoulement t_{500} avec et sans J-Ring en fonction de la teneur en MK	186
Figure 6.9	Différence a) d'étalements et b) de temps d'écoulement t_{500} avec et sans J-Ring en fonction de la teneur en MK	187
Figure 6.10	Résultats de J-Ring avec des étalements restreints identiques	188
Figure 6.11	Différence d'hauteurs « PJ » en fonction de la teneur en MK	189
Figure 6.12	Stabilité au tamis « SR » en fonction de la teneur en MK	190
Figure 6.13	Développement de résistance à la compression des BAP	191
Figure 6.14	Résistances relatives de mortiers binaires (ciment AI – MK)	193
Figure 6.15	Résistance à la compression en fonction de la température maximale	195
Figure 6.16	Résistance à la traction par flexion des BAP	196
Figure 6.17	Module d'élasticité dynamique en fonction de la teneur en MK	197
Figure 6.18	Porosité totale en fonction de la teneur en MK	198
Figure 6.19	Variation de WA en fonction de l'âge du béton avec MK	199
Figure 6.20	Compacité et porosité des BAP	200
Figure 6.21	Masse volumique en fonction de la teneur en MK	201
Figure 6.22	Absorption capillaire des premières 24 heures des BAP à 7 jours de mûrissement	203
Figure 6.23	Absorption capillaire des premières 24 heures des BAP à 90 jours de mûrissement	203

LISTE DES NOTATIONS ET ABREVIATIONS

ACI	: American Concrete Institute
AFGC	: Association Française de Génie Civil
ASTM	: American Standard for Testing Materials
ATD	: Analyse Thermique Différentielle
ATG	: Analyse Thermogravimétrique
BAN	: Béton autonivelant
BAP	: Béton autoplaçant
BET	: Brunauer, Emmett et Teller (théorie de mesure de la surface spécifique)
BFUHP	: Béton de fibres à ultra-hautes performances
BHP	: Béton à hautes performances
BO	: Béton ordinaire
BV	: Béton vibré
C	: Ciment
CH	: Hydroxyde de calcium, de formule chimique $\text{Ca}(\text{OH})_2$
CSA	: Canadian Standards Association
C-S-H	: Silicates de calcium hydratés
DD1	: Kaolin trié et non traité de Djebel Debbagh
DD2	: Kaolin trié et non traité de Djebel Debbagh
DD3	: Kaolin trié et non traité de Djebel Debbagh
Dmax	: Diamètre maximal des particules ou des gravillons
DRX	: Diffraction de Rayons X
DSC	: Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage
E	: Eau
E/C	: Rapport Eau/Ciment
E/L	: Rapport Eau/Liant

E/P	: Rapport Eau/Poudre
EFNARC	: European Federation for Specialist Construction Chemicals and Concrete Systems
F_H	: Pourcentage massique du passant au tamis de 0,063 mm \geq 90%
F_M	: Pourcentage massique du passant au tamis de 0,063 mm \geq 70%
Fill-Box	: Essai de l'écoulement au caisson
GTM	: Grands travaux de Marseille
G/S	: Rapport Gravillon/Sable
J-Ring	: Essai d'écoulement à l'anneau
KT1	: Kaolin trié de Tamazert
KT2	: Kaolin traité de Tamazert
KT3	: Kaolin traité de Tamazert
KT3B	: Kaolin traité et blanchi de Tamazert
L	: Liant
L-Box	: Essai à la boîte en L
L2MGC	: Laboratoire de Mécanique et Matériaux Génie Civil
LCPC	: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
M	: Mortier
MAP	: Mortier autoplaçant
MEB	: Microscopie Electronique à Balayage
MF	: Module de finesse
MK	: Métakaolin
MK2	: Kaolin calciné à 850 °C pendant 2 heures
MK3	: Kaolin calciné à 850 °C pendant 3 heures
MK4	: Kaolin calciné à 850 °C pendant 4 heures
Orimet	: Essai de l'écoulement au tube vertical
PC	: Ciment Portland
PJ	: Classe d'aptitude à l'écoulement (taux de remplissage) pour l'essai d'écoulement à l'anneau (J-Ring)

PL	: Classe d'aptitude à l'écoulement (taux de remplissage) pour l'essai à la boîte en L
PLC	: Ciment Portland au calcaire
RILEM	: Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais de Matériaux
R_b	: Risque de blocage
R_m	: Vitesse relative du mortier
S	: Sable
S/M	: Rapport Sable/Mortier
SCC	: Self-Compacting Concrete
SF	: Classe de consistance par l'essai d'étalement au cône d'Abrams
SOALKA	: Société des Kaolins d'Algérie
SP	: Superplastifiant
SP/L	: Rapport Superplastifiant/Liant en poids (%)
SR	: Classe de résistance à la ségrégation (pourcentage de laitance) lors de l'essai de stabilité au tamis
S.R	: Slope Ratio
t	: Temps d'écoulement à l'entonnoir (en s)
t_{200}	: Temps d'écoulement en secondes du béton le long de 200 mm du bras horizontal de la boîte en L
t_{400}	: Temps d'écoulement en secondes du béton le long de 400 mm du bras horizontal de la boîte en L
t_{500}	: Temps d'écoulement en secondes pour atteindre un étalement de 500 mm au cône d'Abrams
t_v	: Temps d'écoulement en secondes du béton autoplaçant à travers l'entonnoir en V
U-Box	: Essai à la boîte en U
VF	: Classe de viscosité apparente pour l'essai d'écoulement à l'entonnoir en V (V-Funnel)
VS	: Classe de viscosité apparente pour l'essai t_{500}
WA	: Absorption d'eau

- W_H : Rapport des teneurs en eau de deux pâtes normalisées constituées, pour l'une, de 85% de ciment d'essai et de 15% de métakaolin et, pour l'autre, de 100% de ciment d'essai $> 1,15$
- W_M : Rapport des teneurs en eau de deux pâtes normalisées constituées, pour l'une, de 85% de ciment d'essai et de 15% de métakaolin et, pour l'autre, de 100% de ciment d'essai $\leq 1,15$
- V_W/V_P : Rapport de la teneur en eau et de la poudre en volume (%)
- Γ_m : Etalement relatif du mortier

INTRODUCTION GÉNÉRALE

INTRODUCTION GENERALE

Depuis sa première application dans le béton, au début des années 1960, plusieurs recherches sur l'utilisation du métakaolin (MK) comme matière cimentaire supplémentaire ont été menées. Il a été conclu, que le MK est une addition ultrafine de type (II), de pouvoir pouzzolanique élevé comparable à la fumée de silice et peut être utilisée pour améliorer les performances des bétons durcis [1]. Toutefois, son activité pouzzolanique élevée et sa capacité d'améliorer les performances des bétons dépendent de son origine et de ses procédés d'élaboration en produit fini.

Parmi les différentes familles de béton, le béton autoplaçant (BAP) est encore à l'heure actuelle qualifié de « nouveau béton », car son utilisation reste modeste bien qu'il possède un fort potentiel de développement. Ceci peut être dû notamment à son coût plus élevé et sa sensibilité à la fois à la ségrégation et à la fissuration due à un tassement ou un ressuage trop fort. Le BAP, béton très fluide, homogène et stable, se distingue du béton ordinaire principalement par son dosage en éléments fins plus important et par sa procédure de formulation plus particulière, ce qui explique son coût plus élevé.

L'emploi d'additions minérales dans le béton, moins coûteuses que le ciment Portland, se développent de plus en plus pour des raisons économiques et également environnementales. Rappelons que la fabrication d'une tonne de ciment Portland entraîne l'émission d'une tonne équivalente de CO₂. Cependant, la majorité des BAP sont conduites avec des additions minérales telles que les fillers calcaires, les laitiers granulés de haut fourneau, les cendres volantes et la fumée de silice et sont composés, plus particulièrement, de ciment Portland sans additions (CEM I). D'après les différentes littératures consultées, peu des travaux de recherche ont été effectués sur l'emploi du MK comme ajout cimentaire dans la formulation des BAP surtout en présence d'un ciment composé (CEM II) à faible impact environnemental tel que le ciment Portland au calcaire (PLC).

L'objectif du travail de recherche présenté ici est triple. Il s'agit de trois questions relatives à l'incorporation d'un MK, produit d'un kaolin local thermiquement activé, admettant en substitution partielle du ciment PLC dans des BAP :

- Peut-on produire un BAP de son mortier autoplaçant (MAP) ?
- Peut-on produire un BAP performant avec un MK à activité pouzzolanique moyenne ?
- Peut-on produire un BAP à faible impact environnemental ?

Afin de répondre au mieux à ces questions, notre présent travail de recherche se divise en six chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une bibliographie sur les ajouts minéraux, tout en particulier, les ajouts pouzzolaniques, sur les caractéristiques du kaolin, sur la description de ses transformations chimiques lors d'un traitement thermique, sur la caractérisation du MK et sur ses différentes applications dans le béton.

Le deuxième chapitre présente une synthèse bibliographique sur le concept du BAP, ses propriétés rhéologiques, ses propriétés aux deux états, frais et durci et les différentes méthodes de formulation d'un BAP.

Le troisième chapitre est destiné à la caractérisation des différents matériaux utilisés dans la formulation des bétons à étudier, selon les normes et les modes opératoires en vigueur. La microstructure du kaolin et de son MK produit a été caractérisée à l'aide des essais d'identification appropriés.

Le quatrième chapitre est consacré aux caractéristiques des formulations à adopter et à la procédure expérimentale à réaliser dans le cadre de cette étude.

Le cinquième chapitre expose et analyse les résultats des différents essais effectués sur la caractérisation des MAP à l'état frais, de l'effet du MK sur la demande en eau, sur le besoin en superplastifiant (SP), sur les paramètres rhéologiques et sur la chaleur d'hydratation des MAP.

Le sixième chapitre examine et analyse les résultats des essais effectués sur les BAP y afférents aux MAP adoptés pour leurs formulations, par l'étude de l'influence du MK sur les propriétés des BAP aux deux états, frais et durci.

Enfin, une conclusion générale reprend les principaux résultats dégagés lors de cette étude et rapporte les intérêts pratiques qui en découlent. Des recommandations sont également données pour de futurs travaux et en termes de contribution dans la valorisation du kaolin algérien dans le domaine de la construction.

CHAPITRE 1
AJOUT MÉTAKAOLIN
ÉTAT DE CONNAISSANCES

CHAPITRE 1

AJOUT METAKAOLIN – ETAT DE CONNAISSANCES

1. 1 – Ajouts minéraux

1. 1.1 – Généralités

Depuis quelques décennies, avant les années quatre-vingt, le ciment Portland (composé seulement de clinker) était considéré comme le meilleur, sinon le seul, liant hydraulique à incorporer dans le béton et tout particulièrement le béton à haute performance (BHP). Selon les mots de Dutron, « les ciments Portland purs seront considérés comme des ciments spéciaux réservés aux applications requérant des performances exceptionnelles, notamment lorsque les résistances mécaniques sont concernées », d'après [2].

En effet, ces affirmations ne sont plus valables étant donné que plusieurs BHP sont confectionnés à l'aide de ciments avec ajouts. De plus, la durabilité des ciments avec ajouts est aussi bonne, sinon meilleure, que celle des ciments Portland purs [2]. Par ailleurs, la substitution partielle d'une certaine quantité de ciment Portland par un ou plusieurs ajouts cimentaires lorsqu'ils sont disponibles à des prix concurrentiels peut être avantageuse, non seulement du point de vue économique, mais aussi du point de vue rhéologique et parfois du point de vue résistance [3].

Actuellement différents ajouts minéraux sont utilisés dans le béton. Ils sont utilisés en addition ou en remplacement partiel du ciment comme matières cimentaires supplémentaires. Leur usage fournit au béton une matrice plus dense qui sera plus résistante aux produits agressifs tels que les sulfates, les chlorures et les autres agents agressifs. La finesse des ajouts minéraux, leur composition chimique, leur structure (vitreuse ou cristalline) et leur solubilité en milieu alcalin gouvernent leurs propriétés cimentaires dans le béton. Leur contenu en phase amorphe est un facteur clé dans la réactivité des ajouts minéraux [4].

Les produits fins tels que les laitiers granulés de haut fourneau et les cendres volantes sont souvent utilisés en substitution d'une partie du ciment dans le béton. Les ajouts minéraux ultrafins tels que la fumée de silice, le MK et les cendres de balles de riz sont utilisés dans les BHP quand des résistances élevées et/ou une faible porosité sont exigées [4].

1. 1.2 – Classification des différents ajouts minéraux

Le béton est un matériau composite, formé de ciment, d'eau, de granulats (sable et gravillons) et éventuellement d'adjuvants et d'additions, et dont les propriétés se développent par hydratation du ciment [5].

Les ajouts minéraux ou les additions sont, donc, des matériaux autres que l'eau, les granulats et le ciment. Généralement, ce sont des solides finement broyés, mélangés au ciment Portland afin d'améliorer certaines propriétés du mortier ou du béton (la maniabilité à l'état frais, la durabilité et la résistance à l'état durci) grâce à une activité hydraulique et/ou pouzzolanique [6]. Ils sont classés : en actifs, ou en inertes et en naturels, ou en artificiels. La figure 1.1 donne une classification des différents ajouts minéraux solides.

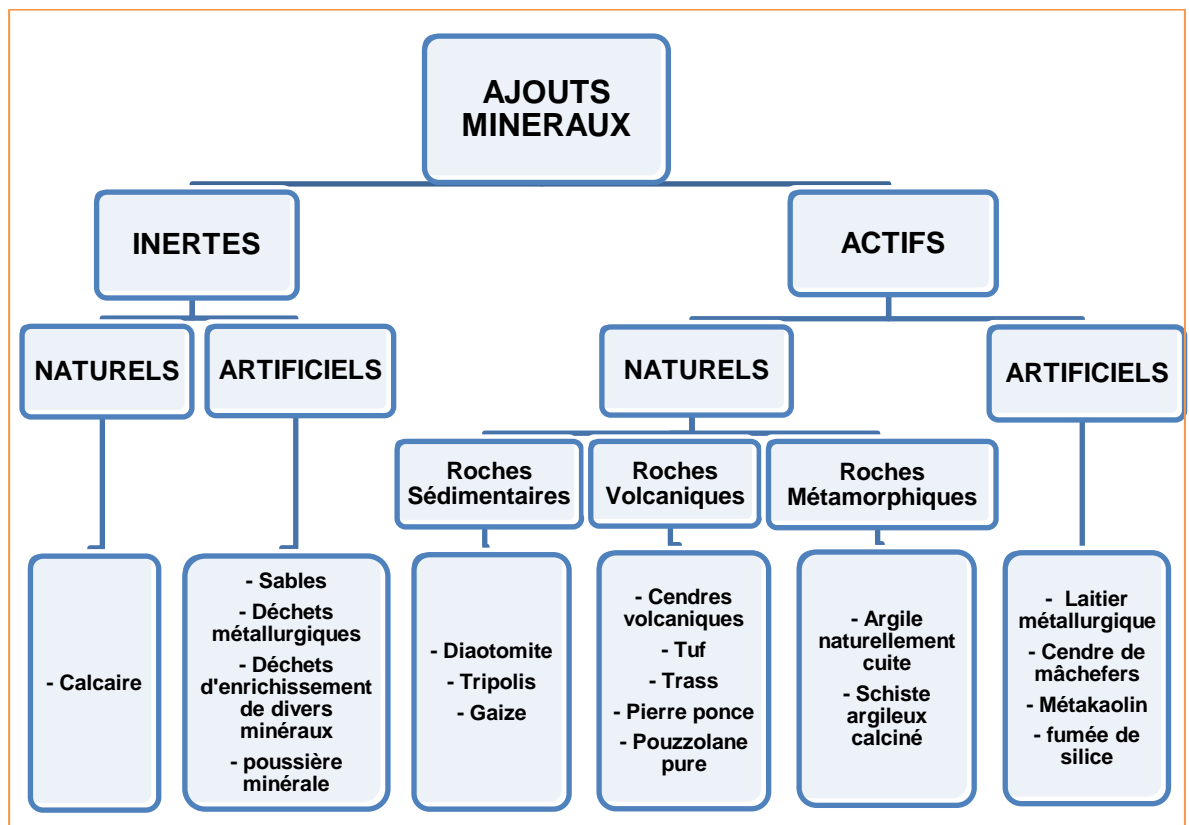


Figure 1.1 – Classification des différents ajouts minéraux solides adaptée de [7].

1. 1.3 – Types d’ajouts minéraux normalisés

Selon Baron [8], pour qu’un mortier ou un béton puisse être dit conforme à une norme, il faut, en principe, que tous ses constituants soient normalisés. La norme européenne NF EN 206-1 [5] définit donc les ajouts (additions) comme des matériaux minéraux finement divisés utilisés dans le béton afin d’améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières. Cette norme propose une distinction entre deux types d’ajouts cimentaires ou d’additions minérales :

□ Les additions de Type (I), quasiment inertes, comme :

- Les fillers, conformément à la norme NF P 18-501 ;
- Les additions calcaires, conformément à la norme NF P 18-508 ;
- Les additions siliceuses, conformément à la norme NF P 18-509.

□ Les additions de Type (II) à caractère pouzzolanique ou hydraulique latent, comme :

- Les cendres volantes siliceuses, conformément à la norme NF P 18-050-1 ;
- Les fumées de silice, conformément à la norme NF P 18-502-1 ;
- Les cendres volantes de houille, conformément à la norme NF P 18-505 ;
- Les laitiers vitrifiés moulus de haut-fourneau de classe B, conformément à la norme NF P 18-506 ;
- Le métakaolin, conformément à la norme NF P 18-513.

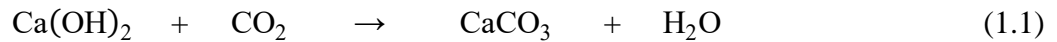
Les additions de type (II) peuvent être prises en compte dans le calcul de la teneur en liant, avec le concept du coefficient k [9]. Par ailleurs, depuis l’apparition de la norme P 18-305 : « Béton – Béton prêt à l’emploi », les additions normalisées sont admises en substitution partielle du ciment Portland dans le matériau béton [10].

1. 1.4 – Activité des ajouts à caractère pouzzolanique

Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) sont à l’origine des principales propriétés de la pâte de ciment durcie, notamment de sa résistance mécanique. Par contre, la chaux libre (portlandite issue de l’hydratation du ciment) par suite de la réaction d’hydratation du C₃S et du C₂S contribue peu à la résistance de la pâte de ciment hydraté. Elle peut même être responsable des problèmes de durabilité puisqu’elle peut être assez facilement lessivée par de l’eau ; ce lessivage augmente alors la porosité de la pâte de ciment, ce qui augmente les possibilités de lessivage et ainsi de suite. La portlandite ou

l'hydroxyde de calcium, de formule chimique Ca(OH)_2 ou (CH) en notation cimentière, est donc l'élément faible du ciment Portland durci pour les raisons suivantes :

- ❑ Elle est soluble dans l'eau pure et dans les acides ;
- ❑ Elle peut se carbonater en se combinant avec le dioxyde de carbone (CO_2) présent dans l'air ambiant et selon l'équation (1.1). La diminution du pH qui en résulte entraîne une dépassivation partielle des armatures dans le béton armé [3, 11, 12] :



L'activité des ajouts minéraux à caractère pouzzolanique ou l'activité pouzzolanique ou la pouzzolanicité est l'aptitude de certains matériaux, dépourvus de propriétés hydrauliques propres, à fixer le CH en présence d'eau pour donner des hydrates ayant des propriétés liantes analogues de ceux du ciment Portland [13].

1. 1.5 – Ajouts pouzzolaniques

Les ajouts minéraux dits « pouzzolaniques » sont des ajouts possédant le pouvoir de fixer la portlandite issue de l'hydratation du ciment pour former des nouveaux C-S-H dits « secondaires ». Les C-S-H « primaires » étant ceux obtenus par hydratation directe du C_3S et C_2S [14, 15]. La réglementation ASTM¹ 618-71 sur le ciment définit une pouzzolane comme un matériau inorganique siliceux ou silico-alumineux, ne possédant pas ou peu de propriétés liantes en lui-même, mais qui, lorsqu'il est finement broyé et en présence d'eau, peut réagir chimiquement avec CH à température et pression ordinaires pour former un liant [13].

Selon la norme européenne NF EN 197-1 [16] d'avril 2012, les matériaux pouzzolaniques ne durcissent pas par eux-mêmes lorsqu'ils sont mélangés avec de l'eau mais, lorsqu'ils sont finement broyés et en présence d'eau, ils réagissent à température ambiante avec l'hydroxyde de calcium dissous, pour former des composés de silicates de calcium et d'aluminates de calcium générateurs de résistances. Ces composés hydratés sont comparables à ceux qui sont formés lors du durcissement des matériaux hydrauliques. Les matériaux pouzzolaniques sont composés donc essentiellement de la silice (SiO_2) réactive et d'alumine (Al_2O_3). La partie restante contient de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et d'autres

¹ American Standard for Testing Materials

oxydes. La proportion de la chaux (CaO) réactive est négligeable pour le durcissement. La teneur en silice (SiO₂) réactive doit être au moins égale à 25 % en masse [16].

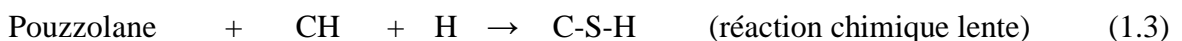
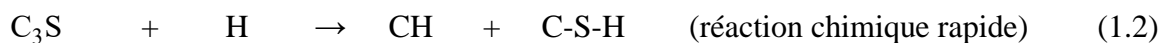
1. 1.6 – Classification des ajouts pouzzolaniques

A l'origine, l'appellation d'une pouzzolane se limitait aux cendres volcaniques qui se forment naturellement (trouvées près de la ville italienne Pozzuoli) ainsi qu'aux argiles calcinées qui peuvent réagir avec la chaux libre, en présence d'eau et à température ambiante. Ce terme a ensuite été élargi pour couvrir d'autres matériaux artificiels ou naturels, silico-alumineux ou siliceux, qui en présence d'eau réagissent avec l'hydroxyde de calcium pour former des composés qui possèdent des propriétés liantes [17, 18].

Les matériaux pouzzolaniques sont donc classés en deux groupes : naturels et artificiels. Les pouzzolanes naturelles proviennent des roches sédimentaires ou bien surtout des roches volcaniques dans lesquelles le constituant amorphe est le verre produit lors du refroidissement suivant la fusion [13, 16]. Les pouzzolanes artificielles les plus couramment utilisées sont les cendres volantes de centrales thermiques, les fumées de silice, la bauxite calcinée, les balles de riz calcinées et les latérites calcinées. Des travaux antérieurs ont montré que les argiles calcinées étaient des pouzzolanes de synthèses réactives [13] et de nos jours sont considérées comme des pouzzolanes naturelles traitées thermiquement [19].

1. 1.7 – Réaction pouzzolanique

On appelle « réaction pouzzolanique » la réaction chimique en solution entre la silice provenant de la dissolution d'une poudre siliceuse ou siliceuse et alumineuse et le CH produit par l'hydratation du ciment ; cette réaction donne du silicate de calcium hydraté (C-S-H) qui précipite. Cependant, cette réaction est lente et se manifeste, pour l'essentiel, après 28 jours, par opposition à la réaction d'hydratation du C₃S, qui est rapide [8, 20]. Les réactions d'hydratation du ciment Portland et des pouzzolanes peuvent se schématiser de la manière suivante [10] :



La figure 1.2 suivante montre le processus d'hydratation de ciment Portland et la réaction de la pouzzolane avec la chaux libre (portlandite) :

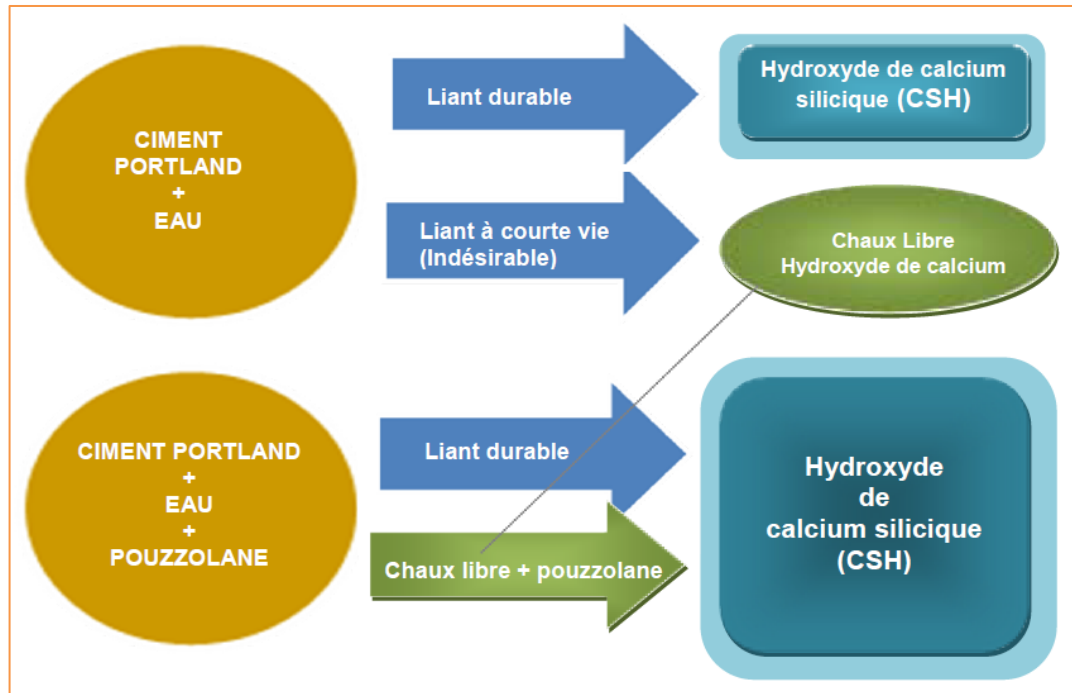


Figure 1.2 – Processus d'hydratation de ciment Portland et de la pouzzolane [21].

On assiste alors à une transformation de l'hydroxyde de calcium (CH) (composant indésirable, peu stable chimiquement et physiquement) en silicates de calcium hydratés relativement stables (C-S-H) [10].

1. 1.8 – Conclusion

Les avantages obtenus par addition d'un ajout minéral ou son remplacement partiel du ciment dans le mortier ou le béton varient en fonction du matériau utilisé. Toutefois, ils possèdent tous un point commun. Ils améliorent la résistance tout en produisant un béton plus durable. Cela provient du fait qu'ils réagissent tous avec un constituant indésirable, l'hydroxyde de calcium (chaux libre), qui est alors transformé en un lien durable supplémentaire [21].

Dans la suite de ce travail, on s'intéresse à l'étude de l'ajout minéral métakaolin, produit d'un kaolin thermiquement activé, admettant en substitution partielle du ciment et comme matière cimentaire supplémentaire dans les mortiers et les bétons autoplaçants.

1. 2 – Kaolin, matière argileuse

1. 2.1 – Définition

Le terme kaolin, d'origine chinoise, vient du mot "Kaoling", signifiant terre des hautes collines, nom d'une colline située à proximité de Yaochao-Fu dans la province de Kiangsi, où cette matière minérale, en général, de couleur blanche (Figure 1.3), qui peut être colorée par les oxy-hydroxydes de fer en jaune, rouge orangée (ocres) ou verte, a été exploitée dans la fabrication des porcelaines chinoises à partir de 210 avant Jésus-Christ [22-25]. Le kaolin donc est une roche argileuse kaolinique presque pure. Chimiquement inerte, elle est utilisée pour donner de la blancheur et de l'éclat dans les céramiques, les peintures et les papiers de haute qualité [26].



Figure 1.3 – Kaolin (argile blanche) extrait de la montagne en bois, Canada [27].

1. 2.2 – Formation du kaolin

Le kaolin est une roche composée essentiellement de kaolinite, résultant de la décomposition des granites et des feldspaths par hydrolyse sous un climat chaud et humide, ou par une action hydrothermale [23, 28]. Suivant leur origine, on distingue deux sortes des kaolins : les kaolins dits « primaires » correspondant à une altération in-situ des granites et les kaolins dits « secondaires » ou « sédimentaires » obtenus après transport et dépôts de kaolins postérieurs au processus de kaolinisation [24, 29].

Les kaolins primaires peuvent avoir un processus d'altération en milieux fermés en profondeur parcourus par des fluides à hautes-températures, il s'agit de l'altération hydrothermale, ou avoir un processus d'altération en milieux ouverts superficiels parcourus par des fluides à la température ambiante, il s'agit de l'altération météorique. En fait, un

même gisement primaire peut subir, suivant les périodes géologiques, différentes étapes de kaolinisation qui relèvent soit de l'altération hydrothermale soit de l'altération superficielle. Au sein du même gisement, on observera différents types de kaolinites ainsi que des textures de roches différentes [29].

Suite à un processus du transport, de la sédimentation et de la diagenèse (évolution post-sédimentation), des modifications profondes auront lieu sur le kaolin primaire en termes de dimension de plaquette, de cristallinité et de texture. Il s'agit des gisements secondaires physicochimiques où le kaolin n'est plus représentatif du gisement primaire dont il est issu mais des conditions de sédimentation et de diagenèse. Si ces modifications sont peu profondes surtout en termes de texture, il s'agit des gisements secondaires détritiques où le kaolin est très caractéristique du gisement primaire dont il est issu [29].

Bien qu'il ne soit pas toujours facile de distinguer un kaolin primaire d'un kaolin secondaire, ce dernier présente, en général, un certain nombre de spécificités [29] :

- ❑ Les kaolins secondaires sont plus riches en kaolinite que les kaolins primaires et présentent une distribution granulaire plus fine. Au cours du transport, des minéraux comme la muscovite et les gros cristaux de quartz qui constituent la fraction grossière du kaolin initial ont été séparés de la fraction la plus fine, kaolinite et quartz très fins.
- ❑ Les kaolinites des gisements secondaires de type physico-chimique ont subi de fortes modifications post-sédimentation qui conduisent, le plus souvent, à des plaquettes de kaolinites de seconde génération submicroniques, mal cristallisées et enrichies en fer structural¹.

1. 2.3 – Structure minéralogique de la kaolinite

Les kaolinites, éléments purs du kaolin, sont des minéraux argileux caractérisés par un empilement constant de plans hexagonaux et de plans compacts formant des feuillets identiques empilés de type 1:1 ou « T – O » : une couche Tétraédrique (superposition d'un plan hexagonal et d'un plan compact) plus une couche Octaédrique (superposition de deux plans compacts). Chaque feuillet de kaolinite est constitué d'une couche de tétraèdres SiO_4 reliés dans un même plan par trois de leurs sommets, associée à

¹ Fer ferrique ou ferreux qui occupe des sites octaédriques de cristallisation. Ce fer par sa valence modifie les paramètres de maille des cristaux et les domaines de cohérence : il induit des cristallisations particulières qui sont des défauts structuraux [31].

une couche octaédrique. Deux sites octaédriques sur trois étant occupés par des atomes d'aluminium : la kaolinite est un phyllo-silicate¹ dioctaédrique. La kaolinite (silicate lamellaire microcristallisé) est donc un minéral constitué des feuillets élémentaires formés de l'empilement d'une couche de tétraèdres de silice et d'une couche d'octaèdres d'hydroxyde d'aluminium avec une épaisseur d'environ 7Å (Figure 1.4) [13, 22, 28, 30].

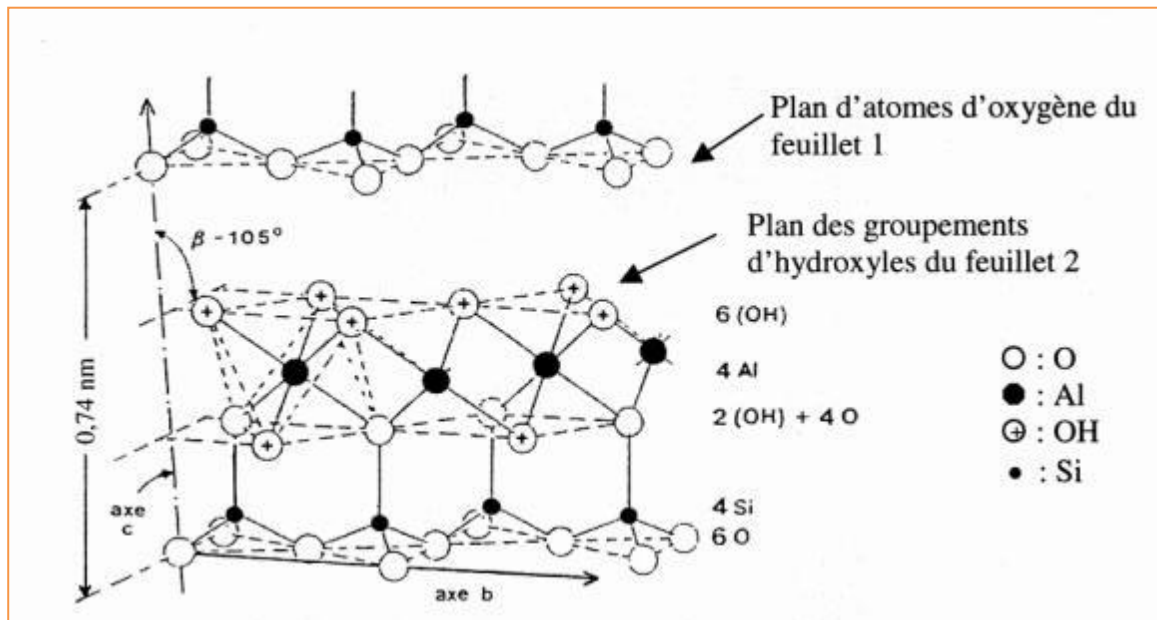


Figure 1.4 – Structure cristallographique de la kaolinite [25, 32].

On peut considérer le feuillet comme un empilement de 5 plans atomiques :

- ❑ Un plan non compact d'atomes d'oxygène communément appelé plan hexagonal ; il constitue la base des tétraèdres SiO_4 ;
- ❑ Un plan d'atomes silicium ;
- ❑ Un plan compact d'atomes d'oxygène et de groupements d'hydroxyles (hydroxyles internes) : ce plan est commun à la couche tétraédrique et à la couche octaédrique ;
- ❑ Un plan d'atomes d'aluminium ;
- ❑ Un plan compact de groupements d'hydroxyles (hydroxyles externes) [13, 32].

Les feuillets successifs sont empilés de sorte que les atomes d'oxygènes d'un feuillet sont situés faces à des groupements d'hydroxyles d'un feuillet voisin. Ainsi des liaisons hydrogènes stabilisent l'empilement [22, 23].

¹ Silicate en feuillets [29]

1. 2.3.1 – Morphologie

La morphologie des cristaux de kaolinite est généralement assez régulière. A l'échelle microscopique, ces cristaux se présentent sous la forme de plaquettes hexagonales (Figure 1.5.a), dont les bases sont délimitées par les faces (001) avec deux séries de surfaces latérales : (110) et (010) (Figure 1.5.b). Les dimensions de ces plaquettes sont variables, souvent allongées et parfois réduites à des losanges, leur diamètre étant compris entre 0,04 et 5 μm et leur épaisseur entre 10 et 200 nm. Cette structure en feuillets confère à la kaolinite ses propriétés d'absorption d'eau et de plasticité [13, 30, 33].

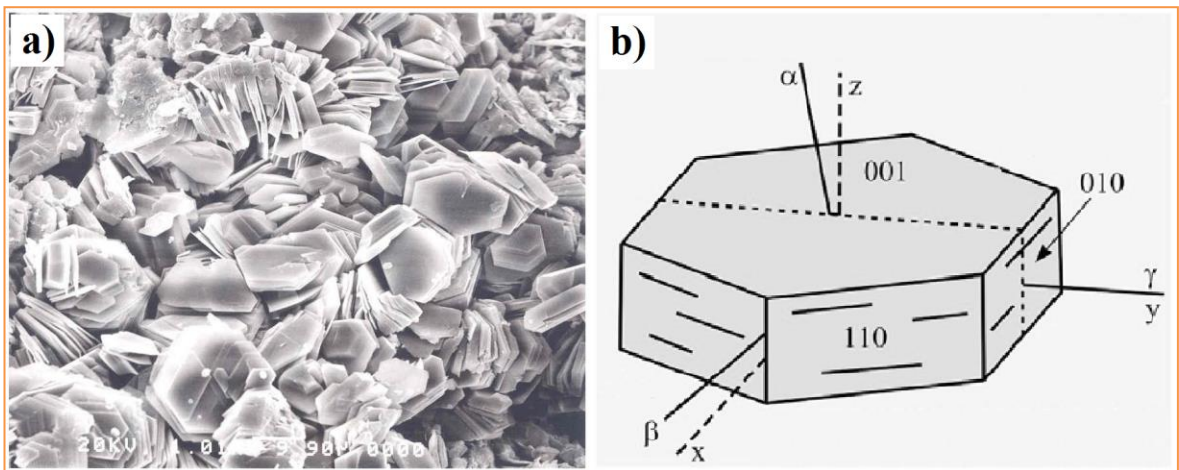


Figure 1.5 – a) morphologie d'une kaolinite bien cristallisée et b) représentations d'une plaquette de kaolinite [33].

1. 2.3.2 – Composition chimique

La kaolinite est un silicate d'aluminium hydraté, de formule structurale théorique $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ qui peut être exprimée sous la forme $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Elle correspond à la composition chimique pondérale de 46,5% de SiO_2 , de 39,5% de Al_2O_3 et 14,0% de H_2O [13, 24, 26, 34]. Les kaolinites naturelles (pures) ou idéales ont une composition chimique généralement constante, cependant, il existe des kaolinites présentant quelques substitutions isomorphiques. On trouve ainsi des kaolinites contenant du fer structural en position octaédrique. Cependant, la proportion de fer reste faible ($\text{Fe}_2\text{O}_3 < 2\%$) au sein des kaolinites naturelles [13].

La kaolinite, minéral principal constituant le kaolin, est souvent associée à d'autres minéraux. La présence de micas, de quartz et d'impuretés diverses en de très faibles proportions (différents oxydes) est systématique. Par ailleurs, les teneurs en oxydes

de fer et de titane qui agissent sur la couleur du produit après cuisson sont également importants [28]. La kaolinite se présente donc sous forme de masses argileuses blanches, plus ou moins friables souvent souillées par des hydroxydes de fer qui se transforment souvent en hématite après traitement thermique, du quartz et des micas [32].

1. 2.4 – Utilisations du kaolin

Les kaolins, en général, ne se trouvent pas purs dans la nature mais le plus souvent on les trouve mélangés avec d'autres minéraux détritiques (quartz, micas, feldspaths, etc.) en quantité variable et quelquefois gênante [35]. Ils forment alors des sables kaolinitiques [32, 36]. Souvent, les kaolins bruts sont directement utilisables à leurs états, mais ils peuvent être également enrichis en kaolinite par élimination de tout ou partie de certains composés par des techniques telles que la lévigation (permettant de séparer les constituants d'une poudre avec un courant liquide) ou l'électro-osmose ou par des méthodes granulométriques [32]. Une fois débarrassé des substances indésirables, le kaolin peut être utilisé comme constituant des papiers fins blancs, comme additif dans les peintures, dans les plastiques, dans les céramiques, dans le caoutchouc [21] et comme composant de produits réfractaires [30]. Il trouve aussi son utilisation dans des applications médicales et cosmétiques [23]. Les différentes applications industrielles du kaolin sont regroupées dans la figure 1.6 suivante :

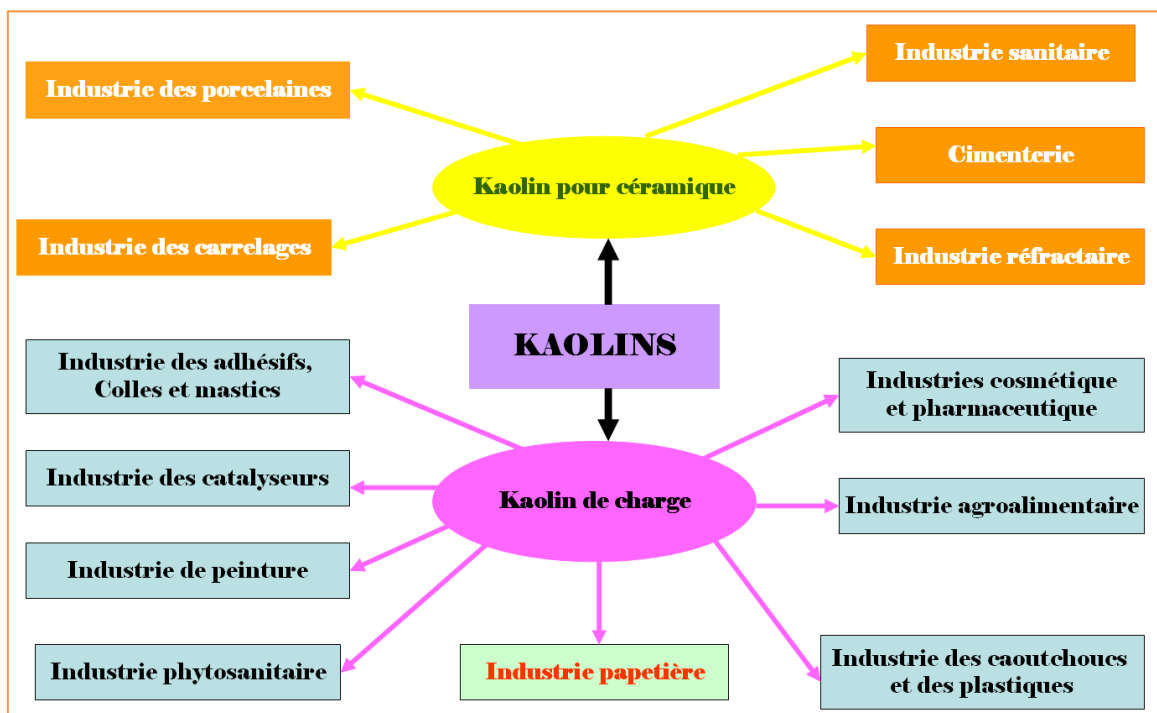


Figure 1.6 – Secteurs d'application du kaolin [37].

1. 2.5 – Conclusion

Le matériau, roche argileuse composée essentiellement de kaolinite, est considéré comme constituant du kaolin lorsque la quantité de kaolinite dans la roche est supérieure à 50% [38]. Selon son origine on trouve des kaolins primaires et des kaolins secondaires dont ces derniers sont plus riches en kaolinite et également plus fins que les kaolins primaires qui sont souvent associés à d'autres minéraux tels que la muscovite et les gros cristaux de quartz. Les kaolins, en général, ne se trouvent donc pas purs dans la nature mais le plus souvent on les trouve mélangés avec d'autres minéraux (quartz, micas, feldspaths, etc.) en quantité variable et quelquefois gênante.

La qualité et les caractéristiques essentielles du kaolin dépendent de son utilisation. Souvent, les kaolins bruts sont directement utilisables à leurs états, mais ils peuvent être également enrichis en kaolinite par élimination de tout ou partie de certains composés. Lorsque le kaolin est traité thermiquement, il est transformé en métakaolin, matériau qui a également des applications industrielles plus précisément dans le domaine de la construction.

1. 3 – Métakaolin

1. 3.1 – Définitions

Le préfixe « méta », sans trait d'union, entre dans la structuration des mots composés à caractère technique. Il est employé dans la limite pour dénoter le « transfert » ou le changement interne (transformation). C'est un emprunt de la signification grecque « après » ou « au-delà ». L'utilisation scientifique du préfixe est employée pour une forme de combinaison dénotant la moins hydratée d'une série [39, 40]. Dans le cas de métakaolin, le changement interne qui a lieu est le transfert du kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) par déshydroxylation en métakaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), dû au départ de l'eau de constitution par l'application de la chaleur (calcination) sur une période définie [40].

La norme française NF P 18-513 [41] d'août 2012 définit le MK comme poudre de grande surface spécifique (ultrafine), obtenue par calcination broyage ou broyage calcination d'une argile composée majoritairement de kaolinite qui est associée à différents minéraux (phyllosilicates, quartz, oxydes de fer) en proportions variables suivant les gisements. Le MK est constitué principalement de particules de silicate d'alumine amorphes ayant des propriétés pouzzolaniques et il est composé essentiellement de silice

SiO_2 et alumine Al_2O_3 réactif [41]. Ces dernières, leurs proportions sont comprises entre 50 et 55% et entre 40 et 45%, respectivement [31]. Le MK est donc un silicate d'alumine déshydroxylé, de composition générale $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2)$ ou AS_2 , obtenu par calcination du kaolin dit primaire, exempt d'impuretés minérales, ou d'argile kaolinique (kaolinite impure, mélangée avec d'autres minéraux). C'est un matériau amorphe, non cristallisé, dont les particules présentent une forme lamellaire (Figure 1.7) [42].

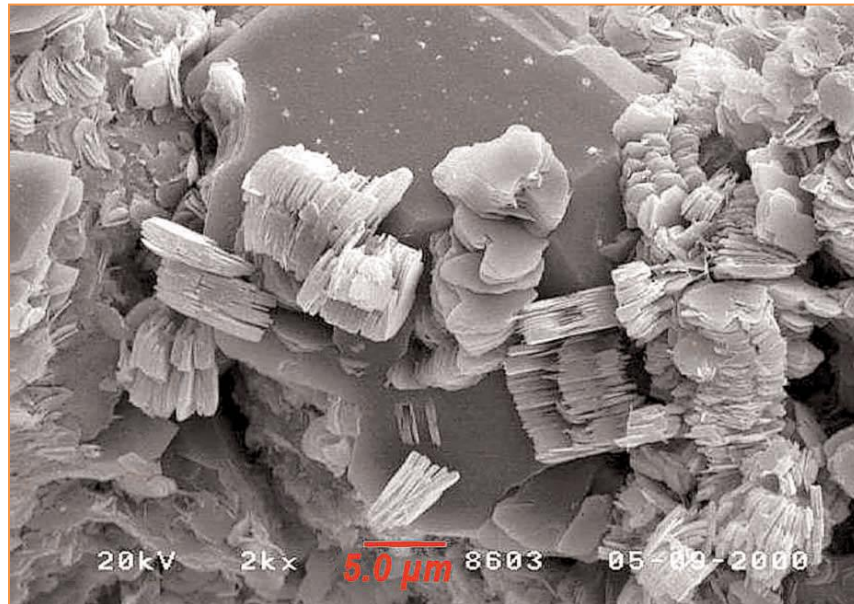


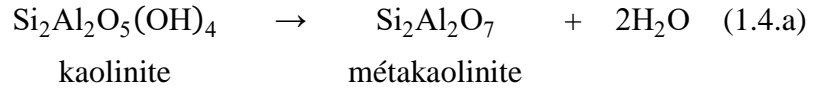
Figure 1.7 – Métakaolin vus au microscope électronique [43].

Les MK peuvent être de couleur blanche et se décliner vers des teintes allant vers le rouge. La couleur rouge plus prononcée vient d'un taux de fer supérieur dans l'argile de départ qui va s'exprimer plus largement lors de son oxydation en cours de calcination. Les deux éléments mineurs principaux d'un métakaolin sont l'oxyde de fer Fe_2O_3 et l'oxyde de titane TiO_2 [43].

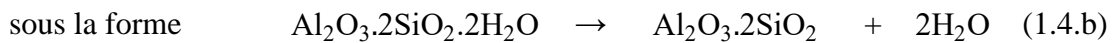
1. 3.2 – Déshydroxylation de la kaolinite

La transformation de la kaolinite est à la base de l'évolution thermique du kaolin par calcination et dure jusqu'à atteindre la température de $1200\text{ }^\circ\text{C}$ [13]. Elle débute par une déshydroxylation endothermique qui entraîne une amorphisation du kaolin vers les $450\text{-}550\text{ }^\circ\text{C}$ [28]. Cette décomposition endothermique s'accompagne d'un phénomène d'effondrement du réseau cristallin de la kaolinite. On passe alors d'une phase

« cristallisée » (la kaolinite), à un système « désordonné » (la métakaolinite) [29] : on obtient du MK. Ce dernier subit, ensuite, une décomposition exothermique aux alentours de 970 °C [28]. La réaction globale de déshydroxylation est en fait une réaction au cours de laquelle les hydroxyles (OH) structuraux sont éliminés de la kaolinite par formation de molécules d'eau. Elle peut être résumée de la façon suivante [44] :



ou bien



L'élimination de molécules d'eau formées et leur migration de l'intérieur des particules vers la surface, se font par un mécanisme de diffusion dans les espaces inter feuilletés et ainsi la formation d'un matériau amorphe appelé métakaolin [22, 28]. La température de décomposition et de formation du MK dépend de l'origine du matériau, des conditions expérimentales et de la pression partielle de vapeur d'eau. Le maintien d'une pression partielle de vapeur d'eau influe sur la déshydroxylation [13, 30].

Le comportement du kaolin (c'est-à-dire sa déshydroxylation) durant une montée en température dépend énormément du degré d'ordre de la kaolinite (ordonnée ou désordonnée) et de la teneur en phase micacée (illite, muscovite ou un autre minéral). Une kaolinite désordonnée (de structure amorphe) se déshydroxyle rapidement et il ne reste presque aucun hydroxyle (OH) résiduel dans la métakaolinite. Par contre, une kaolinite ordonnée (de structure cristalline) se déshydroxyle lentement car la structure a tendance à retenir plus longtemps les derniers hydroxyles [13, 28, 30].

En effet les kaolinites ordonnées se distinguent des kaolinites désordonnées par leur état de cristallinité. Les kaolinites ordonnées présentent une excellente régularité minéralogique dans le réseau cristallin, donc des zones homogènes plus importantes que les kaolinites désordonnées. Il a été rapporté qu'une faible cristallinité entraîne un abaissement dans la température de déshydroxylation de la kaolinite, que la formation à haute température, de la phase de type spinelle est observée avant l'apparition de la mullite dans le cas des kaolinites désordonnées alors que ces phases se forment de façon concurrentielle dans le cas de produits ordonnés [13, 28].

Un des moyens les plus utilisés pour détecter les transformations thermiques d'un matériau est l'Analyse Thermique Différentielle (ATD) qui met en évidence tous les phénomènes s'effectuant avec une variation d'énergie. La kaolinite subit un certain nombre de phénomènes thermiques, au cours d'un chauffage, observables sur une courbe d'analyse thermique différentielle (Figure 1.8). L'analyse thermique différentielle d'un kaolin montre deux pics endothermiques représentant deux pertes de masse, le premier de faible amplitude vers 60°C traduit toujours la perte de l'eau d'hydratation hygroscopique (déshydratation), qui ne modifie pas la structure cristalline de la kaolinite et montre le caractère hydrophile. Le second pic observé est de grande amplitude vers 550°C est distinctif de la déshydroxylation et serait dû aux pertes des hydroxyles (OH) constitutionnels. Il s'agit du départ de l'eau de constitution, suivant un mécanisme de diffusion et de la formation du MK.

Les pics de nature exothermique, l'un devenant aigu et intense observé vers 1000°C, soit généralement suivi de la cristallisation d'une phase de structure spinelle, certains auteurs ont observé la formation concurrentielle de mullite, dite primaire [25]. Les deux autres faibles et larges observés aux alentours de 1100 et 1200°C, généralement attribués à la formation de mullite : la métakaolinite subit un réarrangement structural (recristallisation) et elle se transforme en mullite. Cette dernière dite mullite secondaire ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) se forme à plus basse température quand le kaolin de départ contient des nodules ferriques localisés sur la surface des plaquettes de kaolinite [25].

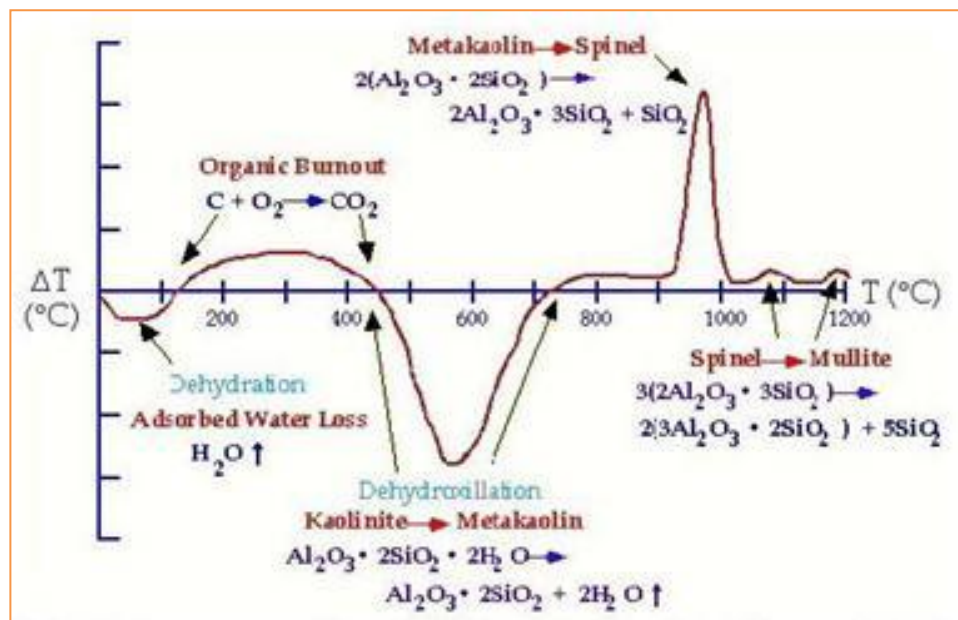
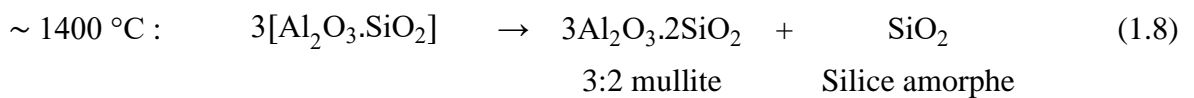
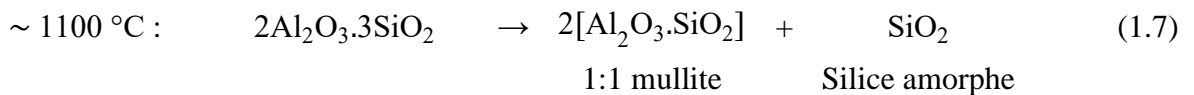
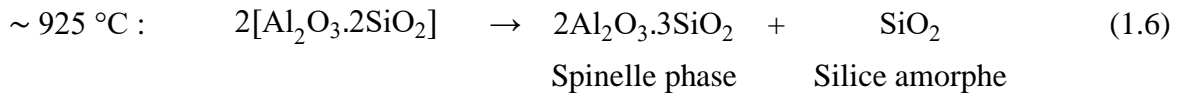
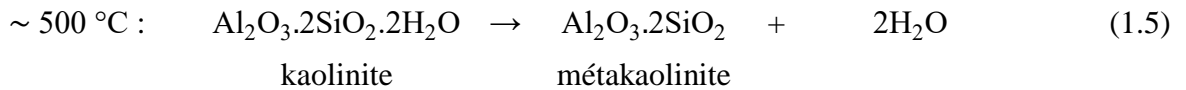


Figure 1.8 – Analyse thermique différentielle d'un kaolin [45].

Les transformations thermiques du kaolin peuvent être résumées de la façon suivante [34] :



1. 3.3 – Activité thermique et formation du métakaolin

La calcination est un traitement thermique sur des corps solides, effectué en présence d'air. Elle est utilisée en métallurgie pour transformer les métaux en oxydes ou pour la transformation du calcaire en chaux, pour la fabrication du ciment portland [13].

Le kaolin, en dehors du traitement thermique, n'est pas assez réactif pour être exécuté comme matériau pouzzolanique. A la température normale, la kaolinite existe sous une forme cristalline stable et ne réagira pas chimiquement avec du CH pour former un liant. L'objectif de la calcination est de le rendre pouzzolanique par déshydroxylation, qui apparaît à partir de 550 à 600 °C pour la kaolinite chauffée à vitesse normale. Le solide résultant du kaolin thermiquement activé est le MK : c'est la phase la plus réactive de la série des transformations thermiques de la kaolinite [13, 24, 46, 47].

Deux types de calcination sont employés industriellement pour obtenir le MK. Calcination dans des unités de production à fours rotatifs, à plateaux ou calcination dite « flash » [41].

Dans la calcination lente industrielle, le plateau isotherme de température dure en général, plusieurs heures. La déshydroxylation est complète après avoir mené lentement l'échantillon à une température suffisamment haute (entre 600 et 1100 °C) pendant une durée suffisamment longue (voire plusieurs heures). La métakaolinite résultante a une densité absolue d'environ 2,74 g/cm³. Toutefois, surchauffer de la kaolinite forme ensuite

de la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), produit indésirable en raison d'une absence de réactivité vis-à-vis de l'hydroxyde de calcium. Pour la calcination lente, le cru est préalablement calciné puis broyé très finement ($D_{\text{max}} = 20 \mu\text{m}$), ce qui nécessite plus d'énergie [13, 46].

La calcination flash est une calcination très rapide d'un solide, généralement sous forme fine en suspension dans un gaz. Le chauffage et le refroidissement sont de l'ordre de quelques dixièmes de secondes jusqu'à quelques secondes. Bien que la plupart des transformations chimiques et physiques aient une cinétique rapide à haute température, le temps très court de calcination mène à des transformations qui peuvent partiellement ne pas être achevées. Les changements sont cinétiquement arrêtés et les produits incomplètement déshydroxylés si le temps d'exposition est trop court. Les propriétés des solides préparés sous ces procédés de calcination dits « flash » sont différentes de celle de matériaux traités dans des conditions de calcination lente où l'équilibre chimique et physique a pu être atteint. Pour la méthode « flash », le cru est broyé finement ($D_{\text{max}} = 80 \mu\text{m}$) puis la poudre est propulsée près de la flamme du calcinateur [13, 46].

Murat et Bachiorrini ont évalué la pouzzolanité des métakaolinites en mesurant la résistance à la compression de liant mixte chaux-métakaolin, suite à la calcination des kaolins suivant différents procédés afin de synthétiser la métakaolinite. Ils ont conclu que le meilleur procédé de calcination est celui effectué dans un four à lit fixe et la température optimum de calcination est $732 \text{ }^\circ\text{C}$ [29].

Poon et al. [48], ont indiqué que le MK est un matériel thermiquement activé d'aluminosilicate obtenu en calcinant l'argile de kaolin à une température ambiante comprise entre $700 \text{ }^\circ\text{C}$ et $850 \text{ }^\circ\text{C}$. Sabir et al. [49], ont rapporté que l'activité thermique en air entre $600 \text{ }^\circ\text{C}$ et $900 \text{ }^\circ\text{C}$, par déshydroxylation, s'accompagne de la déstructuration complète ou partielle de réseau cristallin initial d'argile riche en kaolinite et produisant une phase de transition amorphe (métakaolinite) avec une réactivité élevée vis-à-vis de l'hydroxyde de calcium. Perlot et Rougeau [31], ont rapporté également que les MK sont obtenus par calcination d'argile kaolinique à des températures comprises entre $600 \text{ }^\circ\text{C}$ et $900 \text{ }^\circ\text{C}$ suivant le degré de pureté en kaolinite et que la durée du traitement thermique utilisée est couramment de cinq heures.

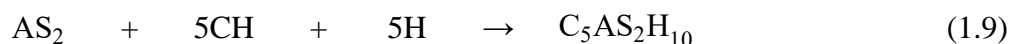
Said-Mansour et al. [50], ont trouvé que la calcination à une température de $850 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant une durée de 3 heures transforme le kaolin d'EL-Milia (Algérie) en un matériau amorphe à réactivité pouzzolanique plus élevée. Selon la norme française

NF P 18-513 [41], « les températures de calcination sont comprises entre 600 °C et 850 °C suivant le degré d'ordre de la kaolinite. Il se produit une réaction de déshydroxylation du matériau avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une nature amorphe du matériau », qui lui confère un pouvoir pouzzolanique élevé [51]. Rashad [34], a conclu, dans sa recherche générale sur le MK, que la température optimale, pour que l'argile de kaolin produit du MK, peut être dans la gamme de 600 °C à 850 °C pour une durée de 1 heure à 12 heures de calcination. La température au-delà de 850 °C est considérée pour provoquer la cristallisation de la MK avec une diminution de réactivité. Enfin, ces différences de température de calcination peuvent être liées à la composition chimique du MK [34], au degré d'ordre de kaolinite (ordonnée ou désordonnée) [41] et que le protocole de calcination peut entraîner différentes propriétés pour le MK, comme des différences de coordinations entre atomes d'aluminium et de silicium, des variations de surfaces spécifiques ou de distribution en taille de particules [52].

1. 3.4 – Réaction pouzzolanique du métakaolin

La kaolinite dont est issu le MK est un minéral de type argileux qui n'est pas assez réactif composé de feuillets à deux couches : une couche de silice et une couche d'alumine reliées entre elles par des molécules d'eau ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Lors du traitement thermique, l'eau de constitution est éliminée par déshydroxylation et le kaolin calciné ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) devient « actif ». Les feuillets sont éclatés, la silice et l'alumine deviennent solubles et peuvent réagir avec les ions calcium.

Mélangé au ciment, le métakaolin possède une très bonne activité pouzzolanique. Sa réaction pouzzolanique est une réaction dissolution – précipitation qui se produit en milieu aqueux entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution du métakaolin (AS_2), et l'hydroxyde de calcium (CH) issu de l'hydratation du ciment [28, 46]. Cette réaction donne des C-S-H qui précipitent et des aluminates de calcium hydratés. La stœchiométrie de la réaction pouzzolanique est donnée par l'équation 1.9 [46] :



où $\text{C}_5\text{AS}_2\text{H}_{10}$ est une composition moyenne représentant un mélange de C-S-H (silicate de calcium hydraté dit secondaire), C_4AH_{13} (aluminate tétracalcique hydraté), C_3AH_6 (hydrogrenat), et C_2ASH_8 (straetlingite ou gehlénite hydratée) [46, 53]. Ces

composants sont des principaux produits d'hydratation à la température normale (20°C) [13, 54] et les équations chimiques de la réaction pouzzolanique peuvent être exprimées comme suit [44, 54, 55] :



Ces produits néoformés à partir de la portlandite (CH) sont particulièrement denses. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à réduire la présence de chaux libre (portlandite) dans le matériau, à une densification de la matrice cimentaire [43, 46] et à accroître de manière significative les performances mécaniques et les propriétés de durabilité des produits façonnés : résistance aux attaques chimiques extérieures au cours du temps, sulfatation, chlorure, carbonatation etc. La limitation et le contrôle des efflorescences est aussi une des propriétés premières du MK. En consommant la portlandite du ciment, il la rend indisponible aux phénomènes de transfert responsable des efflorescences [43]. En outre, les réactions pouzzolaniques sont ainsi accélérées lorsque la température ambiante est augmentée [47].

1. 3.5 – Différentes applications du métakaolin dans le béton

L'utilisation du métakaolin comme un mélange minéral pour le ciment et le béton est une pratique bien connue depuis un bon nombre d'années. Il a été utilisé pour la première fois, antérieure à 1963, dans le béton du barrage Jupia au Brésil et est apparu sur le marché de l'Amérique du Nord au milieu des années 1980 [21, 44]. Aujourd'hui, c'est un additif reconnu qui a fait ses preuves dans toutes sortes d'applications de béton. Il est reconnu dans certaines parties du monde par les organismes de normalisation la CSA¹ et l'ASTM [21] et n'a été normalisé en Europe qu'en mars 2010 par l'apparition de la norme française NF P 18-513, comme première norme en Europe sur ce type de matériau [51].

L'addition de MK peut être réalisée dans tous les types de bétons et pour tous types d'application : bétons blancs ou pigments (pour les MK blancs), BHP, bétons de fibres à ultra-hautes performances (BFUHP) et BAP où le MK participe activement à la

¹ Canadian Standards Association

constitution et à l'homogénéité de la pâte (anti-ségrégant), du fait de sa texture, etc. Leur finesse permet d'obtenir des parements plus lisses (effet esthétique) et plus fermés (effet durable). Ils sont ainsi le complément idéal des ciments blancs dans les bétons architectoniques. Les MK retrouvent aussi leur application dans les mortiers et les enduits à base de ciment ou de chaux (mortiers colles et/ou de parement). Dans les composites ciments verre (CCV), les MK s'avèrent très performants en termes de résistance et de durabilité puisqu'ils assurent en outre la protection chimique des fibres de verres [43].

1. 3.6 – Conclusion

Le MK est un additif pouzzolanique ou hydraulique latent, incorporé dans le béton pour améliorer ses propriétés mécaniques et sa durabilité ou pour lui conférer des propriétés particulières selon la norme NF EN 206-1 [43, 47]. En outre, de nombreuses années de recherche et d'essais pratiques ont démontré que le métakaolin a un pouvoir pouzzolanique élevé. Il peut être utilisé pour améliorer les performances des bétons durcis [1] et contribue surtout au renforcement mécanique des bétons [43]. Toutefois, son activité pouzzolanique élevée et sa capacité d'améliorer les performances des bétons dépendent de son origine et de ses procédés d'élaboration en produit fini.

Par ailleurs, sa réaction pouzzolanique est influencée par plusieurs facteurs tels que [44, 46, 47] :

- ❑ Les caractéristiques chimiques du MK : composition chimique, composition minéralogie, degré de cristallinité ;
- ❑ La pureté et la teneur initiale du kaolin ;
- ❑ Le processus thermique d'obtention (température de calcination, durée, processus) ;
- ❑ Le processus post calcination (broyage, désagglomération, tamisage, etc.) ;
- ❑ La morphologie des particules de MK (forme, degré d'agglomération, porosité intergranulaire, etc.) ;
- ❑ Les caractéristiques du ciment utilisé au travers de la production de CH formé.

CHAPITRE 2

BÉTON AUTOPLAÇANT

CONCEPT ET FORMULATION

CHAPITRE 2

BETON AUTOPLAÇANT – CONCEPT ET FORMULATION

2. 1 – Généralités

L'idée des bétons autoplaçants (BAP) ou Self-Compacting Concrete (SCC) en anglo-saxon a été lancée vers le milieu des années 1980 par les chercheurs de l'université de Tokyo, puis a été reprise rapidement par les grandes compagnies industrielles japonaises (Taisei, Kajima, Obayashi, etc.) pour des projets d'envergure [56]. Au début des années 80, plus précisément en 1983, le Japon a connu un gros problème de durabilité du béton. Ce problème a été apparu suite à un mauvais compactage du béton, qui est dû à la réduction progressive du nombre de la main d'œuvre qualifiée pouvant assurer cette tâche. La solution consiste donc à chercher un béton durable qui se met en place sans vibration ni compactage. Quelques années après (en 1986), Okamura a proposé de produire un BAP. Cette proposition a été concrétisée, grâce aux travaux d'Ozawa et Maekawa de l'université de Tokyo, par le premier prototype du BAP qui a été complété en 1988, par l'utilisation des matériaux déjà sur le marché [57]. A partir de cette date, l'utilisation du BAP a connu un essor important au Japon et s'est progressivement élargi dans plusieurs pays du monde suite à sa qualité autoplaçante qui confère plusieurs avantages par rapport au béton ordinaire [58] :

- Réduction du temps de bétonnage, ainsi que la période de construction ;
- Bétonnage en milieux confinés et où la compaction par vibration est difficile ;
- Elimination des nuisances sonores, dues à la vibration, dans et au voisinage des chantiers.

Cependant, ces avantages s'accompagnent toujours de certains inconvénients :

- Augmentation du coût des matières premières (additions, adjuvants) ;
- Modifications des outils de fabrication (outils de mise en place) [59].

Toutefois, depuis leur mise en place au Japon pour faire face aux exigences grandissantes en termes de qualité et d'uniformité du béton, les BAP continuent à permettre de produire des structures homogènes, à temps record, répondant aux critères de durabilité des ouvrages de plus en plus complexes.

2. 2 – Définitions

La norme européenne NF EN 206-9 [60], définit le BAP comme un « béton qui s'écoule et se compacte par seul effet gravitaire, capable de remplir le coffrage avec son ferrailage, ses gaines, réservations, etc., tout en conservant son homogénéité ». Selon EFNARC¹ [61], le BAP est un béton qui peut s'écouler sous son propre poids et remplir complètement le coffrage, même en présence du ferrailage, sans besoin de vibration, tout en conservant son homogénéité. Ce béton est donc très fluide, qui se met en place et se serre sous le seul effet de la gravité sans apport de vibration interne ou externe, même dans des coffrages très ferrillés, tout en donnant un produit final homogène et stable [56, 62].

Le BAP est d'habitude décliné en deux familles d'applications. La première désigne sous l'appellation « béton autoplaçant », ou BAP, les bétons destinés aux applications verticales et éléments massifs (voiles, poutres, piles, etc.). La seconde emploie le terme « béton autonivelant », ou BAN (moins visqueux et plus robustes), pour désigner les bétons destinés aux applications horizontales (dalles) [63]. Cependant, selon Sedran [56], la seule différence entre les deux appellations est que les québécois utilisent le terme « béton autoplaçant » au lieu de « béton autonivelant », terme utilisé en France. Dans la continuité de ce travail on utilise le terme « Béton Autoplaçant » (BAP), l'appellation la plus usuelle dans le domaine de construction.

2. 3 – Principes de formulation

2. 3.1 – Cahier des charges minimum à l'état frais

La spécificité des bétons autoplaçants réside essentiellement dans leurs propriétés à l'état frais :

- Un BAP doit s'écouler naturellement sous son poids propre, et avec un débit suffisant. C'est-à-dire avoir dans la pratique un étalement et une vitesse d'étalement importants [59, 64].

¹ European Federation for Specialist Construction Chemicals and Concrete Systems

- ❑ Un BAP doit aussi pouvoir s'écouler, sans vibration, au travers de zones confinées (dans un coffrage très ferrailé, au droit d'un diaphragme, etc.) et une grande fluidité du béton n'est pas une condition suffisante pour cela. En effet, lors de l'écoulement d'un béton fluide au droit d'un obstacle, les gravillons cisailent le mortier et ont tendance à venir en contact les uns avec les autres si ce dernier n'est pas suffisamment résistant au cisaillement (Figure 2.1). Des voûtes peuvent ainsi se former par contacts solides, se colmater avec des parties fines, et interrompre l'écoulement. Il faut donc qu'un BAP ait une bonne résistance à la ségrégation, en phase d'écoulement (ségrégation dynamique) dans une zone confinée, pour rester homogène [56, 64].

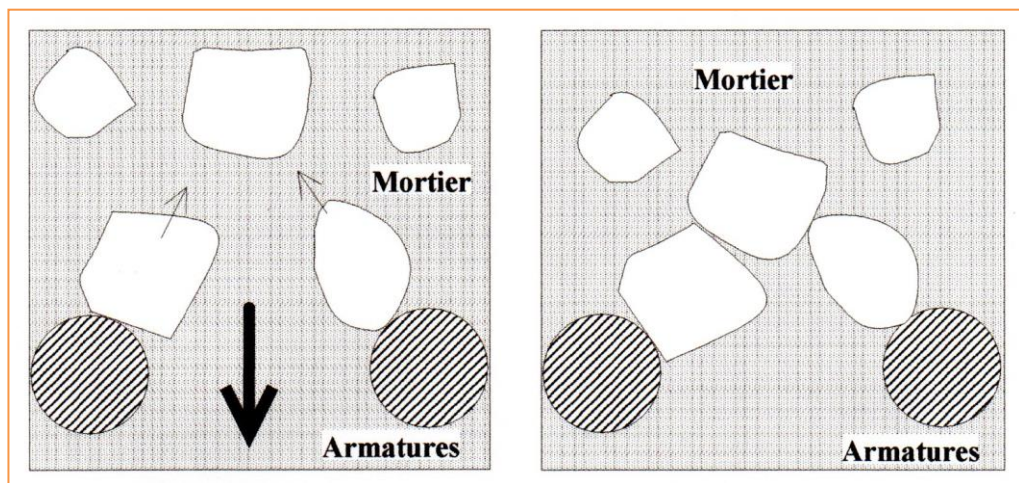


Figure 2.1 – Phénomène de blocage des granulats au droit d'un obstacle [64].

- ❑ Un BAP doit présenter une bonne résistance à la ségrégation statique (une fois mis en place) jusqu'à sa prise, pour des raisons évidentes d'homogénéité de ses propriétés mécaniques [56, 64].
- ❑ En outre, le BAP ne doit pas subir un tassement ou un ressuage trop fort, car ceci peut générer une chute d'adhérence des armatures en partie supérieure des levées par rapport à celles situées en zone inférieure lors du coulage, ainsi que l'apparition de fissures [56, 64].
- ❑ Enfin, le BAP est généralement pompable et que le pompage apparaît comme le moyen de transport naturel de ce béton [56, 64]. En effet, ce béton fluide présente moins de résistance au frottement qu'un béton ordinaire, en sorte que la vitesse du pompage peut être augmentée et ainsi il peut s'effectuer sur de plus grandes distances [2].

En conclusion, la principale difficulté auquel le formulateur de BAP est confronté est de pouvoir concilier des propriétés a priori contradictoires telles que la fluidité et les résistances à la ségrégation et au ressuage du béton [64].

2. 3.2 – Particularité de la composition des bétons autoplaçants

La composition des BAP se distingue donc de celle des bétons ordinaires principalement par un volume de pâte élevé, par un dosage en éléments fins plus important, par un volume en gravillons plus faible et par l'emploi des superplastifiants (SP) permettant d'obtenir une grande fluidité assurant une mise en place aisée et une capacité de moulage, d'enrobage et de compaction sous le seul effet de la gravité.

2. 3.2.1 – Volume de pâte élevé

Selon Bethmont [65], Kennedy a proposé, vers 1940, une théorie permettant de comprendre l'origine de l'ouvrabilité d'un béton, en indiquant que le béton est un mélange de pâte et de granulats, dont il existe une quantité de pâte minimum nécessaire au remplissage des interstices entre les granulats. La quantité de pâte supplémentaire provoque une certaine dispersion des granulats, limitant ainsi les frottements intergranulaires, et confère au matériau sa fluidité (Figure 2.2). Le volume de pâte doit être donc supérieur au vide intergranulaire pour recouvrir et lubrifier les granulats par une couche de pâte en excès qui réduit la friction entre les granulats et améliore ainsi la capacité d'écoulement du béton [66].

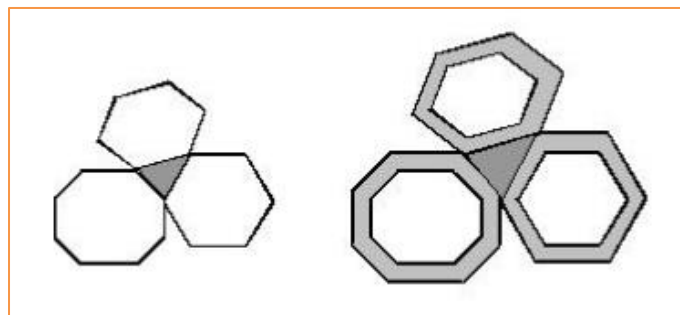


Figure 2.2 – Dispersion des granulats par excès de pâte [65].

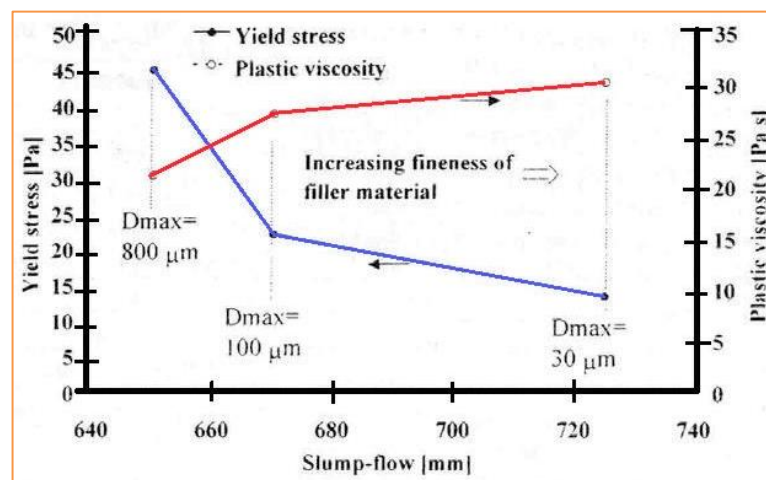
Le volume de pâte (ciment + additions + adjuvants + eau efficace + air) nécessaire dans un BAP est plus élevé que dans les bétons vibrés. Le rôle de la pâte est donc, d'écarter les granulats les uns des autres, afin de diminuer les frottements entre eux,

ce qui favorise l'étalement et la capacité au remplissage du béton [9, 64]. Ce volume de pâte, typiquement de l'ordre de 330 à 400 l/m³ [64], doit être optimisé, par l'utilisation des additions minérales, pour lubrifier la structure granulaire et maintenir une homogénéité permettant à la fois un écoulement sur de grandes distances et éviter la ségrégation [67]. Selon Diederich [67], un certain nombre d'études ont montré que la spécificité autoplaçante d'un béton est fortement dépendante de la quantité et des propriétés d'écoulement de la pâte en tant que mélange de ciment, d'addition minérale, d'eau et d'adjuvant chimique.

2. 3.2.2 – Quantité de fines importante

La composition des BAP, généralement, comporte une quantité de fines (de l'ordre de 500 kg/m³) importante pour assurer une maniabilité suffisante tout en limitant les risques de ségrégation et de ressuage. Ces fines (particules < 125 µm) proviennent du ciment, des additions et des granulats. Toutefois, pour éviter des problèmes d'élévation excessive de la température lors de l'hydratation (et un coût de formule trop élevé) dus à une quantité trop importante de ciment Portland, le liant est souvent un composé binaire voire ternaire de ses constituants (ciment + additions) [9, 59, 64].

Ce sont les exigences de résistance à la compression à 28 jours et les critères de durabilité imposés par les normes en vigueur qui déterminent le choix des additions (cendre volante, laitier de haut fourneau, filler calcaire, etc.) et leur proportion respective [64]. Selon Assié [59], Billberg a indiqué que l'introduction d'additions minérales entraîne une modification de la porosité de la matrice cimentaire et influence, enfin, les caractéristiques mécaniques et autoplaçantes du béton (Figure 2.3).



2. Figure 2.3 – Influence de la finesse d'un filler sur le comportement rhéologique [59].

La pâte du béton doit être fluide pour permettre l'écoulement, mais un simple ajout d'eau n'est pas suffisant pour atteindre la fluidité. Par contre, un ajout d'eau trop important se fait au détriment de la résistance, de la durabilité et de la qualité de parements des bétons. Il est alors indispensable d'employer des SP qui permettent une meilleure dispersion des particules fines du ciment et des additions minérales [67].

La norme européenne NF EN 934-2+A1 [68] définit le SP ou haut réducteur d'eau comme un « adjuvant qui, sans modifier la consistance, permet de réduire fortement la teneur en eau d'un béton donné, ou qui, sans modifier la teneur en eau, en augmente considérablement l'affaissement/l'étalement, ou qui produit les deux effets à la fois ». Les SP sont donc des polymères à chaînes macromoléculaires très longues. La principale action des molécules à longues chaînes est de s'enrouler autour des particules de la poudre (ciment + additions fines) et de leur conférer une charge hautement négative, de sorte qu'ils se repoussent les uns les autres, conduisant à une défloculation et à une dispersion des particules. L'eau initialement piégée entre les floccs est de nouveau disponible pour l'hydratation ou pour fluidifier le mélange (Figure 2.4) [59, 69]. L'amélioration de la maniabilité résultante peut être exploitée de deux façons : par la confection de bétons de très grande fluidité ou de bétons à très haute résistance [2].

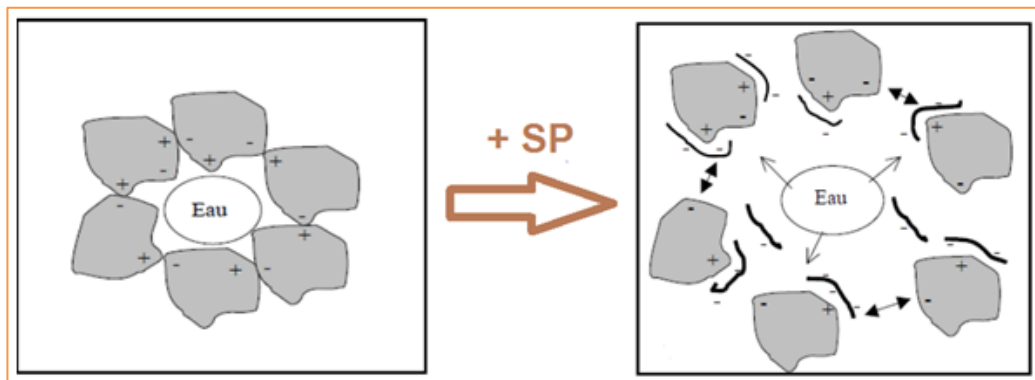


Figure 2.4 – Action des superplastifiants – Défloculation des grains de ciment [69, 70].

L'emploi de SP permet donc d'obtenir des bétons très fluides à faible rapport E/C et engendre ainsi, à partir d'un certain dosage, une diminution du seuil d'écoulement du BAP se traduisant par une très forte augmentation de l'étalement (Figure 2.5) [69, 70]. Par contre, la viscosité du mélange n'est réduite que dans une moindre mesure puisque la fraction volumique des suspensions solides reste invariable [69]. Toutefois, le dosage de SP ne doit pas être trop élevé (proche ou supérieur au dosage de saturation) sous peine

d'augmenter la sensibilité du béton à des variations de teneur en eau vis-à-vis du problème de la ségrégation et du ressuage [59, 64]. En outre, d'après [69], Sugamata et al., ont trouvé que l'augmentation du dosage de SP, à partir d'une certaine valeur caractéristique connue comme étant le dosage à saturation, n'a plus d'influence sur la fluidité du mortier.

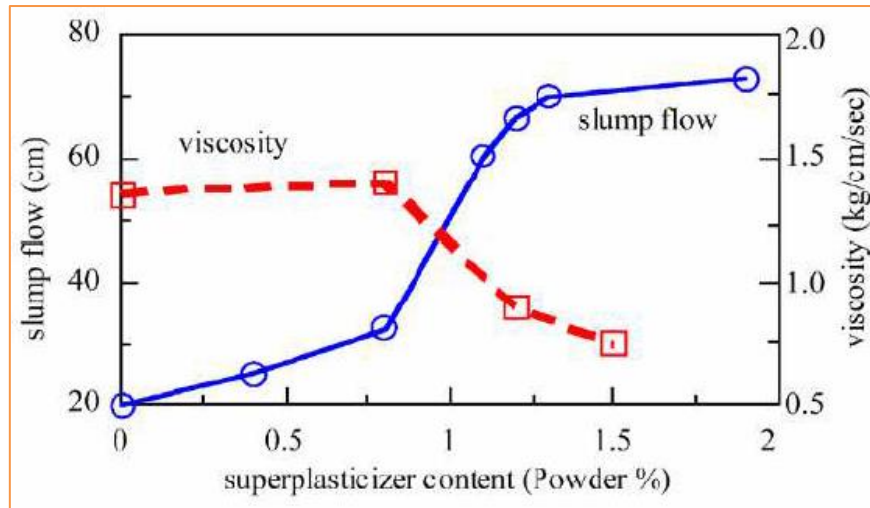


Figure 2. 5 – Influence du dosage en SP sur l'étalement et la viscosité d'un béton [69].

2. 3.2.4 – Utilisation éventuelle d'un agent de viscosité

L'ajout d'un SP ayant pour effet d'augmenter la fluidité d'un béton mais également de réduire sa viscosité ; afin de minimiser ce dernier point, les BAP contiennent souvent un agent de viscosité. Ces sont généralement des dérivés cellulosiques, des polysaccharides (polymères issus de la biotechnologie) ou des suspensions colloïdales, qui interagissent avec l'eau et augmentent en conséquence la viscosité de celle-ci [59]. Par contre, quand la vitesse de cisaillement croît, par augmentation de la fluidité, ces longues chaînes de polymères qui se fixent sur les molécules d'eau par enchevêtrement, ont tendance à s'aligner, ce qui diminue la viscosité [56].

Il peut paraître paradoxal d'utiliser des agents de viscosité dans des BAP, puisque d'un côté on augmente la viscosité du mortier et de l'autre on cherche à fluidifier le mélange avec un superplastifiant. On voit d'ailleurs sur la figure 2.6 que, pour maintenir l'étalement d'un mortier, la dose de superplastifiant croît avec le dosage en agent de viscosité et sans aucun signe de ségrégation [56].

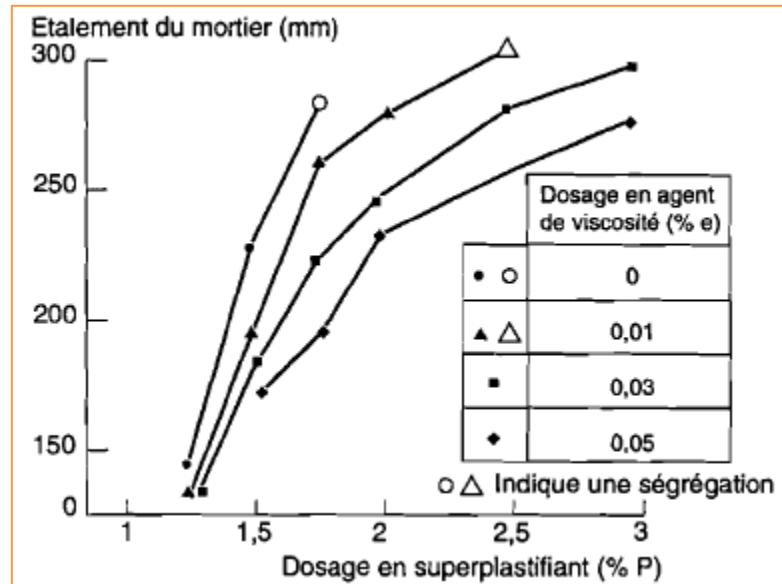


Figure 2.6 – Influence du couple SP / Agent de viscosité sur un mortier [56].

Ces produits, comme les fines, ont pour rôle d'empêcher les mouvements libres d'eau en réduisant le ressuage, de limiter les risques de ségrégation des granulats en rendant la pâte plus épaisse [64] et de maintenir la stabilité des mélanges cimentaires en conservant une répartition homogène des différents constituants [56, 71].

Les agents de viscosité ont donc la réputation de rendre les BAP moins sensibles à des variations d'eau à l'égard des problèmes de ressuage et de ségrégation. Tandis que, leur utilisation peut conduire suivant les produits à des entraînements d'air excessifs et à une diminution de la fluidité [59, 64]. Il est à noter, que les agents de viscosité à base de méthyl cellulose peuvent avoir une incompatibilité avec un fluidifiant à base naphthalène et peuvent également entraîner une quantité excessive d'air [56]. Petersson et Billberg ont montré durant leur investigation sur le blocage des bétons autoplaçants, que l'utilisation d'un agent de viscosité provoque une perte d'ouvrabilité dans les BAP comparés à ceux qui contiennent uniquement des fillers. Néanmoins, afin de maintenir la stabilité d'un BAP, l'agent de viscosité peut être utilisé, avec ou sans ajout minéral, quand le blocage n'est pas le vrai problème. En termes de rhéologie, les agents de viscosité agissent en augmentant à la fois le seuil de cisaillement et la viscosité des mélanges, d'après [71].

Leur utilisation semble utile dans le cas des bétons ayant des rapports eau/fines élevés (car les fines ne sont pas toujours suffisantes pour fixer l'eau dans le béton) et peut s'avérer superflue dans le cas de BAP ayant des rapports eau/fines faibles (notamment

BAP de résistance supérieure à 50 MPa). Pour les bétons intermédiaires, leur utilité est à étudier au cas par cas [64]. Par ailleurs, selon [72], Khayat a indiqué qu'il est difficile de fabriquer un BAP ayant une grande fluidité et une bonne stabilité vis-à-vis du problème de la ségrégation et du ressuage sans utiliser un agent colloïdal et du SP.

2. 3.2.5 – Faible volume de gravillons

Tous les types de granulats utilisés dans les bétons ordinaires peuvent être utilisés dans les BAP [73]. Pour la formulation des BAP, il est possible donc d'utiliser des granulats naturels roulés, concassés, ou semi-concassés [74, 75]. Cependant, l'emploi des granulats roulés demande moins d'eau que les granulats concassés et augmente l'ouvrabilité et l'aptitude au compactage [9]. En outre, Khaleel et al. [75], ont rapporté que l'utilisation des gravillons roulés augmente la capacité de remplissage, la capacité de passage ainsi que la résistance à la ségrégation des mélanges en comparant aux bétons avec des gravillons concassés. D'autre part, pour la même proportion de mélange, les granulats concassés produisent une résistance à la compression plus élevée que les granulats roulés [76] ; néanmoins, la différence de résistance de compression entre les mélanges contenant des gravillons concassés et ceux contenant des gravillons roulés est plus faible pour les BAP que pour les bétons ordinaires [77].

Etant donné que les gravillons sont à l'origine du blocage du béton en zone confinée, il faut en limiter le volume [64]. En effet, le blocage des granulats est provoqué d'une part par la quantité importante de granulats dans le béton (plus de gravier, plus de risques de blocages), et d'autre part par la taille des plus gros granulats par rapport à l'ouverture entre armatures ou dans un confinement (Figure 2.7) [78].

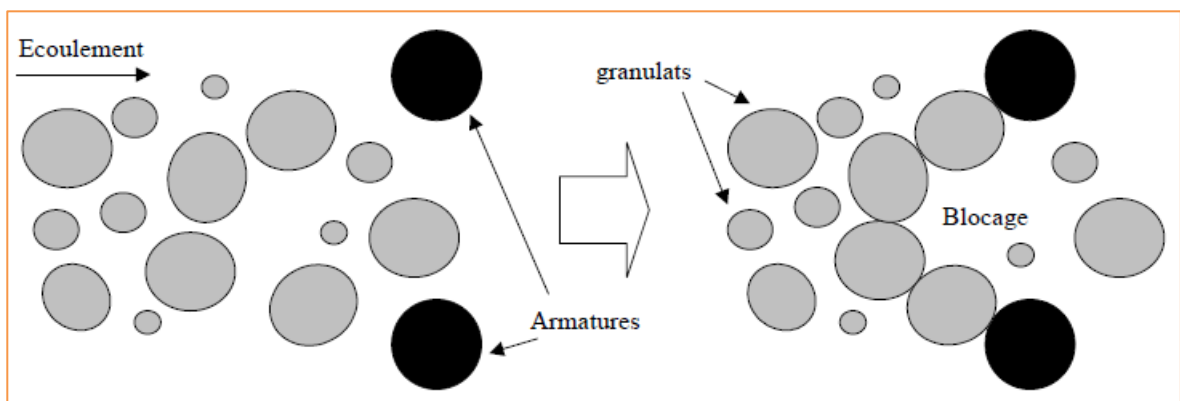


Figure 2.7 – Blocage de granulats à travers deux armatures [78].

Khayat a rapporté, pour avoir une bonne déformabilité du BAP, qu'il est nécessaire de réduire le volume des gravillons, d'après [74]. La raison d'éviter les frictions entre les particules des granulats, en limitant le volume des granulats grossiers, est d'obtenir une bonne capacité de passage plutôt qu'une résistance élevée à la ségrégation. Par ailleurs, limiter le volume des gravillons, réduira la résistance à la ségrégation [76]. D'après [74], Aïtcin rapporte qu'il est important de noter que bien qu'un excès des gravillons pourrait diminuer le retrait de séchage, il augmentera, cependant, la quantité de microfissures dans la pâte. D'ailleurs, la présence de gravillons permet d'augmenter la compacité du squelette granulaire du béton et donc de limiter la quantité de liant nécessaire pour obtenir l'ouvrabilité et la résistance souhaitées. En général, ces considérations conduisent à adopter pour les BAP un rapport Gravillon/Sable (G/S) de l'ordre de 1, qui peut être revu à la hausse si le confinement est faible (dans un ouvrage peu ferrailé ou une dalle par exemple) ou à la baisse dans le cas contraire [59, 64]. En outre, d'après [79], l'ACI¹ 211 indique que le rapport G/S augmente avec l'augmentation du poids unitaire sec de gravillon, la diminution du module de finesse du sable, l'augmentation de la taille maximale de granulats, l'augmentation de la résistance à la compression cible, l'utilisation des gravillons angulaires au lieu d'arrondis, l'augmentation de l'affaissement souhaité, l'utilisation de l'entraîneur d'air ou manque d'adjuvants réducteurs d'eau.

En outre, pour avoir une autoplaçité du béton, la taille maximale de granulats doit être réduite, afin de diminuer les frictions et d'éviter, enfin les blocages dans des zones confinées [71]. Une haute friction entre les granulats provoque une augmentation dans le seuil de cisaillement ainsi que la viscosité des mélanges [74]. D'ailleurs, une petite taille des granulats offre une meilleure résistance à la ségrégation [76] et conduit à des propriétés mécaniques d'un BAP plus élevées qu'une taille plus grande [75]. De ce fait, le diamètre maximal (D_{max}) des gravillons dans un BAP est compris généralement entre 10 et 20 mm. En effet, les risques de blocage pour un confinement donné augmentent avec D_{max} , ce qui conduit à diminuer le volume de gravillon. Le choix d'un D_{max} plus important est donc possible mais ne se justifie que lorsque le confinement est faible [64]. Selon EFNARC [61], le diamètre maximal des gravillons dépend de la particularité de l'application, mais d'habitude, il est limité à 20 mm.

¹ American Concrete Institute

2. 4 – Classification des bétons autoplaçants à l'état frais

Les BAP sont classés en trois catégories (numérotées de 1 à 3) suivant leur domaine d'utilisation [64]. Le classement s'effectue suivant la valeur de l'intervalle d'écoulement noté « I », qui désigne le plus petit espace à travers lequel le BAP doit s'écouler de manière continue pour remplir le coffrage, le type d'application (horizontal ou vertical) et l'épaisseur (dans le cas d'application horizontale) et selon le tableau ci-après :

Tableau 2.1 – Catégorie des bétons autoplaçants

Intervalle d'écoulement (mm)	Application horizontale		Application verticale
	Épaisseur \leq 300 mm	Épaisseur $>$ 300 mm	
$I \geq 100$	①	②	②
$80 \leq I < 100$	②	②	②
$I < 80$	③	③	③

- ❑ La catégorie 1 correspond aux BAP utilisés dans le cas de coulages horizontaux de faible épaisseur (inférieure ou égale à 300 mm) et ayant un intervalle d'écoulement « I » supérieur à 100 mm (communément appelés BAN – bétons autonivelants).
- ❑ La catégorie 2 couvre principalement les BAP utilisés pour des applications horizontales de forte épaisseur (supérieure à 300 mm) ou pour des coulages courants en vertical. L'intervalle d'écoulement « I » est supérieur ou égal à 80 mm.
- ❑ La catégorie 3 est réservée aux BAP pour lesquels l'intervalle d'écoulement « I » est inférieur à 80 mm (parties d'ouvrage exigües ou fortement ferrillées).

Pour les catégories 2 et 3, on distingue, en plus, deux sous-classes (2a, 2b et 3a, 3b) en fonction de la longueur maximale de cheminement horizontal du BAP dans le coffrage (5 m pour 2a et 3a, 10 m pour 2b et 3b).

2. 5 – Propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais2. 5.1 – Propriétés principales d'ouvrabilité

Le BAP se distingue des bétons ordinaires principalement par ses propriétés à l'état frais et sa capacité de moulage, d'enrobage et de compaction par le seul effet de la gravité et sans vibration [64]. Selon l'AFGC¹ [64] et la RILEM² [80], l'ouvrabilité du BAP se caractérise par trois propriétés principales :

- ❑ Mobilité en milieu non confiné (capacité de remplissage), par écoulement horizontale dans les dalles armées ou non armées ;
- ❑ Mobilité en milieu confiné (aptitude à l'écoulement), par écoulement sans vibration dans les coffrages de grande hauteur et dans les tuyaux de pompage, contrôlée par le risque de blocage des gros gravillons ;
- ❑ Stabilité au repos à l'état frais conditionnant la résistance à la ségrégation dans les phases précédant la prise et le durcissement.

Plusieurs méthodes d'essai alternatives (Tableau 2.2) ont été élaborées pour évaluer ces propriétés fondamentales des BAP :

Tableau 2.2 – Propriétés d'ouvrabilité des BAP et méthodes d'essai alternatives [61]

Propriétés	Méthodes d'essai	
	En Laboratoire	Sur chantier
Capacité de remplissage	Etalement	Etalement
	t_{500}	t_{500}
	Entonnoir en V	Entonnoir en V
	Orimet	Orimet
Aptitude à l'écoulement	L-Box	J-Ring
	U-Box	–
	Fill-Box	–
Résistance à la ségrégation	Stabilité au tamis	Stabilité au tamis
	Entonnoir en V à 5 mn	Entonnoir en V à 5 mn

¹ Association Française de Génie Civil

² Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais de Matériaux

En France, trois essais de caractérisation de l'ouvrabilité des BAP ont été recommandés par l'AFGC, comme essais de référence pour valider une formule de béton autoplaçant : l'étalement au cône d'Abrams, l'écoulement à la boîte en L et la stabilité au tamis [64].

2. 5.2 – Consistance des bétons autoplaçants

L'ouvrabilité ou la maniabilité est une qualité essentielle du béton, que soit ordinaire ou autoplaçant ; elle peut se définir comme la facilité offerte à la mise en œuvre du béton pour le remplissage parfait du coffrage et l'enrobage des aciers [81]. « L'aptitude du béton frais à bien se mouler dans les coffrages et autour des armatures tout en restant homogène, bref, à bien se mettre en place, est appelée ouvrabilité » [8]. Cette aptitude s'apprécie, pour le béton autoplaçant, par les mesures de sa consistance qui est caractérisée par quatre paramètres d'essai clés [60, 82] :

- ❑ Mobilité et capacité de remplissage en milieu non confiné, mesurées sous la forme d'un essai d'étalement au cône d'Abrams « SF » conformément à la norme européenne NF EN 12350-8.
- ❑ Viscosité apparente, caractérisée par la vitesse d'écoulement qui peut être évaluée par mesure du temps t_{500} « VS » (au cours de l'essai d'étalement au cône d'Abrams) ou du temps d'écoulement à l'entonnoir en V « VF » conformément à la norme européenne NF EN 12350-9. L'écoulement d'un BAP à faible viscosité est très rapide au départ, puis s'interrompt. Un BAP à viscosité élevée continuera d'avancer lentement pendant une durée prolongée.
- ❑ Aptitude à l'écoulement, mesurée par l'essai de boîte en L (L-Box) « PL » conforme à la norme européenne NF EN 12350-10 ou par l'essai d'écoulement à l'anneau (J-Ring) « PJ » conforme à la norme européenne NF EN 12350-12.

L'aptitude à l'écoulement est liée à la capacité du mélange à l'état frais à s'écouler sans perte d'homogénéité, ou sans avoir de blocage dans des zones confinées et des ouvertures étroites, telles que des zones de forte densité de ferrailage. La dimension déterminante est l'intervalle d'écoulement « I ».

Pour des structures complexes avec un intervalle d'écoulement « I » inférieur à 60 mm, des essais en vraie grandeur spécifiques peuvent se révéler nécessaires.

Lorsque la densité d'armatures est faible voire nulle, il peut ne pas être nécessaire de spécifier l'aptitude à l'écoulement en termes d'exigence.

□ **Résistance à la ségrégation**, mesurée par l'essai de stabilité au tamis « SR » conforme à la norme européenne NF EN 12350-11.

La valeur de stabilité au tamis, qui décrit la résistance à la ségrégation statique, est fondamentale pour l'homogénéité et la qualité in situ du BAP.

La ségrégation statique ou la ségrégation du BAP au repos, après sa mise en œuvre et avant son durcissement, aura des conséquences plus graves sur les éléments de grande dimension, mais également sur les dalles de faible épaisseur, et peut entraîner des défauts de surface tels qu'une fissuration ou une surface fragile.

La stabilité au repos à l'état frais devient un paramètre important plus les classes d'étalement sont hautes et/ou plus les classes de viscosité sont basses.

À partir de ces quatre paramètres, les caractéristiques des BAP peuvent être spécifiés, par classes de consistance ou valeurs cibles :

Tableau 2.3 – Classes de consistance des BAP selon NF EN 206-9 [60]

Etalement		Viscosité apparente			Aptitude à l'écoulement			Résistance à la ségrégation	
Classe	Etalement (mm) ^{a), b)}	Classe	t_{500} (s) ^{a), b)}	Entonnoir en V (s) ^{a), c)}	Classe	L-Box ^{d)}	J-Ring (mm) ^{b), e)}	Classe	Stabilité au tamis (%) ^{e)}
SF1	550 à 650	VS1	< 2	-	PL1	≥ 0,80 avec 2 armatures	≤ 10 avec 12 armatures	SR1	≤ 20
SF2	660 à 750	VF1	-	< 9	/ PJ1				
SF3	760 à 850	VS2	≥ 2	-	PL2	≥ 0,80 avec 3 armatures	≤ 10 avec 16 armatures	SR2	≤ 15
		VF2	-	9 à 25	/ PJ2				

a) La spécification d'une classe peut être remplacée par une valeur cible.

b) $D_{max} \leq 40$ mm.

c) $D_{max} \leq 22,4$ mm.

d) La spécification d'une classe de l'aptitude à l'écoulement peut être remplacée par une valeur minimale différente.

e) La spécification d'une classe peut être remplacée par une valeur maximale différente.

Chacun de ces essais utilisés pour caractériser l'autoplaçité du béton est donc associé à des valeurs limites définissant les classes du BAP. Ces classes sont reliées à des contextes de mise en œuvre. On peut voir dans la figure 2.8 suivante que les BAP peuvent être utilisés pour l'ensemble des situations de mise en œuvre [67].

<u>Viscosité</u>				<u>Résistance à la ségrégation/capacité de passage</u>
VS2 VF2	Inclinées			Capacité de passage à définir pour SF1 et SF2
VS1 ou 2 VF1 ou 2 ou valeur cible	Verticales Verticales et minces			Résistance à la ségrégation à définir pour SF3
VS1 VF1	Horizontales			Résistance à la ségrégation à définir pour SF2 et SF3
	SF1	SF2	SF3	
	<u>Étalement</u>			

Figure 2.8 – Propriétés des BAP à l'état frais pour différentes applications [67, 82].

2. 5.3 – Critères d'acceptation des bétons autoplaçants

Des critères d'acceptation du BAP (Tableau 2.4), basées sur la connaissance expérimentale de chacune des méthodes d'essai suivantes, ont été recommandées par EFNARC. Toutefois, des valeurs en dehors de ces plages peuvent être acceptables si une performance satisfaisante a été démontrée.

Tableau 2.4 – Critères d'acceptation d'un béton autoplaçant ($D_{max} \leq 20 \text{ mm}$) [61]

Méthode	Unité	Valeurs limites	
		Minimum	Maximum
Étalement au cône d'Abrams (SF)	(mm)	650	800
Temps d'étalement de 500 mm (t_{500})	(s)	2	5
J-Ring (PJ)	(mm)	0	10
Entonnoir en V (t_v)	(s)	6	12
Boîte en L (PL)	(H_2/H_1)	0,8	1,0
Stabilité au tamis (SR)	%	0	15

2. 6 – Méthodes de formulation

2. 6.1 – Principe de formulation

La formulation du BAP repose sur les mêmes critères habituellement choisis pour la formulation des bétons vibrés (BV) « résistance mécanique, durabilité, etc. ». Toutefois, en plus de ces critères, les BAP doivent satisfaire à deux propriétés contradictoires à l'état frais, comme a été discuté au § 2.3.1 : une bonne fluidité pour assurer une bonne mise en place ; et une bonne viscosité pour éviter les problèmes de la ségrégation [83]. La figure 2.9 suivante, décrit la démarche généralement adoptée pour la formulation des BAP :

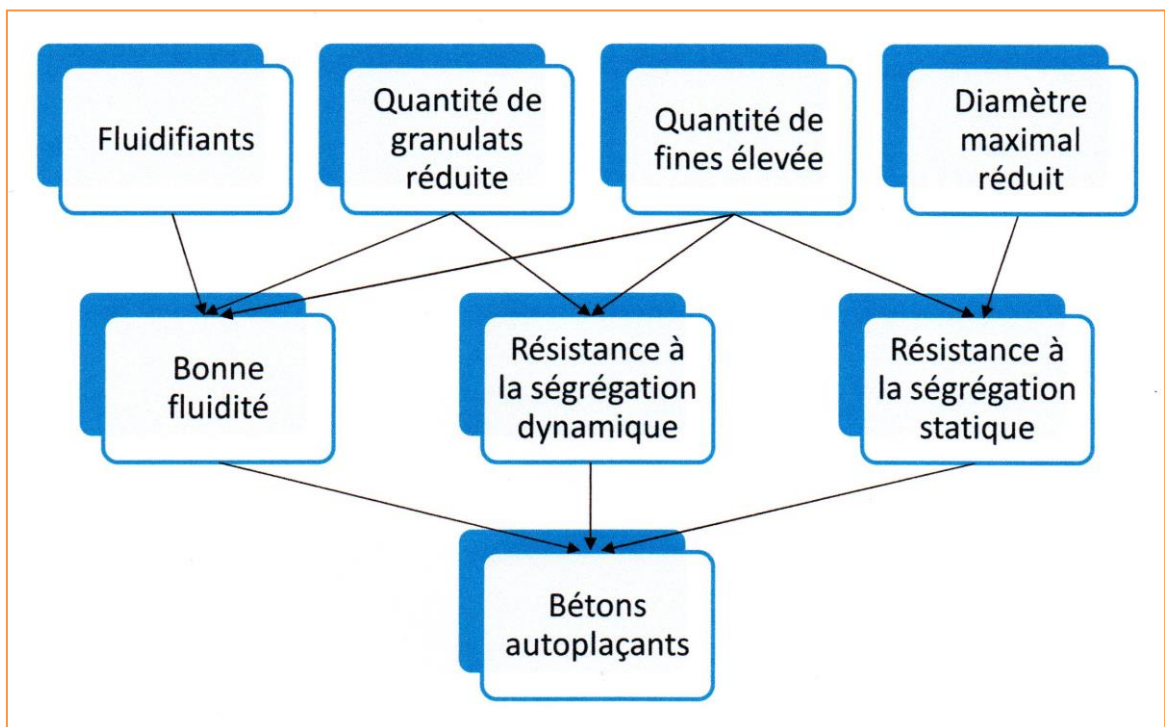


Figure 2.9 – Principe général de formulation d'un béton autoplaçant [83].

Le comportement d'un BAP à l'état frais se différencie donc notablement de celui d'un béton ordinaire. Son ouvrabilité se décline classiquement suivant : sa mobilité en milieu non confiné (bonne fluidité), sa mobilité en milieu confiné (résistance à la ségrégation dynamique) et sa stabilité au repos (vis à vis de la ségrégation statique et du ressuage). La formulation d'un tel béton est donc plus complexe que celle d'un béton traditionnel et implique une composition spécifique [65].

Un certain nombre de méthodes de formulation des BAP ont été développées à travers le monde, basées sur différentes approches expérimentales (approche japonaise, approche suédoise, approche du LCPC¹, etc.) pour répondre aux exigences d'ouvrabilité de ce type de béton [59]. Chaque méthode a été développée pour ses propres conditions et environnement spécifiques, et possède ses propres caractéristiques distinctives et des limitations inhérentes. Cela rend également difficile de comparer une méthode à l'autre. Par conséquent, la compréhension des conditions spécifiques semble être très importante lors de l'application de ces méthodes. Un mélange d'essai de convenance pour une application particulière lors de la formulation ainsi qu'une compréhension de l'effet de chaque composant sur les propriétés du mélange sont toujours très nécessaires [73]. Quelques méthodes principales de formulation rapportées par la littérature sont cependant présentées.

2. 6.2 – Méthode Générale

L'approche japonaise, considérée comme la méthode générale de formulation, a été développée à l'Université de Tokyo par Okamura, Ozawa et ses coéquipiers [80]. Cette méthode, relativement simple (Figure 2.10) et selon les étapes suivantes, consiste d'abord à fixer le dosage de gravillon dans le béton et celui du sable dans le mortier d'une manière que l'autoplaçité du béton peut être atteinte facilement en ajustant seulement le rapport Eau/Poudre (E/P) et le dosage de SP par l'optimisation de la pâte liante [57] :

- ❑ La teneur volumique du béton en gravillon est fixée à 50 % du volume des solides, ce qui permet d'éviter les risques de blocage.
- ❑ Le volume de sable est fixé à 40% du volume total du mortier, ce qui permet d'assurer une bonne ouvrabilité. Les fines inférieures à 90 µm sont considérées comme une poudre au même titre que les liants [56, 84, 85], tandis que EFNARC [82], recommande les particules < 125 µm comme une poudre.
- ❑ L'optimisation de la pâte liante s'effectue sur un mortier caractérisé conjointement par un essai d'étalement au cône et un essai d'écoulement à l'entonnoir en V (Figure 2.11). La teneur volumique en sable égale à 40% du volume total du mortier.
- ❑ Le dosage en SP et le rapport E/P sont ajustés de manière à obtenir une viscosité suffisante (mesurée par le temps d'écoulement par l'entonnoir en V) et une fluidité importante (mesurée par l'étalement au cône) du mortier.

¹ Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

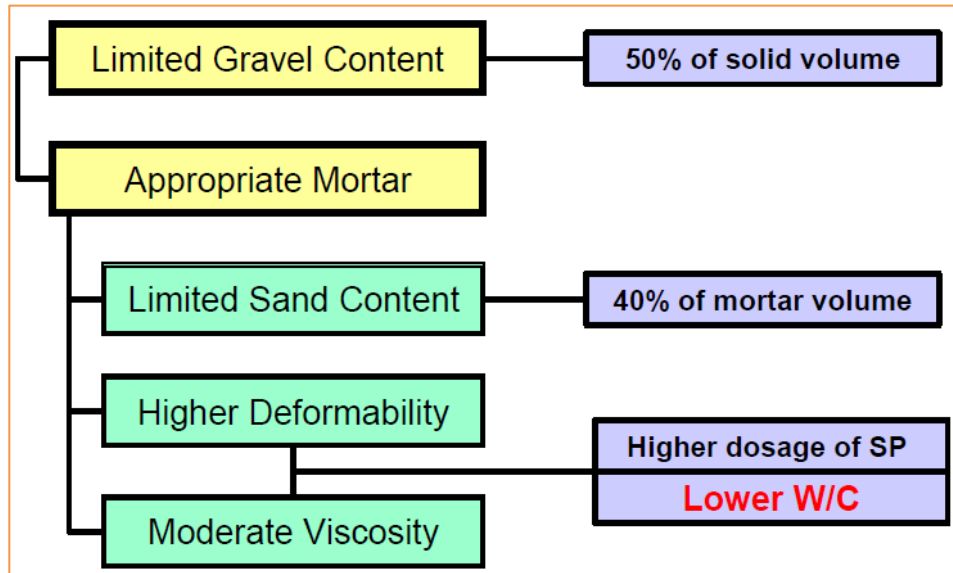


Figure 2.10 – Méthode de formulation d’un béton autoplaçant [57].

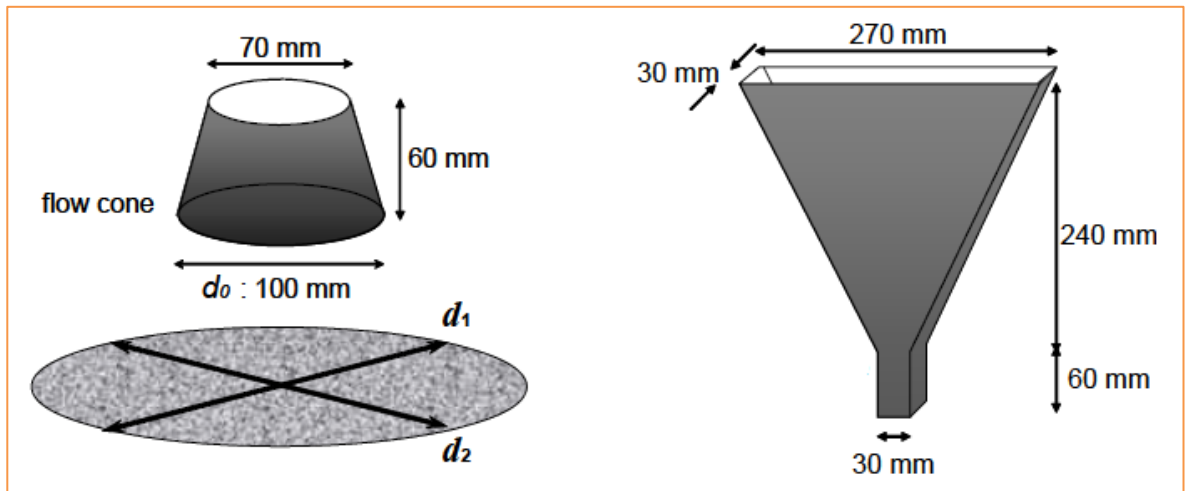


Figure 2.11 – Cône pour mesurer l’étalement des mortiers et entonnoir en V pour mesurer le temps d’écoulement des mortiers [57].

Les mesures de l’étalement au cône et le temps d’écoulement par l’entonnoir en V sont convertis respectivement en deux grandeurs adimensionnelles : étalement relatif et vitesse relative d’écoulement [56, 86] :

$$\text{L'étalement relatif : } \Gamma_m = (d^2 - d_0^2)/d_0^2 \tag{2.1}$$

$$\text{La vitesse relative : } R_m = 10/t \tag{2.2}$$

Où : - d_0 est le diamètre inférieur du cône (= 100 mm)

- d est la moyenne d'étalement de deux médianes (en mm)
- t est le temps d'écoulement à l'entonnoir (en s)

Le terme Γ_m caractérise la fluidité du mortier (plus Γ_m est grand plus le mortier est fluide) alors que le terme R_m caractérise sa viscosité (plus R_m est petit, plus la viscosité est grande). D'après leur expérience, il faut ajuster le dosage de SP et le rapport E/P afin d'avoir simultanément $\Gamma_m = 5$ et R_m entre 0,9 et 1,1 pour obtenir un BAP acceptable [80].

D'un point de vue pratique, on a une relation linéaire entre Γ_m et R_m , pour un dosage en SP donné et quand la teneur en eau varie (Figure 2.12). On peut déterminer donc, pour chaque dosage en SP et pour chaque combinaison de fines, le rapport R_m/Γ_m , à l'aide d'un seul mortier. Le SP a essentiellement un effet sur l'étalement, alors que la teneur en eau affecte fortement la fluidité et la viscosité. L'ouvrabilité et l'aptitude au remplissage doivent être vérifiées, à l'aide des essais d'ouvrabilité du BAP et les ajustements nécessaires réalisés. La résistance en compression est corrigée, si nécessaire, en jouant sur les proportions de liants (une résistance insuffisante sera compensée par une augmentation du volume de ciment au détriment d'une addition minérale moins active) [56].

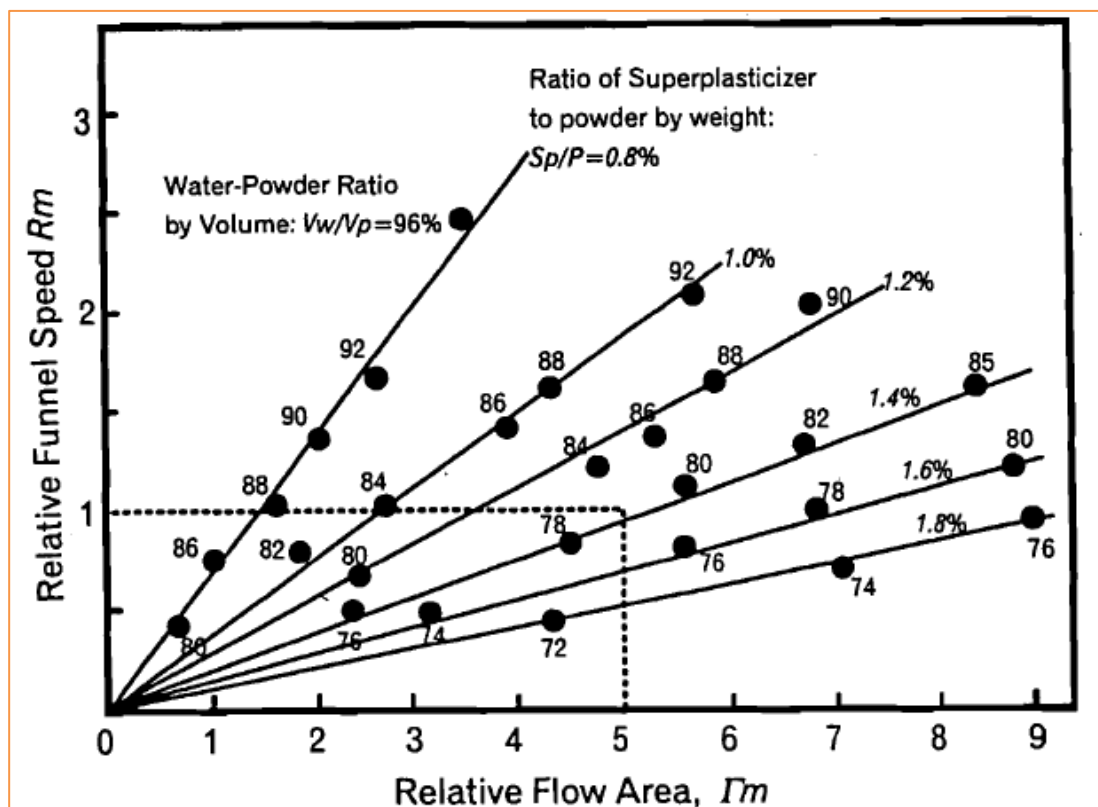


Figure 2.12 – Relation entre les termes Γ_m et R_m pour différents dosages en superplastifiant (S_p/P) et différents rapports volumiques (V_w/V_p) [56].

L'approche japonaise a été développée pour les bétons sans agent de viscosité tandis qu'elle conduirait à la formulation de bétons très visqueux [62] et qu'elle pourrait être étendue aux bétons avec agent de viscosité [56]. Plusieurs modifications et différents développements ont été apportés à cette méthode. Selon Phan [62], des chercheurs ont réussi grâce à l'utilisation d'additions minérales (fillers calcaire, cendres volantes, laitiers de hauts fourneaux), à augmenter le dosage de sable dans le mortier et donc à réduire le volume de la pâte, et particulièrement du ciment, dans le béton ; d'autres ont trouvé qu'il est possible d'augmenter le volume du gravillon dans le béton à la hauteur de 60% du volume solide total, et d'obtenir un béton autoplaçant.

2. 6.3 – Formulation CBI (Suède)

La formulation CBI (ou suédoise), c'est une méthode développée par CBI¹. Elle se caractérise par la prise en compte de l'effet du confinement. Le principe de cette méthode s'appuie sur des travaux d'approche d'évaluation du risque de blocage effectués par Ozawa sur des mélanges de pâte de ciment et de granulats de différentes tailles, passant à travers différents espacements d'armatures [62]. Cette méthode permet d'optimiser la taille maximale des granulats par rapport à l'espacement entre les armatures, et le volume des granulats dans le béton [78].

Elle a montré, Pour chaque taille de granulats, l'existence d'une teneur volumique critique de granulats en deçà de laquelle le risque de blocage est nul et au-dessus de laquelle le blocage est systématique. Cette teneur volumique critique est fonction de l'espacement entre les armatures (par rapport à la taille des granulats) et de la forme des granulats (roulés ou concassés). Cette méthode suppose que le phénomène de blocage est indépendant de la nature de la pâte, pourvu que celle-ci soit suffisamment fluide [62, 78]. Ainsi, la méthode CBI fournit une relation qui détermine le risque de blocage R_b :

$$R_b = \sum_i \frac{V_i}{V_{crit,i}} \quad (2.3)$$

Où V_i , est la proportion volumique des granulats de taille i , par rapport au volume total du béton. $V_{crit,i}$ est la teneur volumique critique de cette fraction granulaire de taille i .

¹ Cement och Betong Institutet

Le coefficient du risque de blocage R_b doit être inférieur à 1 pour obtenir un béton satisfaisant. Une valeur proche de 1, indique une forte probabilité de blocage [56].

En utilisant cette approche pour évaluer le risque de blocage d'un béton, la relation (2.3) est réécrite comme suit :

$$R_b = (1 - V_p) \cdot \sum_i \frac{y_i}{V_{crit,i}} \quad (2.4)$$

Avec y_i , la proportion volumique de granulats de taille i rapportée au volume total des granulats et V_p est le volume de la pâte dans un volume unité de béton.

A partir de cette relation, on peut déduire, pour chaque rapport Gravillon/Sable (G/S), le volume minimal de pâte pour éviter un blocage en écrivant $R_b = 1$. Le rapport E/C de la pâte et le type du ciment sont choisis en fonction de la classe de résistance visée. Le dosage du SP est optimisé pour obtenir un écoulement autoplaçant caractérisé essentiellement par le cône d'Abrams (un étalement de 700 mm est jugé adéquat) et la boîte en L (un rapport d hauteurs H_2/H_1 doit rester au-dessus de 0,8) [71]. Cette méthode propose une meilleure optimisation du squelette granulaire, mais le critère de blocage n'est pas général pour tout type de granulat [87].

2. 6.4 – Formulation LCPC (France)

La formulation française est une approche développée au LCPC par de Larrard et Sedran. Elle est basée sur le modèle d'empilement compressible qui passe par l'optimisation de la porosité du système formé par les grains solides. D'après les auteurs, un arrangement optimal du squelette granulaire permet d'obtenir une meilleure résistance et une plus grande ouvrabilité. Cette approche est la synthèse de quinze années de recherche et fait l'objet d'un logiciel BétonlabPro qui prend en compte tous les paramètres de calcul de cette démarche pour différents types de béton (béton ordinaire, béton à haute performance, béton autoplaçant, etc.).

Pour un BAP, les grandeurs exigées à l'état frais sont un étalement au cône d'Abrams supérieur à 600 mm, un seuil de cisaillement inférieur à 500 Pa, et une viscosité plastique comprise entre 100 et 200 Pa.s (grandeurs rhéologiques mesurées au rhéomètre à béton, le BTRhéom). Ces critères correspondent selon les auteurs à un béton assez fluide et qui ne présente pas de ségrégation [62, 78].

2. 7 – Propriétés rhéologiques des bétons autoplaçants

La rhéologie, c'est l'étude de la déformation et de l'écoulement des matériaux sous l'influence des forces qui leur sont appliquées. La déformation et l'écoulement sont en fait les conséquences de mouvements relatifs des particules d'un corps les unes par rapport aux autres. Cependant, dans le cas des matériaux fluides, on s'intéresse plus particulièrement à leur écoulement [88]. Par ailleurs, l'étude des propriétés rhéologiques du béton peut commencer dès le contact eau-ciment et peut s'étendre jusqu'à la prise initiale [72].

La caractérisation du BAP à l'état frais peut se faire à l'aide d'étude de ses propriétés rhéologiques intrinsèques telles que le seuil de cisaillement ou la viscosité plastique. Ces propriétés fondamentales de la rhéologie ne se déterminent pas à l'aide des essais technologiques utilisés pour évaluer les propriétés spécifiques d'ouvrabilité du BAP, même si les grandeurs mesurées en dépendent [59]. Il est admis que la viscosité est liée au temps d'écoulement mesuré à l'entonnoir en V, alors que le seuil de cisaillement dépend de l'étalement [69, 89]. De nos jours, des nouveaux appareils basés sur une approche plus fondamentale et rhéologique ont été développés pour une meilleure caractérisation du comportement lors de l'écoulement et de la mise en place du béton frais, en particulier, le béton plus fluide qui était, auparavant, automatiquement associé aux problèmes de ségrégation et une faible résistance à la compression [90].

2. 7.1 – Définitions

2. 7.1.1 – Contrainte de cisaillement τ [Pa]

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches du matériau sont animées de mouvement relatif les unes par rapport aux autres : deux couches successives, au contact l'une de l'autre, se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il en résulte l'apparition de contraintes (contraintes de cisaillement) qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche [91]. Ainsi, la contrainte de cisaillement est la force exercée par unité de surface du fluide :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad (2.5)$$

Avec : dS : Surface élémentaire d'une couche cisailée

dF : Projection tangentielle de la force de frottement sur dS

2. 7.1.2 – Vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ [s^{-1}]

Souvent appelée « gradient de vitesse » ou « taux de cisaillement », il s'agit de la vitesse de déformation de deux couches successives de matériau cisailé, qui représente donc la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement [91].

2. 7.1.3 – Rhéogramme

Une rhéogramme, aussi appelée courbe d'écoulement d'un fluide en régime permanent, est une représentation graphique de l'évolution de la contrainte de cisaillement (τ), en fonction de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) [91], ou de l'évolution de la viscosité apparente (μ), en fonction de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) [92].

2. 7.1.4 – Rhéomètres

Les rhéomètres sont des appareils utilisés pour déterminer le comportement rhéologique du matériau (liquide, pâte, mortier, béton). Ils peuvent être classés grossièrement en trois grandes catégories, selon leur régime de fonctionnement (permanent, transitoire ou dynamique) [93]. Ces appareils permettent de mesurer directement le seuil de cisaillement statique de la suspension. Ils permettent aussi d'établir les courbes d'écoulements ($\tau, \dot{\gamma}$) des matériaux ou des bétons testés. A partir de ces courbes d'écoulement on peut calculer les différents types de viscosité et déduire le type de comportement du béton [78]. Le rhéomètre fonctionnant en régime permanent de type couette (Figure 2.13) est le plus utilisé dans les études concernant les pâtes, mortiers ou bétons. Ce dispositif consiste à cisailier une substance entre deux surfaces solides, l'une immobile et l'autre mobile. Les systèmes de mesure peuvent exister en différentes géométries : plan-plan, cône-plan et cylindres coaxiaux [91, 78] :

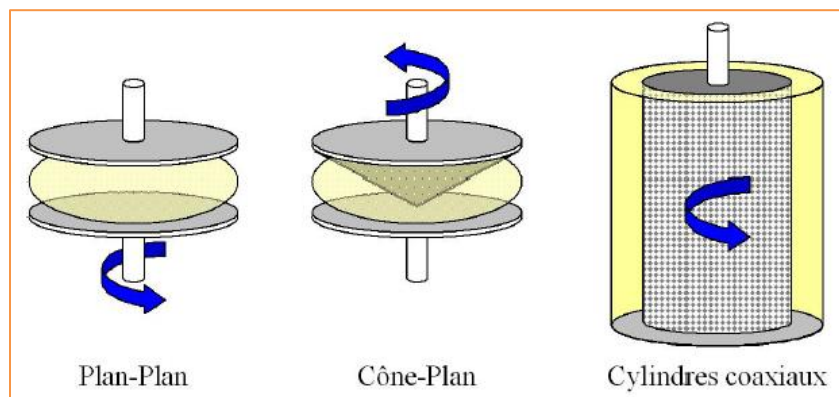


Figure 2.13 – Géométries de cisaillement de type Couette [78].

2. 7.2 – Types de comportements rhéologiques

Le comportement rhéologique est la manière dont se déforme un élément de volume soumis à des contraintes imposées [94]. Ainsi, les propriétés rhéologiques des différents fluides sont définies selon l'allure de leur courbe d'écoulement [12]. De nombreux modèles (courbes d'écoulement) ou lois de comportement, reliant la contrainte de cisaillement à la vitesse de cisaillement, ont été développés afin de décrire les comportements rhéologiques les plus couramment rencontrés [95, 96].

2. 7.2.1 – Courbes d'écoulement linéaires

On distingue dans cette catégorie deux types de matériaux. Des fluides ayant un comportement exclusivement visqueux (l'écoulement se produit dès qu'il y a une contrainte de cisaillement), appelés « Fluides newtoniens » ou viscoplastique (l'écoulement ne se produit que lorsque les contraintes dépassent une valeur minimale, appelée seuil de cisaillement « τ_0 »), appelés « Fluides de Bingham » [91]. Leurs lois de comportement sont caractérisées par des équations simples :

$$\text{Fluides newtoniens :} \quad \tau = \mu \dot{\gamma} \quad (2.6)$$

$$\text{Fluides de Bingham :} \quad \tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \quad (2.7)$$

Un fluide est dit newtonien lorsque sa viscosité ne dépend ni de sa vitesse de cisaillement, ni du temps pendant lequel le fluide est cisailé. La plupart des fluides usuels (eau, huile, alcool, lait, etc.) sont des fluides newtoniens [93].

2. 7.2.2 – Courbes d'écoulement non linéaires

Pour chacune des deux familles de comportement (exclusivement visqueux ou viscoplastique), il existe des modèles complémentaires pour lesquels la viscosité n'est pas constante, tout dépendant de la vitesse de cisaillement [97]. La viscosité évolue avec la vitesse de cisaillement lorsque l'écoulement d'une substance n'est pas linéaire [12]. On retrouve dans cette catégorie quatre comportements :

- Deux rhéofluidifiants ($n < 1$), l'un avec et l'autre sans seuil de cisaillement, si la courbe d'écoulement présente une concavité tournée vers l'axe des vitesses de cisaillement [91]. Ce sont des écoulements pseudoplastiques, pour lesquels la viscosité apparente diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente [12]. La contrainte de

cisaillement croît moins vite que la vitesse de cisaillement et l'écoulement est de plus en plus rapide quand la contrainte augmente [92]. Il s'agit des corps fluidifiants [97].

- Deux rhéoépaississants ($n > 1$), l'un avec et l'autre sans seuil de cisaillement, si la courbe d'écoulement présente une concavité tournée vers l'axe des contraintes de cisaillement [91]. Ce sont des écoulements dilatants, pour lesquels la viscosité apparente augmente avec la vitesse de cisaillement [12]. La vitesse de cisaillement croît moins vite que la contrainte de cisaillement et l'écoulement est de plus en plus lent quand la contrainte augmente. Il s'agit alors des corps épaississants [97].

Ces fluides d'écoulement non linéaire, sont souvent décrits par des modèles mathématiques obéissant à des lois de puissance, comme ceux donnés au tableau suivant :

Tableau 2.5 – Modèles de courbes d'écoulement non linéaires [92]

Fluide	Modèle	Nom
Exclusivement visqueux	$\tau = k\dot{\gamma}^n$	Ostwald de Waele ($n < 1$)
Viscoplastique	$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$	Herschel-Bulkley ($n > 1$)

Où : - k : l'indice de consistance

- n : l'indice de fluidification (rhéofluidification ou rhéoépaississement)

La figure 2.14 suivante illustre les six différents types de courbes d'écoulement caractérisant les comportements rhéologiques des fluides.

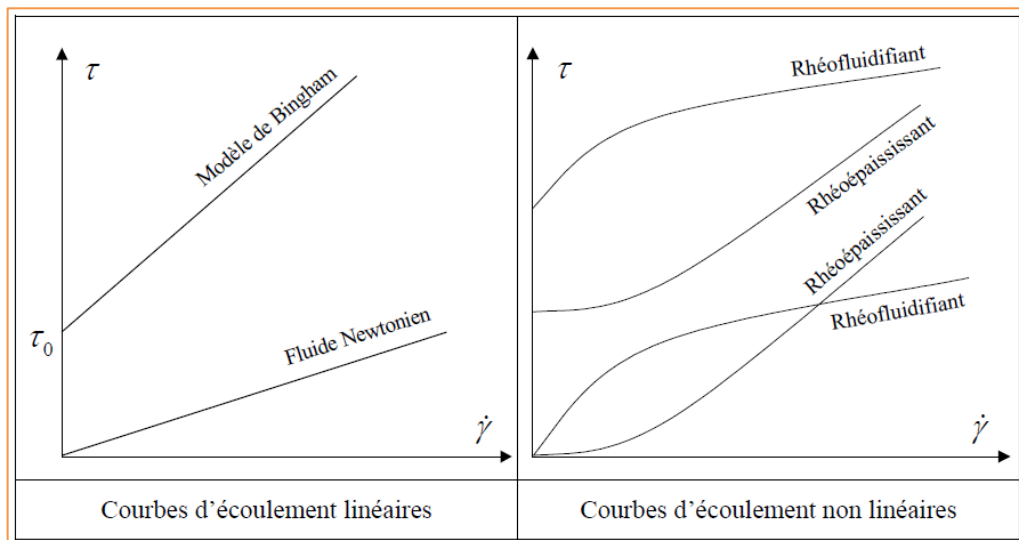


Figure 2.14 – Les six différents types d'écoulement de la matière [78].

2. 7.3 – Grandeurs rhéologiques

2. 7.3.1 – Seuil de cisaillement τ_0 [Pa]

C'est la contrainte de cisaillement minimum à atteindre pour que le fluide s'écoule. Pour des contraintes plus faibles que cette valeur critique, le corps ne présente pas de déformation permanente et il se comporte comme un solide [91, 95] élastique pouvant se déformer de façon réversible selon la loi de Hooke. Par contre, dès que la contrainte de cisaillement dépasse le seuil de cisaillement (τ_0), le matériau se comporte comme un fluide visqueux et s'écoule d'une façon irréversible [12]. Les fluides ne possédant pas τ_0 sont dits exclusivement visqueux (ils s'écoulent quelle que soit l'intensité de la force) ; ceux qui en possèdent un sont dits viscoplastiques (ils ne commencent à s'écouler qu'une fois que la force de cisaillement appliquée a atteint une valeur limite, appelée seuil d'écoulement) [12, 91]. Le seuil d'écoulement doit être faible dans le cas du BAP pour lui permettre de s'écouler sous son propre poids (voir Figure 2.17) [92].

2. 7.3.2 – Viscosité μ [Pa.s]

Au repos, un fluide peut être considéré comme un ensemble de couches moléculaires parallèles et soumis à une contrainte tangentielle, une des couches du liquide se déplace par rapport à celle qui lui est sous-jacente. En raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement. Ainsi, chaque molécule de fluide ne s'écoule pas à la même vitesse (Figure 2.15). Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente sur celle de la couche supérieure, est appelé « la viscosité » [93].

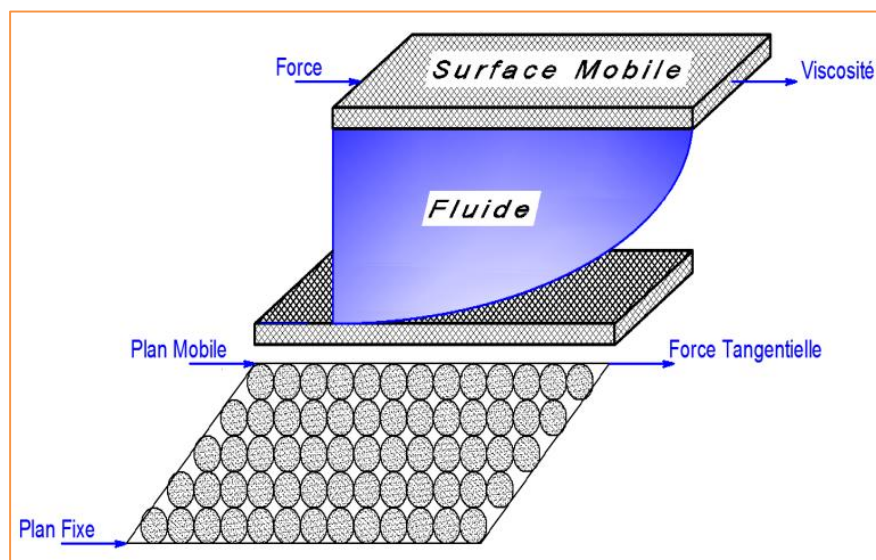


Figure 2.15 – Schéma du glissement des couches [93].

La viscosité est donc la résistance à l'écoulement de la matière (c'est-à-dire, d'un système soumis à une contrainte tangentielle). Le coefficient de viscosité est une grandeur physique qui sert à caractériser le comportement rhéologique des matériaux et joue, ainsi, un rôle essentiel dans la rhéologie des fluides [93]. Il est défini généralement comme étant le rapport entre la contrainte de cisaillement (τ) et la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) correspondante (Equation 2.8) :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad [Pa.s] \quad (2.8)$$

Les fluides newtoniens ont l'écoulement le plus simple. τ est directement proportionnelle à $\dot{\gamma}$. La viscosité du matériau (μ) est un coefficient de proportionnalité constant, représentée par la pente de la courbe et indépendante de $\dot{\gamma}$ [12]. Elle est appelée, souvent, par certains auteurs « viscosité apparente » [78]. Une autre viscosité du matériau, appelée « viscosité plastique » (μ_p), définie comme la pente de la courbe d'écoulement du matériau en chaque point [92]. Ainsi, μ_p d'un fluide de Bingham, appelée μ_p de Bingham par certains auteurs [78] et qu'on note (μ_B), est une constante, étant donné que la courbe d'écoulement est rectiligne (Figure 2.16). Les viscosités apparentes sont égales à μ_p [92].

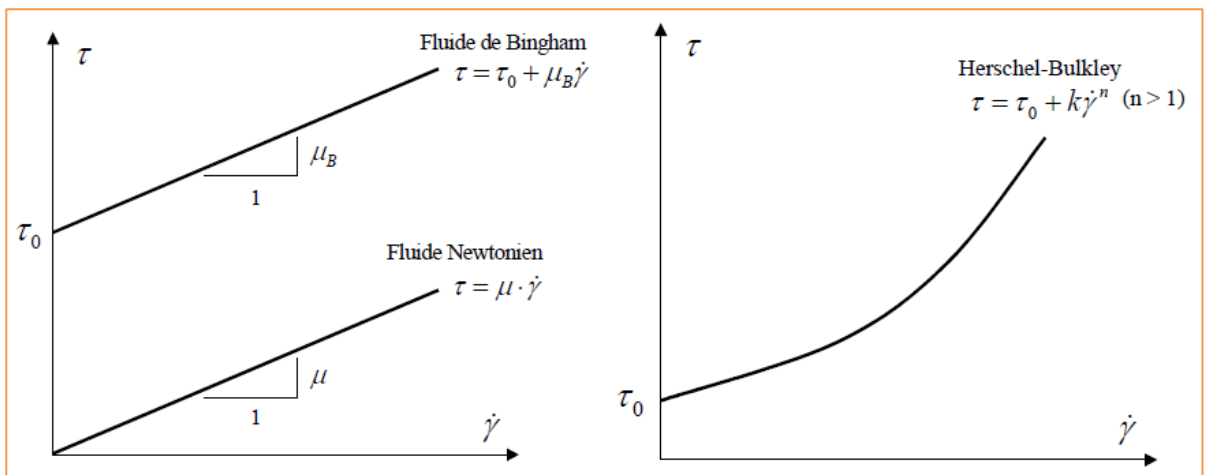


Figure 2.16 – Différents types de modèles d'écoulement [78].

Pour un comportement rhéologique de type Herschel-Bulkley (Figure 2.16), la viscosité plastique (pente de la courbe d'écoulement) qui est variable à chaque point de la courbe, est la dérivée par rapport au gradient de vitesse de l'équation de τ indiquée au tableau 2.5 :

$$\mu_p = n \cdot k \dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.9)$$

2. 7.4 – Comportement rhéologique du béton frais

Le développement de rhéomètres dédiés à l'étude de la rhéologie des bétons frais a permis d'identifier le comportement rhéologique des bétons à l'état frais [98]. Un bon nombre de chercheurs ont alors travaillé sur le comportement du béton en écoulement et principalement soumis à des contraintes de cisaillement, à l'aide d'un viscosimètre ou d'un rhéomètre qui permettent de déterminer les caractéristiques intrinsèques au matériau [94]. Plusieurs modèles existent pour décrire le comportement des matériaux cimentaires en régime permanent. Il ressort de ces modèles que les matériaux cimentaires sont des fluides viscoplastiques, puisque l'écoulement ne se fait que lorsqu'un certain seuil de cisaillement soit dépassé, obéissant généralement au modèle de Bingham (Figure 2.17) [92, 94].

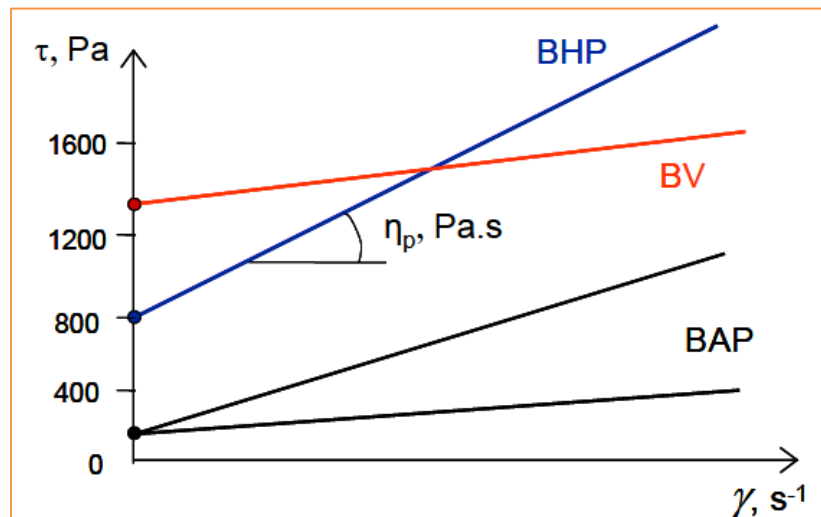


Figure 2.17 – Comportements rhéologiques pour différents types de béton [59].

La campagne d'essais réalisés par Ferraris et de Larrard [99] conduit à une modification de l'hypothèse largement utilisé que le béton se comporte comme un fluide de Bingham. Il apparaît, d'après l'analyse des résultats, que la relation entre la contrainte et la vitesse de cisaillement n'est pas strictement linéaire [100] dans le cas des bétons très fluides [97]. Elle est généralement rhéoépaississante dans le cas des BAP et les pâtes contenant du superplastifiant [78] et que le béton autonivelant suit d'avantage un comportement de Herschel-Bulkley que de Bingham [56, 59].

Le modèle à trois paramètres Herschel-Bulkley a été trouvé pour être mieux en mesure de décrire le comportement non linéaire du béton frais que le modèle linéaire à deux paramètres de Bingham. En outre, ce dernier, dans le cas des BAP, conduit parfois à des seuils d'écoulement négatifs, inacceptables physiquement ; or que pour le modèle de Herschel-Bulkley, le seuil d'écoulement a toujours une valeur positive qui est raisonnablement bien corrélée avec les résultats des essais au cône d'Abrams (affaissement ou étalement) [99]. Cependant, la nécessité d'identifier les trois paramètres (τ_0 , k et n), rend l'utilisation de ce modèle difficile [56].

Ferraris et de Larrard [99], ont, alors, proposé une nouvelle approche avec un modèle de Bingham « modifié » (Figure 2.18) basé sur le modèle de Herschel-Bulkley, mais ne contenant que deux paramètres rhéologiques indépendants et permet d'éviter le problème des seuils négatifs. La courbe $(\tau - \dot{\gamma})$ de Herschel-Bulkley est remplacée dans l'intervalle $[0, \dot{\gamma}_{max}]$ par une ligne droite obtenue par régression linéaire sur la plage expérimentale, où $\dot{\gamma}_{max}$ représente ici le gradient maximum de vitesse appliqué à l'échantillon durant l'essai (égale à 6 s^{-1} en général) et le point de départ $(0, \tau_0)$ de cette droite est la valeur du seuil d'écoulement (τ_0) obtenue avec le modèle de Herschel-Bulkley. μ est déduite des autres paramètres de ce modèle, selon la relation suivante [101] :

$$\mu = \frac{3k}{n+2} \dot{\gamma}_{max}^{n-1} \quad (2.10)$$

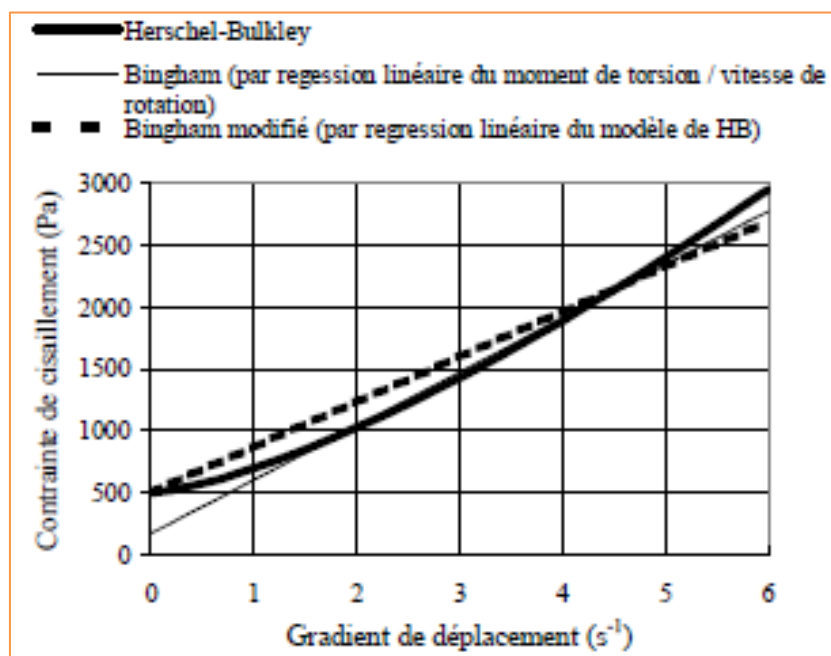


Figure 2.18 – Approximation linéaire du modèle de Herschel-Bulkley par le modèle de Bingham [101].

Certains auteurs [102, 103], ont proposé, pour les bétons autoplaçants, un modèle basé sur celui de Bingham (Equation 2.11) permettant de décrire de façon satisfaisante l'écoulement de ces matériaux.

$$\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma} + C\dot{\gamma}^2 \quad (2.11)$$

Avec : C : est une constante

Enfin, la propriété commune des matériaux cimentaires, du point de vue rhéologique, est la présence d'un seuil d'écoulement (τ_0) même s'il peut être dans certains cas très petit (par exemple, pour les pâtes cimentaires). L'ordre de grandeur des propriétés rhéologiques fondamentales des différents matériaux à base de ciment Portland est présenté dans le tableau suivant [104] :

Tableau 2.6 – Propriétés rhéologiques des pâtes, des mortiers et des bétons

Matériaux	Pâte de ciment	Mortier	Béton fluide	BAP	Béton ordinaire
Seuil de cisaillement τ_0 [Pa]	10 – 100	80 – 400	400	50 – 200	500 – 2000
Viscosité plastique μ [Pa.s]	0,01 – 1	1 – 3	20	20 – 100	50 – 100
Rupture structurelle	Significative	Négligeable	Aucune	Aucune	Aucune

2. 8 – Propriétés des bétons autoplaçants à l'état durci

2. 8.1 – Résistance à la compression

La résistance a été longtemps considérée comme la qualité essentielle, pour ne pas dire la seule, à rechercher pour un béton. D'ailleurs, l'ouvrabilité et la résistance sont à étudier de pair, lors de la formulation, car elles sont étroitement dépendantes l'une de l'autre et d'autant plus qu'elles varient en sens inverse en fonction de certains facteurs essentiels de la composition du béton [81]. Pour les bétons ordinaires, la résistance (en général) est le paramètre principal à optimiser, alors qu'avec les BAP leur ouvrabilité est le facteur principal à optimiser. Le rapport E/C est le paramètre qui contrôle la résistance d'un béton ordinaire, par exemple un faible rapport E/C correspond à une résistance en

compression élevée. Or, pour les BAP, ce même paramètre E/C est relié principalement à la fluidité ou à la viscosité du béton. En effet, la résistance à la compression, une priorité dans la formulation des bétons ordinaires, est devenue un élément sujet à une vérification dans la formulation des BAP [78].

Cependant, grâce notamment à une résistance à la ségrégation élevée, le BAP a une structure plus homogène que le béton ordinaire vibré. La structure d'un BAP est donc supposée être plus compacte et plus homogène que le béton ordinaire vibré, en conférant une amélioration au niveau de la résistance mécanique [78]. De ce fait, à un rapport E/C équivalent, les BAP présentent souvent une résistance mécanique plus élevée qu'un béton ordinaire (Figure 2.19).

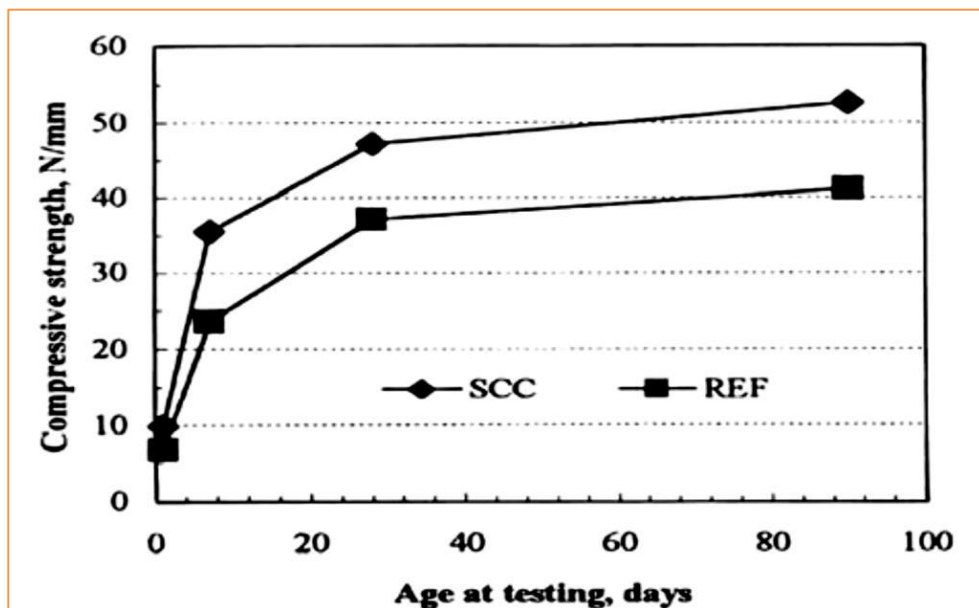


Figure 2.19 – Evolution de la résistance mécanique d'un BAP et d'un BV [105].

L'utilisation des fillers dans la formulation des BAP génère une accélération de sa résistance mécanique aux jeunes âges [70]. Lorsqu'elles sont bien défloculées par les SP dans le béton, les particules fines des fillers favorisent l'hydratation du ciment, principalement par un effet physique, et conduisent à une matrice cimentaire de structure plus dense. Ces effets ont une influence sensible sur la résistance mécanique jusqu'à 28 jours puis deviennent moins significatifs par la suite [59]. D'après [59, 70], Pour Petersson cette augmentation de résistance est d'autant plus marquée pour les BAP que la finesse du filler est importante (Figure 2.20).

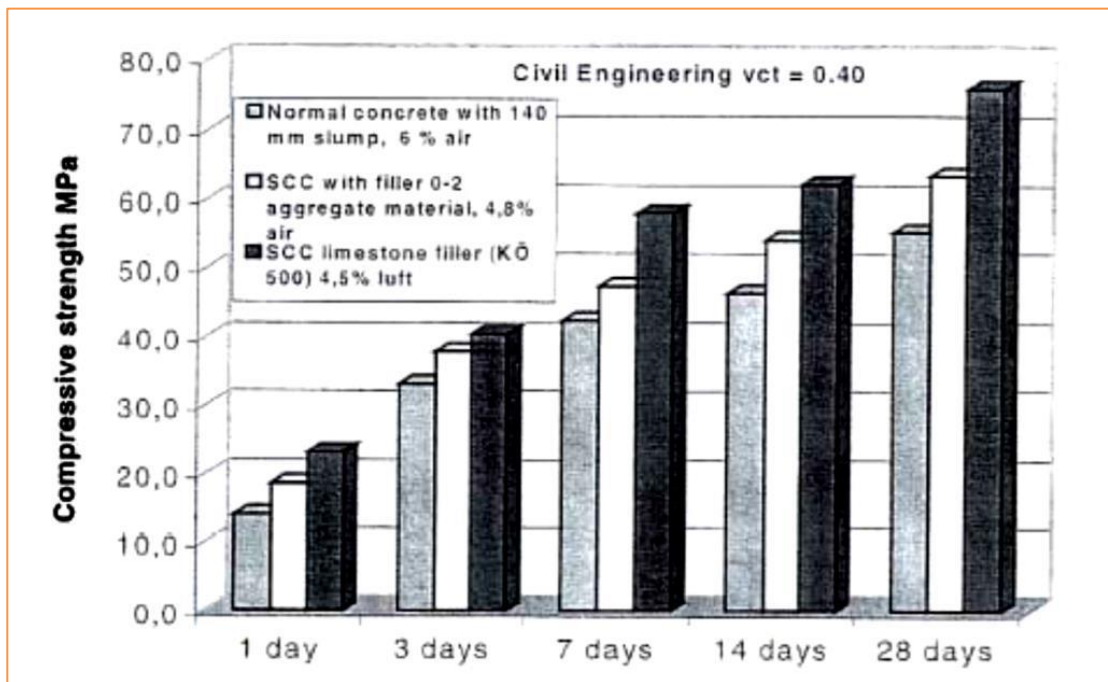


Figure 2.20 – Résistance mécanique d'un BV et de deux BAP (de formulations différentes) [59].

En outre, les SP et les agents de viscosité ont des répercussions sur la résistance mécanique des BAP. Selon [59, 70], Felekoğlu et al. ont indiqué que la résistance aux jeunes âges diminue sensiblement en présence de l'agent de viscosité. Par contre, Shi et al. ont remarqué que certains SP entraînent des effets secondaires comme le retard de la prise qui aboutit à l'augmentation de la résistance mécanique au jeune âge. Cependant, à long terme, la résistance à la compression des BAP est, soit inférieure à celle des BV, ce qui est attribué aux quantités importantes de fluidifiant et à la présence du filler calcaire, soit égale à celle des BV [70].

La résistance à la compression peut être influencée par des paramètres de la formulation (volume de pâte, le rapport E/C et le rapport E/L). D'après [70], Turcry et al. rapportent que le volume de pâte a un effet réel mais limité sur la résistance à la compression en observant une diminution de 12% de la résistance pour une augmentation de 57% du volume de pâte. De même, Pineaud remarque que le volume de pâte a une faible influence sur la résistance en compression, d'après [70]. Koliass et Georgiou [106] ont constaté que lorsque le volume de pâte augmente, la résistance diminue et que cette diminution est plus accentuée pour des faibles rapports E/C. Ce rapport E/C est aussi un facteur déterminant de la résistance à la compression. D'après [107], le développement de

la résistance est d'autant plus rapide que le rapport E/C est faible (Figure 2.21). Parallèlement au volume de pâte, le rapport E/L est considéré comme l'un des facteurs les plus influents sur la résistance en compression des BAP, néanmoins, Pineaud a montré que son influence est comparable à celle obtenue par d'autres auteurs sur des BV, d'après [70].

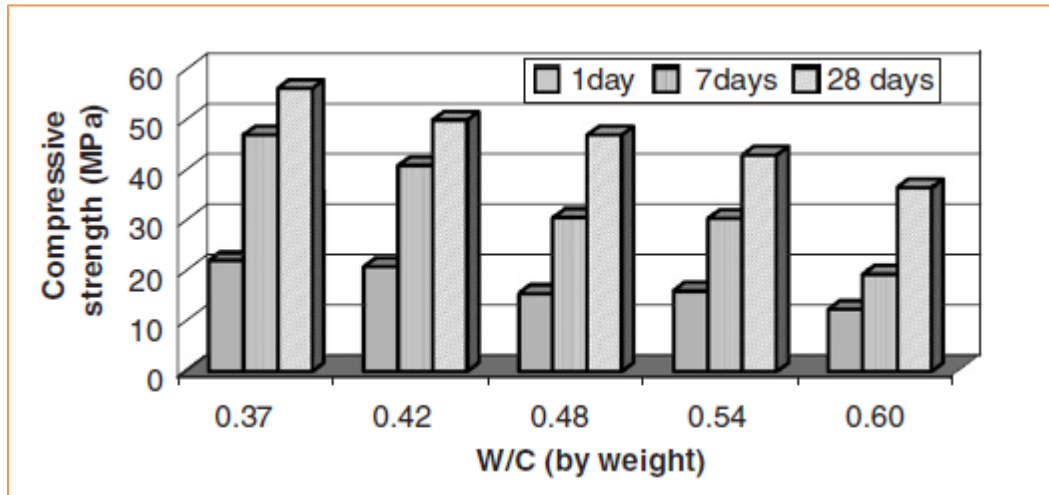


Figure 2.21 – Evolution de la résistance en compression des BAP [107].

2. 8.2 – Résistance à la traction

Le BAP, comme le béton ordinaire, peut-être fourni avec toute classe de résistance à la compression spécifiée. Pour une classe de résistance de béton donnée, la résistance à la traction des BAP peut être assurée à être identique à celle d'un béton ordinaire étant donné que le volume de pâte (ciment + fines + eau) n'a aucun effet significatif sur la résistance à la traction [82]. Cependant, Sonebi et Bartos ont trouvé que la résistance à la traction par fendage du BAP à 28 jours est plus élevée que celle du béton traditionnel, d'après [107]. Mais, les valeurs de résistance à la compression du BAP et du béton traditionnel à 28 jours sont différentes. D'après [79], Klug et Holschemacher ont constaté que pour une résistance à la compression donnée, la résistance à la traction était comparable ou légèrement supérieure à celle du béton conventionnel. Felekoğlu et al. [107], ont également montré que la résistance à la traction par fendage des BAP est habituellement plus élevée que celle du béton traditionnel en raison d'une meilleure homogénéité provenant de la production sans vibration. Selon [69], Leeman et al. ont indiqué que cette augmentation a été attribuée à l'amélioration de la qualité de l'interface pâte-granulats dans les BAP qui est liée à l'ajout des fines dans leurs composition.

En ce qui concerne la résistance à la compression et la résistance à la traction des BAP, Domone [77], a indiqué que le rapport entre la résistance en traction et la résistance en compression des BAP est similaire à celui des BV. L'AFGC [64], a rapporté que le rapport entre les résistances des BAP est a priori peu différent de celui des BV. Toutefois, il est conseillé, lorsque la résistance en traction présente une importance particulière pour une application donnée, d'effectuer des mesures préliminaires lors des essais de qualification de la formulation. Gibbs et Zhu [105], ont fait des tests comparant les BAP aux BV, sur des éléments standards :

- ❑ Des cubes de 150 mm, pour mesurer la résistance à la compression ;
- ❑ Des cylindres pour mesurer la résistance à la traction par fendage.

Le tableau suivant présente les résultats des résistances obtenues à 28 jours :

Tableau 2.7 – Résistances à 28 jours pour des éléments standards [105]

Résistance à 28 jours	BAP	Référence (BV)
Résistance à la compression (MPa)	47,2	37,1
Résistance à la traction (MPa)	3,4	2,4
Résistance à la traction / Résistance à la compression	0,072	0,065

Les auteurs ont conclu également qu'il y a une légère différence entre la résistance à la traction et à la compression des BAP et des BV. Par contre, Turcry et al. ont constaté que le rapport entre la résistance à la traction et la résistance à la compression se situait entre 0,087 et 0,1 pour le BAP et 0,075 pour le BV, d'après [79].

2. 8.3 – Module d'élasticité

Le module d'élasticité du béton est principalement lié à sa résistance à la compression ; alors qu'il augmente lorsque cette dernière augmente [107]. Ainsi, à résistance égale, un BAP aurait donc le même module qu'un BV [59, 70]. Cependant, comme le granulat représente la grande masse du volume de béton, chose certaine que le module du béton est conditionné par le module du granulat et par les proportions volumétriques qu'il occupe dans le béton [2]. Par conséquent, le module des BAP est en moyenne plus faible que celui des BV [64]. Par ailleurs, les BAP sont formulés de telle sorte à ce que le volume de la pâte soit plus important et les proportions granulaires soient

plus faibles que les BV. Felekoğlu et al. [107], ont indiqué que les mélanges du BAP ont des modules faibles que les BV. En général cette tendance peut être attribuée à la faible quantité des gravillons et à l'augmentation du volume de la pâte.

Il existe de nombreuses expressions pour le BV, afin de prédire le module d'élasticité qui est principalement lié à la résistance à la compression et à la densité du béton. En tant que matériau différent, le BAP peut présenter une relation différente entre le comportement contrainte-déformation puisque les mélanges de BAP ont une plus faible quantité de gravillons [107]. Diverses études sur le module du BAP ont abouti à des conclusions contradictoires. Selon [107], Persson a indiqué que le module du BAP coïncidait bien avec les mêmes propriétés du BV lorsque la résistance était maintenue constante. Erik et Pentti ont trouvé des résultats similaires. D'autre part, l'étude expérimentale réalisée par Dehn et al., a montré que le module du BAP est inférieur à celui du BV ; donc le BAP est « plus doux ». Jacobs et Hunkeler ont trouvé qu'à une résistance donnée le module d'élasticité du BAP est inférieur à celui d'un BV. Cela est dû à la plus petite taille de gravillon du BAP et à la plus grande quantité de pâte de ciment du BAP.

Comme pour la résistance à la compression, d'autres paramètres influencent également le module d'élasticité et que le module du béton dépend des proportions volumiques de ses constituants et de leur module respectif. Domone a conclu que le module des BAP est également plus faible que celui des BV, si le rapport G/S est plus élevé pour les BV que pour les BAP et diffère peu de celui des BV, si le rapport G/S est similaire et est inférieur à 1, d'après [98]. Turcry et al. ont montré une diminution du module des BAP avec l'augmentation du volume de pâte. Toutefois, selon ces mêmes auteurs, l'influence du volume sur le module est négligeable. Pineaud a observé des valeurs de déformation à la rupture très voisines pour les BAP et les BV. Parallèlement au volume de pâte, il a observé une diminution du module avec l'augmentation du rapport E/L (résultat en accord avec la diminution de la résistance en compression, ainsi que la diminution de la compacité de la matrice), d'après [70].

2. 8.4 – Porosité

La porosité est généralement considérée comme un paramètre de premier ordre qui caractérise le béton vis-à-vis de la durabilité. Ce n'est pas l'unique paramètre mais c'est celui qu'il faut déterminer en premier lieu car il va conditionner toutes les propriétés du béton telles que la résistance en compression et les indicateurs de durabilité (porosité

accessible à l'eau, absorption capillaire, perméabilité au gaz, etc.). Le béton, matériau cimentaire plus ou moins poreux, sa porosité diminue au fur et à mesure de l'avancement de l'hydratation (remplissage des pores par les hydrates formés) et que sa valeur n'explique pas tous les phénomènes de transfert. Cependant, la connaissance de la distribution et la taille des pores est tout aussi essentielle. En effet, il existe deux catégories distinctes de pores [46, 54] :

- ❑ Les pores capillaires (macropores) dont le diamètre est supérieur à $0,02 \mu\text{m}$ et qui sont les vestiges des espaces intergranulaires de la pâte à l'état frais. La porosité capillaire est donc liée à l'hydratation et dépend du rapport E/C et de l'âge du matériau ;
- ❑ Les micropores ou pores de gel dont le diamètre est inférieur à $0,02 \mu\text{m}$ et qui sont une caractéristique intrinsèque de l'hydrate. Cette microporosité, au contraire de la précédente dépend faiblement du rapport E/C et est essentiellement due aux C-S-H.

Les dimensions des pores dans le béton sont donc directement liées au rapport E/C de la formulation étudiée. En effet, lorsque le rapport E/C augmente, la porosité devient plus importante et la structure poreuse plus grossière. Les transferts de matières de l'extérieur vers l'intérieur du béton sont alors facilités et la perméabilité du matériau s'amplifie. L'importance du rapport E/C sur cette propriété de transfert est à prendre en compte avec une attention toute particulière [59].

La pâte de ciment s'hydrate uniquement grâce à l'eau de la porosité capillaire étant donné que l'eau des micropores est peu réactive. De plus, il faut noter qu'il existe un réseau de pores à l'intérieur du matériau qui est relié à l'extérieur et permet des échanges : il y a donc des phénomènes de transfert entre le matériau et son environnement. D'autre part, le réseau poreux ne se résume pas seulement à la valeur de porosité et de taille de pores. En effet, le réseau poreux est beaucoup plus complexe qu'il n'y apparaît avec les termes de tortuosité et de connectivité [46]. On peut classer les pores en trois familles (Figure 2.22) :

- ❑ Les pores interconnectés ou communicants (forment la porosité dite ouverte), qui permettent un passage continu à travers le réseau poreux et sont disponibles pour l'écoulement des fluides ;
- ❑ Les pores non interconnectés ou pores isolés (forment la porosité fermée), sans liaison avec le milieu extérieur ;

- ❑ Les pores aveugles ou bras morts, qui sont accessibles seulement par une extrémité. Bien qu'accessibles de l'extérieur, ils ne peuvent pas contribuer au transport par perméation.

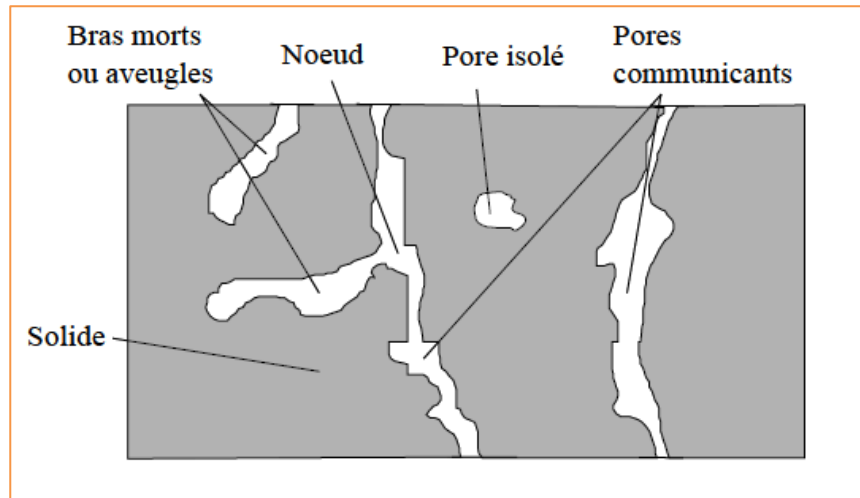


Figure 2.22 – Représentation schématique d'un solide poreux [59].

La porosité est donc une grandeur physique qui permet de caractériser la durabilité du matériau. Le protocole de sa détermination est décrit dans la norme NF P 18-459 [108]. L'essai est conduit dans une ambiance régulée à 20°C. Cependant la méthode de détermination de la porosité accessible à l'eau est une méthode globale qui ne permet pas de séparer les familles de pores. Il sera nécessaire de compléter les résultats obtenus en porosité accessible à l'eau par la porosimétrie à mercure [44]. Enfin, le béton est un matériau hétérogène dont les constituants (granulats, pâte de ciment) ont des perméabilités différentes ainsi que la zone qui se forme entre eux, appelée auréole de transition. Celle-ci est plus perméable que le reste de la matrice cimentaire mais son influence sur la perméabilité d'un béton dépend surtout du degré d'interconnexion de ces zones d'interface [59].

2. 8.5 – Absorption capillaire

Le transfert de liquides dans un matériau à structure poreuse, dû à des tensions de surface dans les capillaires, est appelé « l'absorption d'eau ». Ce mécanisme de transfert n'est pas seulement lié à la porosité du matériau mais aussi à l'humidité relative du béton. L'absorption d'eau à l'intérieur du béton sec est connue pour dépendre de deux paramètres

majeurs à savoir la porosité effective du béton et la vitesse d'absorption par remontée capillaire (absorptivité). Etant donné que le remplissage des capillaires et des vides a lieu en même temps que la montée de l'eau durant l'absorption, seule une combinaison de phénomènes est mesurable et donne une idée sur l'absorption d'eau d'un béton [59].

En pratique, l'absorption d'eau se mesure en faisant sécher une éprouvette de béton à masse constante, puis en l'immergeant dans l'eau et en mesurant l'augmentation de sa masse au cours du temps. Un autre type d'essai pour évaluer l'absorption d'eau consiste à mesurer le taux d'absorption d'eau par succion capillaire à l'intérieur d'une éprouvette de béton [59]. Cet essai d'absorptivité permet d'exprimer le taux ou la vitesse d'absorption par remontée capillaire [2]. L'absorptivité, à titre d'exemple, est influencée par le rapport E/C. D'autre part, comme pour l'essai d'absorption initiale de surface, plus le taux d'humidité du béton est élevé, plus la valeur mesurée d'absorptivité est faible de telle sorte que, si possible, l'éprouvette doit être séchée à 105 °C avant de réaliser l'essai [2]. L'évaluation du comportement des bétons face à ce mécanisme de transfert permet de compléter et d'approfondir l'analyse des propriétés caractéristiques de leur durabilité.

Pareillement aux propriétés de transfert telles que la perméabilité et la diffusion, la composition particulière des BAP (volume de pâte plus important, additions minérales, etc.) pourrait les entraîner à posséder une absorption d'eau différente de celles des bétons vibrés. Par ailleurs, les résultats de Zhu et al. [109], démontrent que l'absorption capillaire des BAP est inférieure à celle des bétons vibrés (Figure 2.23) et elle est d'autant plus faible qu'ils contiennent des fillers calcaires ou des cendres volantes.

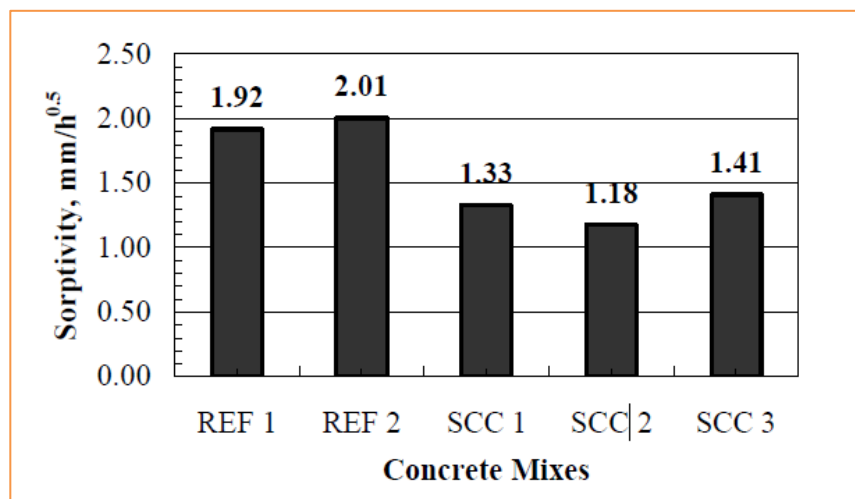


Figure 2.23 – Résultats d'absorption d'eau par capillarité de trois BAP et deux BV [109].

2. 8.6 – Perméabilité

La perméabilité et la diffusivité sont complémentaires et traduisent la résistance des bétons à la pénétration des agents extérieurs. La perméabilité est l'aptitude d'un matériau à se laisser traverser par un fluide, principalement l'eau et le gaz, sous l'effet d'un gradient de pression motrice. Sa mesure va informer sur l'interconnectivité et la tortuosité du réseau poreux. La diffusivité est un mécanisme relatif au déplacement d'une espèce chimique à l'échelle moléculaire sous l'action d'un gradient de concentration [46].

Dans le cas de la perméabilité au gaz, plusieurs paramètres, entrant en jeu lors de l'écoulement d'un gaz à travers un milieu poreux, ont une influence sur la perméabilité. Ainsi, la teneur en eau du béton a un effet marqué sur la perméabilité au gaz, qui est très affectée par la quantité d'eau interstitielle. Dans un matériau poreux, le solide et l'eau se comportent plus ou moins de la même manière, c'est-à-dire en bloquant l'écoulement du gaz. Les échantillons sont donc presque imperméables au gaz quelle que soit leur porosité. Il faut alors drainer l'eau interne, partiellement ou entièrement, avant qu'une mesure de perméabilité au gaz ne puisse être réalisée. D'autre part, plus le rapport E/C est important, plus la perméabilité est forte et moindre est l'influence d'une variation du taux de saturation sur la perméabilité. L'influence du taux de saturation sur la perméabilité au gaz décroît donc avec l'augmentation du rapport E/C [59].

Le deuxième facteur qui influe sur la perméabilité au gaz est la pression d'essai. Celle-ci est inversement proportionnelle au libre parcours moyen. Lorsque ce dernier est bien plus petit que la dimension des pores, l'écoulement est laminaire ou turbulent. En revanche, quand le libre parcours moyen est proche du diamètre des pores, l'écoulement est alors moléculaire. Cependant, la perméabilité peut aussi dépendre des caractéristiques propres au matériau, notamment de sa microstructure [59]. En effet, le béton possède une gamme très étendue de taille de pores (Figure 2.24) :

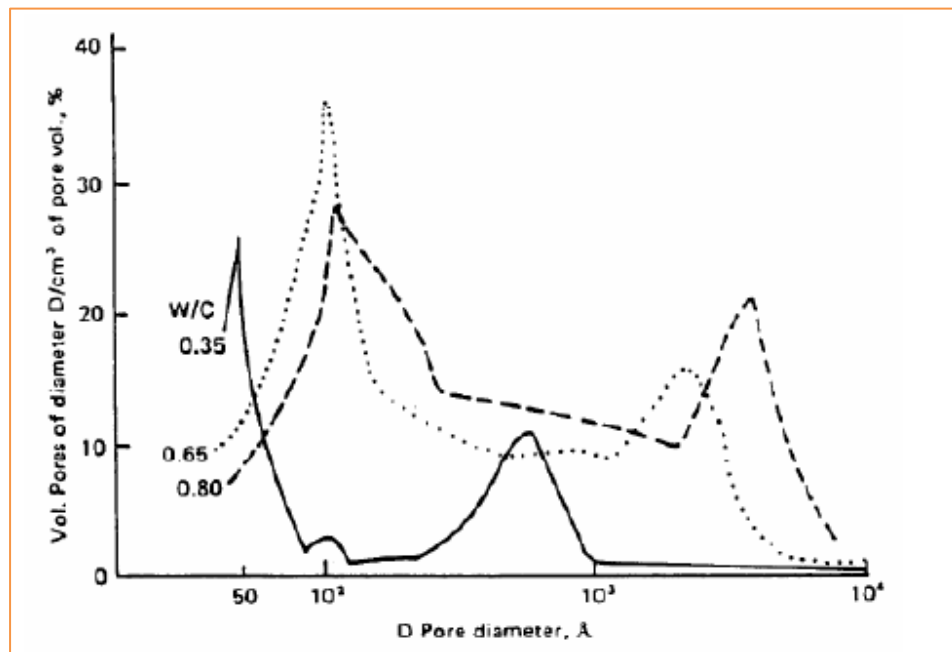


Figure 2.24 – Distribution de la taille des pores de pâtes de ciment à divers E/C [69].

En s'intéressant plus particulièrement à la perméabilité des BAP, il est à noter que l'utilisation des additions minérales fines rend la microstructure du BAP plus dense que celle du BV correspondant et entraîne une diminution de sa perméabilité. Ainsi, les travaux de Zhu et al. montrent que la perméabilité des BAP est moindre que ceux du BV, d'après [69] et elle est d'autant plus faible qu'ils contiennent des additions minérales (Figure 2.25).

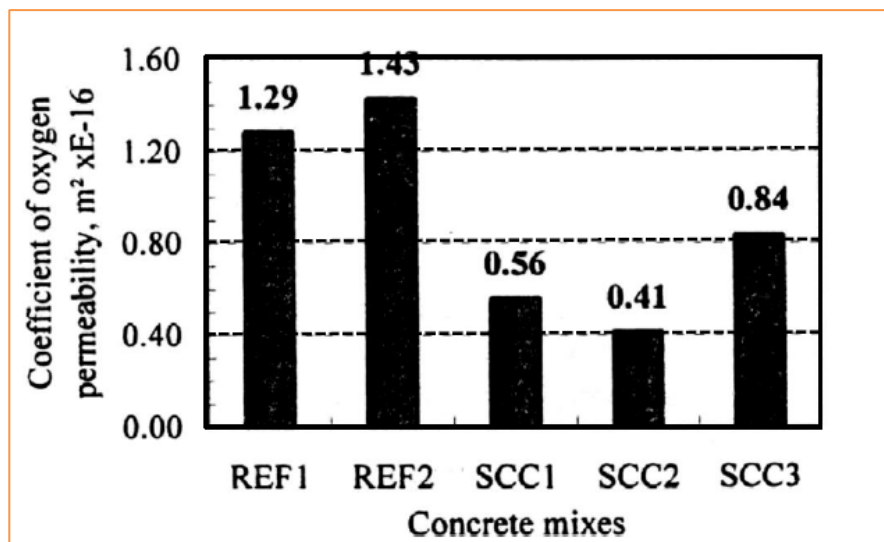


Figure 2.25 – Coefficient de perméabilité à l'oxygène de trois BAP et deux BV [69].

2. 9 – Conclusion

Depuis sa première application dans le béton, au début des années 1960, plusieurs recherches sur l'utilisation du MK comme matière cimentaire supplémentaire ont été menées. Il a été conclu, que le métakaolin est une addition ultrafine de type (II) de pouvoir pouzzolanique élevé comparable à la fumée de silice et peut être utilisée pour améliorer les performances des bétons durcis [1]. Toutefois, son activité pouzzolanique élevée et sa capacité d'améliorer les performances des bétons dépendent de son origine et de ses procédés d'élaboration en produit fini.

Le développement des BAP a conduit à l'emploi des ajouts minéraux afin de lubrifier sa structure granulaire et maintenir une homogénéité permettant à la fois un écoulement sur de grandes distances et éviter la ségrégation [67]. Toutefois, la majorité des études sur les BAP sont conduites avec des ajouts minéraux tels que les fillers calcaires, les laitiers granulés de haut fourneau, les cendres volantes et la fumée de silice et sont basées sur la comparaison de leurs propriétés par rapport à celles des bétons vibrés composés, plus particulièrement, de ciment Portland sans additions (CEM I). D'après les différentes littératures consultées, peu de travaux de recherche ont été menés sur l'emploi du MK comme ajout cimentaire dans la formulation des BAP surtout en présence d'un ciment composé tel que le ciment PLC.

Dans la suite du manuscrit, on s'intéresse à caractériser le MK, produit d'un kaolin local qui est thermiquement activé, à l'admettre en substitution partielle du ciment PLC, comme matière cimentaire supplémentaire et à étudier son effet sur les différentes propriétés des mortiers et des bétons autoplaçants formulés.

CHAPITRE 3
MATÉRIAUX UTILISÉS
ET CARACTÉRISATION DU MÉTAKAOLIN

CHAPITRE 3

MATERIAUX UTILISES ET CARACTERISATION DU METAKAOLIN

3. 1 – Introduction

Le choix des matériaux utilisés dans une composition du béton joue un rôle très important sur ses propriétés et ses performances ultérieures. En effet, la qualité d'un béton dépend de ses constituants qui ont une influence sur son comportement rhéologique à l'état frais, ses performances mécaniques à l'état durci et sa durabilité au cours du temps. De ce fait, la normalisation des modes d'essais et d'identification des composants d'un béton devient une condition nécessaire pour l'obtention d'un béton confectionné selon des normes en vigueur.

Dans ce chapitre, on présente les différents matériaux qui seront utilisés dans la formulation et la confection des bétons à étudier ainsi que leurs essais de caractérisation effectués selon des normes européennes, des normes françaises et des modes opératoires en vigueur. Les caractéristiques physiques, chimiques, thermiques et mécaniques du kaolin et de son MK produit, vont être définies à partir des résultats obtenus en utilisant les différentes techniques de caractérisation.

3. 2 – Matériaux utilisés

3. 2.1 – Ciments

Deux types de ciments courants, fabriqués selon la norme européenne NF EN 197-1 [16], ont été employés lors de l'étude :

- Le ciment Portland (PC) **CEM I 52,5 N** de la société Ciments Calcia, provenant de l'usine de Villiers-au-Bouin (France), a été utilisé dans la caractérisation du matériau métakaolin selon la norme française NF P 18-513 [41]. Sa surface spécifique Blaine est de 3590 cm²/g et sa masse volumique de 3,13 g/cm³. Les caractéristiques physico –

mécaniques ainsi que la composition chimique massique de ce ciment sont données en annexe A1 ;

- Le ciment Portland au calcaire (PLC) **CEM II/A-L 42,5 R** de classe « R » à durcissement rapide, contient 15 % de fillers calcaires et produit par la société Puzzle Etni du Portugal a une résistance minimale de compression à 2 jours de 20 MPa et à 28 jours de 42,5 MPa. Il a été utilisé dans la confection des mortiers et des bétons autoplaçants. Son début de prise est supérieur ou égal à 60 minutes, sa surface Blaine est de 4449 cm²/g et sa masse spécifique est de 3,03 g/cm³. La composition chimique massique de ce ciment, effectuée au CETIM, Boumerdès, Algérie, est présentée dans le tableau suivant :

Tableau 3.1 – Composition chimique massique du ciment Portland au calcaire

Composants	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	CaO libre	Cl ⁻	Ins.	P.F
Teneurs (%)	16,93	5,26	2,82	62,23	1,03	0,65	0,04	2,89	1,78	0,02	1,61	7,83

3. 2.2 – Kaolin

3. 2.2.1 – Gisements du kaolin algérien

Quatre gisements de kaolin, dans le Nord – Est de l’Algérie, à potentiel économique important sont déjà identifiés [110] :

- Le gisement de kaolin de **Tamazert** (Figure 3.1) est localisé dans la commune d’El-Milia (wilaya de Jijel), d’une réserve de plus 15 Millions de tonnes ;
- Le gisement de kaolin de **Djebel Debbagh** (Figure 3.1) est localisé dans la commune de Hammam Debbagh (wilaya de Guelma), d’une réserve de plus 200 Mille tonnes ;
- Le gisement de kaolin de **Sidi Ali Bounab** est localisé dans la commune de Tadmaït (wilaya de Tizi Ouzou) ;
- Le gisement de kaolin de **Adjerda** de la commune de Chekfa (wilaya de Jijel).

La production limitée en quatre vingtaines de milliers de tonnes par an, satisfait quelques besoins locaux des industries céramiques et du papier [111]. Les réserves en place sont estimées à 20 millions de tonnes [110].

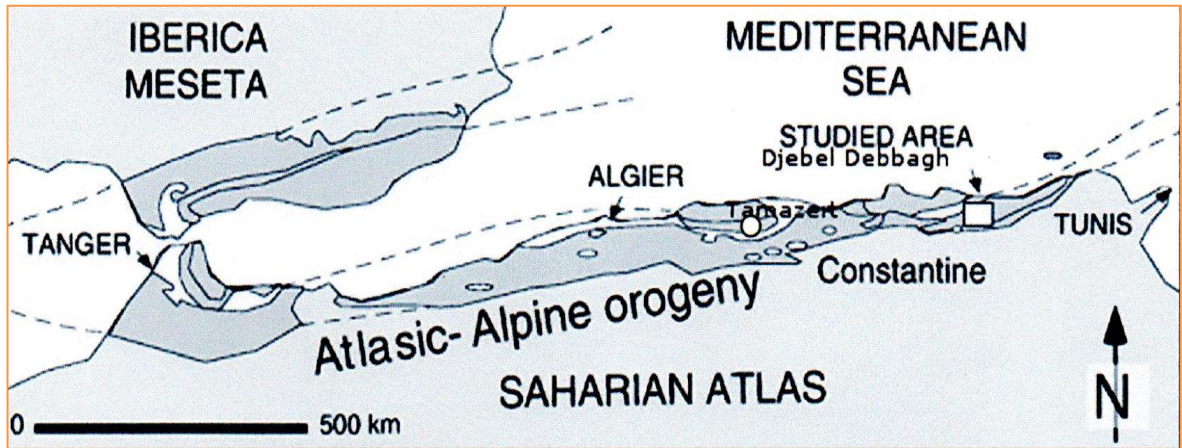


Figure 3.1 – Situation géographique de Tamazert (○) et de Djebel Debbagh (□) [23].

3. 2.2.2 – Différents types des kaolins produits

La Société des Kaolins d'Algérie « SOALKA », qui exploite le gisement de Tamazert et Djebel Debbagh, produit et commercialise sept types des kaolins, selon leurs usages ; on trouve :

- Le kaolin trié KT1,
- Le kaolin traité KT2,
- Le kaolin traité KT3,
- Le kaolin traité KT3B (Blanchi),
- Les trois kaolins triés non traités de Djebel Debbagh DD1, DD2 et DD3.

Ces kaolins sont utilisés comme matière première pour la fabrication de la céramique sanitaire, des carreaux sol et mural, de la vaisselle, du grés cérame, des émaux, du réfractaire et comme produits de charge en papier, abrasifs, caoutchoucs, plastiques, peintures, colles, engrais et autres [112]. Les différents usages de ces kaolins sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 3.2 – Les différents usages des kaolins [112]

Kaolin	Gisement	Type d'intervention	Usages
KT1	Tamazert	triage	industries céramiques, insecticides et autres
KT2 et KT3	Tamazert	traitement	industrie céramiques, plastique et caoutchouc
KT3B	Tamazert	traitement et blanchiment chimique	charge papier
DD1 et DD3	Dj. Debbagh	triage manuel du tout-venant*	industries céramique, vaisselle et autres
DD2	Dj. Debbagh	triage manuel du tout-venant*	industries

(*) : Pas d'installation de traitement

3. 2.2.3 – Kaolin brut de Tamazert

Le kaolin de Tamazert est un gisement primaire où la kaolinite représente le résultat direct de l'altération de gneiss feldspathiques intercalés par de schistes micacés sans transport ultérieur. La zone kaolinisée est constituée de deux principaux faciès qui sont caractérisés par leurs taux de minéraux argileux. Ce sont : le kaolin sableux plus riche en kaolin, sous forme de couche superficielle d'épaisseur de 30 mètres en moyenne et le gneiss kaolinique situé en profondeur. Ces deux faciès sont traversés par des passées ferrugineuses situés le long des failles et des fissures [23].

Ce gisement du kaolin qui a été découvert en 1925 et est exploité depuis 1932, se trouve dans la wilaya de Jijel, au nord - est de l'Algérie et à 17 km au nord de la Daïra d'El-Milia. Sa taille est considérable, mais la roche brute de ce gisement constituée d'un mélange de plusieurs minéraux est si pauvre en kaolinite (voir annexe A2) que certains n'hésitent pas à l'appeler sable de Tamazert, précisément à cause de la concentration très élevés en quartz. La roche primaire, du feldspath orthose, s'est décomposée en donnant différents minéraux, principalement de la silice libre, du mica, de la kaolinite et des impuretés d'oxydes métalliques, avec une proportion appréciable d'oxyde de fer, ce qui contrarie son utilisation par l'industrie locale. La qualité de ce kaolin à l'état brut, est donc très médiocre [32]. Le triage de ce kaolin brut se réalise par extraction mécanisée qui se fait après sélection des sites d'abattage aux moyens d'engins de carrière. Finalement, le

chargement du minerai abattu au moyen de pelles chargeuses et son évacuation vers l'usine de traitement à l'aide de camions à benne [112].

3. 2.2.4 – Kaolins traités de Tamazert

Par nécessité de l'enrichissement du kaolin de Tamazert en kaolinite, la Société des Kaolins d'Algérie « SOALKA » exploite le gisement de kaolin de Tamazert depuis 1994, par la mise en production de l'usine de traitement des kaolins d'El-Milia, située à 11 km du gisement, avec une capacité de traitement de 50 mille tonnes par an [112].

Les trois variétés du kaolin de Tamazert : KT2, KT3 et KT3B qui sont produites (voir Annexe A3), Issus du même gisement, se différencient par les traitements de valorisation et d'enrichissement qu'ils ont subi. Le traitement du kaolin de Tamazert se fait par voie humide, qui est un procédé beaucoup plus complexe ; mais il permet d'obtenir un produit d'une valeur considérablement plus élevée. Un des objectifs principaux du processus de traitement est la séparation totale ou d'une portion sensiblement importante de toutes les impuretés colorantes dans le but de décolorer le produit [26].

Le processus de traitement du kaolin de Tamazert s'effectue comme suit [112] :

- ❑ Réception du kaolin trié KT1 aux trémies de réception ;
- ❑ Homogénéisation de KT1 (pour avoir une teneur moyenne de kaolin produit) puis stockage ;
- ❑ Séparation par voie humide des impuretés ;
- ❑ Décantation – Epaississement (décanteur) ;
- ❑ Blanchiment chimique (pour la production du kaolin blanchi KT3B, soit 25% de la capacité installée de l'usine) ;
- ❑ Filtration et séchage (pour la production des kaolins traités KT3 et KT3B d'une capacité de 2,65 tonnes/heure chacun et du kaolin KT2 d'une capacité de production de 5,30 tonnes/heure) ;
- ❑ Ensachage et expédition des produits finis.

Comme on constate, la production d'un kaolin industriel est conditionnée par une série de processus physico-chimiques et qu'à l'intérieur d'un même gisement, l'intensité de ces processus peut être différente et enfin, aboutir à des kaolins de différentes qualités.

3. 2.2.5 – Kaolin de Tamazert (KT2)

Le kaolin utilisé dans cette étude est un kaolin traité de Tamazert de type KT2. Ce produit fini est fourni sous forme des granules de dimension centimétrique et de couleur ocre jaune (Figure 3.2). La présence de forte teneur en fer dans le kaolin KT2 est responsable de sa couleur ocre jaune [23] qui nous informe sur la présence d'hydroxydes de fer [26]. Koneshloo [26] a remarqué une présence presque toujours du fer dans toutes les kaolinites examinées et que le rapport pondéral $\text{Fe}_2\text{O}_3 / \text{Al}_2\text{O}_3$ varie de 0,01 à 0,03 pour les particules claires. En outre, l'oxyde de fer (Fe_2O_3) est un élément colorant non souhaité (soit $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 2\%$) [13, 26]. Pour notre produit, Fe_2O_3 est supérieur à 2% et le rapport pondéral $\text{Fe}_2\text{O}_3 / \text{Al}_2\text{O}_3$ du kaolin KT2 est de l'ordre de 0,07 : signe indicatif d'une teneur en fer nettement supérieure à celle de "kaolinites blanches et plus claires". Son analyse chimique, qui a été effectuée au CETIM, Boumerdès, Algérie, est donnée au tableau 3.3.



Figure 3.2 – Kaolin de Tamazert KT2.

3. 2.3 – Métakaolins produits

Trois types de MK ont été produits par traitement thermique du kaolin KT2 à une température de 850 °C respectivement pendant 2, 3 et 4 heures de séjour dans un four électrique à lit fixe de type « Vecstar Ltd » (Figure 3.3) du Laboratoire de Recherche de Génie Civil (LRGC) de l'université de Laghouat. Ce four qui peut atteindre une température de 1200 °C, permet une montée en température linéaire de 10 °C par minute.



Figure 3.3 – Calcination du kaolin KT2.

Les MK issus de cette calcination, de couleur brun-rouge, sont ensuite broyés très finement et tamisés sur le tamis de 80 μm (Figure 3.4). Selon Chandrasekhar et Raghavan [23], la teinte brun-rouge des MK produits est due à la présence de fer sous forme Fe^{2+} . Ce fer provient de la goethite jaune (Hydroxyde de fer : $\text{FeO}(\text{OH})$) dans le kaolin de départ, qui a été transformée en hématite rouge (Oxyde de fer : Fe_2O_3) par déshydratation du fer en substitution octaédrique dans la kaolinite et dans le mica transformé en oxyde libre lors de la destruction de leurs réseaux par déshydroxylation en MK. L'analyse chimique, effectuée au CETIM, Boumerdès, Algérie, des différents MK produits respectivement à 2, 3 et 4 heures de calcination et désignés respectivement comme MK2, MK3 et MK4, est également présentée au tableau 3.3 :

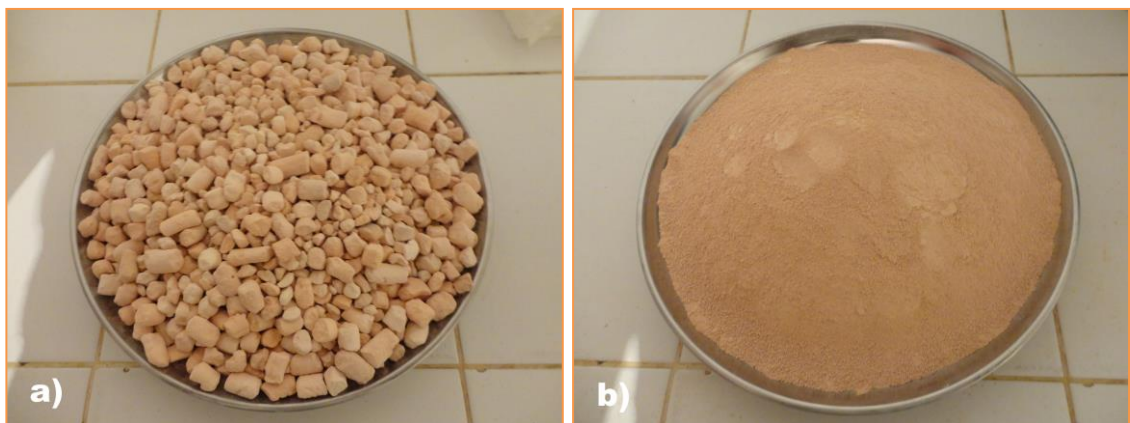


Figure 3.4 – a) Kaolin KT2 calciné et b) Kaolin KT2 calciné et broyé.

Tableau 3.3 – L'analyse chimique du kaolin et des métakaolins

Composants (%)	KT2	MK2	MK3	MK4	NF P 18-513
Somme (SiO ₂ + Al ₂ O ₃)	82,74	91,24	91,59	91,49	≥ 90 %
SiO ₂	49,18	53,19	53,15	53,56	-
Al ₂ O ₃	33,56	38,05	38,44	37,93	-
Fe ₂ O ₃	2,23	2,69	2,65	2,49	-
CaO	0,13	0,21	0,17	0,39	-
MgO	0,42	0,57	0,47	0,50	≤ 4,0 %
SO ₃	0,03	0,03	0,03	0,01	≤ 1,0 %
Na ₂ O	0,05	0,23	0,08	0,21	-
K ₂ O	3,11	3,52	3,43	3,41	-
TiO ₂	0,33	0,37	0,37	0,35	-
P ₂ O ₅	0,16	0,17	0,17	0,18	-
CaO libre	-	-	0,13	-	≤ 1,0 %
Cl ⁻	-	-	0,01	-	≤ 0,10 %
Perte au feu	10,80	0,97	1,04	0,97	≤ 4,0 %
Valeur de bleu (g/kg)	-	2,6	2,4	2,3	≤ 10 g/kg

Dans la continuité de ce travail, on a opté pour l'utilisation du métakaolin MK3, kaolin calciné pendant une durée de 3 heures et dont ses propriétés pouzzolaniques, représentées par la somme de ses teneurs en silice (SiO₂) et alumine (Al₂O₃) [51], sont supérieures à celles de MK2 et MK4. Ce résultat obtenu est en accord avec celui trouvé par Said-Mansour et al. [50], qui ont indiqué que la réactivité pouzzolanique la plus élevée est obtenue pour le kaolin calciné à 850 °C pendant 3 heures de duration.

3. 2.4 – Granulats

Trois classes granulaires de granulats naturels ont été utilisées lors de l'étude. Un sable alluvionnaire de classe granulaire (0/5), disponible en abondance dans la région de Laghouat et deux gravillons d'origine calcaire, de classes granulaires (3/8) et (8/15), provenant d'une station de concassage de la région de Laghouat. La taille maximale des granulats a été sélectionnée de diamètre 15 mm afin d'éviter l'effet de blocage dans l'essai de la boîte en L [107]. Selon EFNARC [61], la taille maximale normale est généralement de 16 à 20 mm. Nos gravillons ont été utilisés sous la forme d'un mélange de gravillons (3/8) et (8/15) dans un rapport de 1 : 2 en poids afin d'assurer un volume de pâte optimal couvrant les granulats. En outre, tous les granulats ont été entreposés et utilisés à leur état humide, et l'on a tenu en compte de la teneur en eau libre du sable et des gravillons et de la teneur en eau du superplastifiant lors du calcul des poids des ingrédients pour les mélanges. Le tableau 3.4 et la figure 3.5 suivants présentent respectivement les caractéristiques physiques et les courbes granulométriques du sable et des gravillons utilisés.

Tableau 3.4 – Caractéristiques physiques du sable et des gravillons

Caractéristiques	Sable (0/5)	Gravillon (3/8)	Gravillon (8/15)
Masse volumique apparente (kg/m ³)	1535	1317	1350
Masse volumique absolue (kg/m ³)	2632	2641	2660
Equivalent de sable	89	/	/
Module de finesse	1,52	/	/
Coefficient d'absorption (%)	0,65	3,75	1,61
Porosité des gravillons (%)	/	/	3,87
Coefficient Los Angeles (%)	/	/	22

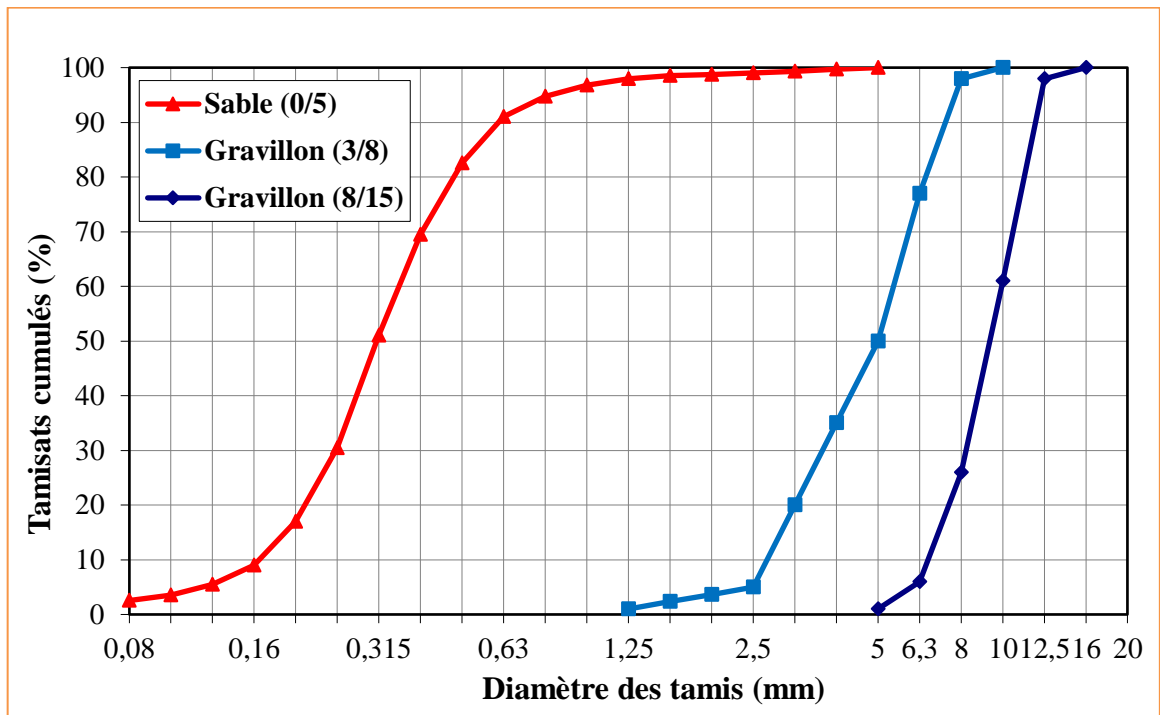


Figure 3.5 – Courbes granulométriques des granulats utilisés.

D'après les résultats de caractérisation, on voit que le sable utilisé avec un module de finesse (MF) de 1,52 est un sable composé majoritairement d'éléments fins à très fins, ce qui nécessite une augmentation du dosage en eau. Un bon sable pour le béton doit avoir un MF d'environ 2,2 à 2,8 [81]. Selon l'ACI 211.4R-93, Un sable ayant un MF compris entre 2,5 et 3,2 est préférable pour obtenir une résistance élevée, d'après [66]. Toutefois, un sable avec un MF inférieur peut être utilisé dans les BAP, en ajustant le rapport G/S à la hausse d'après le comité d'ACI 211 (§ 2.3.2.5).

3. 2.5 – Eau de gâchage

L'eau de gâchage peut avoir une influence sur le temps de prise, l'évolution des résistances du béton et la protection des armatures contre la corrosion [113]. Cependant, l'eau potable est considérée comme appropriée pour la fabrication du béton et ne nécessite aucun essai [114]. L'eau de gâchage utilisée pour la confection des différents mélanges est une eau potable de robinet du laboratoire LRGC de l'université de Laghouat.

3. 2.6 – Adjuvant

La norme européenne NF EN 934-2+A1 [68] d'août 2012 définit l'adjuvant pour bétons comme un « produit incorporé au moment du malaxage du béton à une dose inférieure ou égale à 5 % en masse de la teneur en ciment du béton, pour modifier les propriétés du mélange à l'état frais et/ou durci ».

L'adjuvant utilisé dans ce travail (voir Annexe A4), est un SP haut réducteur d'eau de la troisième génération, fabriqué par la société Granitex – Algérie et commercialisé sous le nom « MEDAFLOW 30 ». Il est conçu à base de polycarboxylates d'Ether qui améliorent considérablement les propriétés des bétons et ne présente pas d'effet retardateur. Sa plage de dosage normal d'utilisation a été fixée par le fabricant de 0,5% à 2% du poids de ciment et qu'il sera ajouté dans le béton après que 50 à 70% de l'eau de gâchage ait déjà été introduite. L'utilisation de SP est essentielle pour que le BAP atteigne la capacité d'écoulement nécessaire et que le SP à base de polycarboxylate est principalement utilisé pour produire des BAP à haute performance en raison de sa meilleure capacité à retenir la fluidité du mélange du béton [66]. Les caractéristiques de ce SP utilisé sont données dans le tableau 3.5 suivant :

Tableau 3.5 – Caractéristiques du MEDAFLOW 30

Aspect	Couleur	PH	Densité	Teneur en chlore	Extrait sec
Liquide	Brun clair	6 – 6,5	1,07 ± 0,01	< 0,1 g/l	30%

3. 3 – Caractérisation du kaolin KT2 et du métakaolin MK3

Le kaolin est un minéral argileux kaolinique qui peut être identifié et caractérisé avec des méthodes appropriées. Les caractéristiques du kaolin peuvent influencer les propriétés du MK et, en conséquence, avoir un effet sur la réactivité pouzzolanique. En effet, la taille des particules de kaolin, conditionne la taille des particules de métakaolin. Par ailleurs, la composition minéralogique du kaolin détermine la teneur en métakaolinite ainsi que la teneur en phases minoritaires dans le MK. Ces phases, comme l'illite, peuvent éventuellement présenter une réactivité pouzzolanique [55].

3. 3.1 – Analyse thermogravimétrique et différentielle

L'analyse thermique différentielle (ATD) mesure la différence de température entre l'échantillon à analyser et une référence soumise au même programme de traitement thermique. Si l'échantillon est plus froid que la référence c'est qu'il est le siège d'un phénomène endothermique tel qu'une décomposition. Inversement, si l'échantillon est plus chaud, il s'agit dans ce cas d'un phénomène exothermique, par exemple une recristallisation [23].

L'analyse thermogravimétrique (ATG) mesure la variation de masse entre l'échantillon et la référence soumis au même programme de traitement thermique. La perte de masse de l'échantillon par échauffement thermique peut être due à un départ des molécules d'eau, ou tout autre composé volatil à la température considérée, ou à une combustion [23]. Pour les phyllosilicates, le traitement thermique entraîne l'élimination de matières organiques et la décomposition de certains minéraux souvent associés ainsi que le départ d'eau physiquement liée (déshydratation) et chimiquement liée (déshydroxylation) [30, 35].

Les mesures d'analyse thermique différentielle et gravimétrique du kaolin KT2 ont été réalisées, au niveau du laboratoire de Mécanique et Matériaux Génie Civil (L2MGC) de l'université de Cergy-Pontoise, France, à l'aide d'un dispositif ATD-ATG couplé (Figure 3.6) qui peut atteindre une température de 1650°C. La vitesse de chauffage a été de 10°C/min, entre la température ambiante et 1500°C.



Figure 3.6 – Appareil NETZSCH STA 449 *F1 Jupiter*®.

Les résultats de l'analyse du kaolin KT2 sont présentés sur la figure suivante :

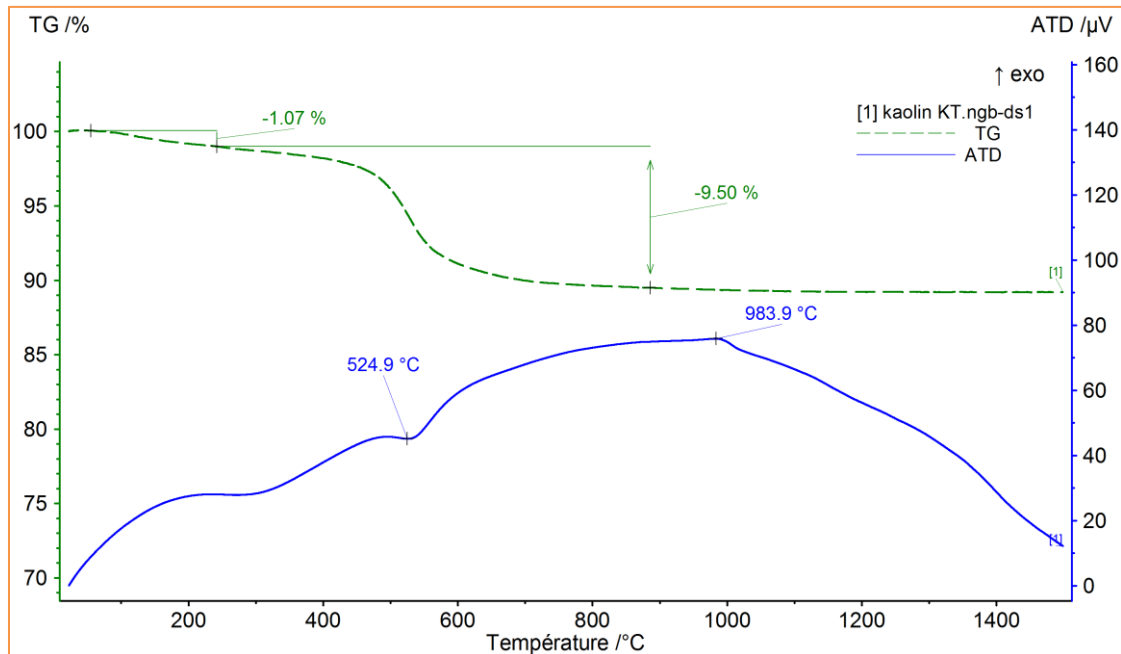


Figure 3.7 – ATD et ATG du kaolin KT2.

La courbe d'ATG du kaolin KT2 a montré deux pertes de masse distinctes ; la première a lieu entre 100 et 200 °C environ, attribuée au processus de pré-déshydroxylation, à laquelle correspond une perte de masse aussi élevée que 1,0%, associée à la libération des eaux de surface [115], la seconde commence à 250 °C et se termine à 800 °C, ce qui correspond à une perte de masse relativement élevée (9,5%) due à une libération de groupements hydroxyles (OH) de la structure de la kaolinite et de conversion de kaolin en métakaolin [116, 117]. Toutefois, cette perte de masse à grande amplitude est inférieure à celle associée à la déshydroxylation d'une kaolinite idéale (13,95%) : ceci est due à la présence d'impuretés [13].

La courbe d'ATD présente deux pics, à savoir : un pic endothermique à 525 °C qui fait référence à la déshydroxylation de la kaolinite [118] et la formation d'une phase désordonnée (métakaolinite) [117] ; et un pic exothermique à 984 °C, qui peut être attribué à la recristallisation de la métakaolinite et la formation d'une phase cristalline, tel qu'un spinelle ou de mullite [117, 119]. Cette température de début du phénomène exothermique est relativement basse : ceci est dû probablement au fait que notre kaolin contient des

composés ferriques [25]. Selon [26], Delineau a indiqué que les défauts structuraux de la kaolinite augmentent par la présence du fer dans la structure de la kaolinite.

Sur le pic endothermique de déshydroxylation, on définit généralement le « Slope Ratio » (S.R) ou rapport des pentes maximales de la branche descendante à la branche ascendante de ce pic (Figure 3.8). Ce rapport (S.R) croît avec le nombre de défauts dans la kaolinite [120]. Lorsque S.R=1, le pic est symétrique et la kaolinite ne présente pas de défauts de surface. Quand S.R=2, de nombreux défauts de surface sont présents [121, 122]. Ainsi, selon la courbe d'ATD, notre kaolin KT2 contenait une grande quantité de défauts de surface.

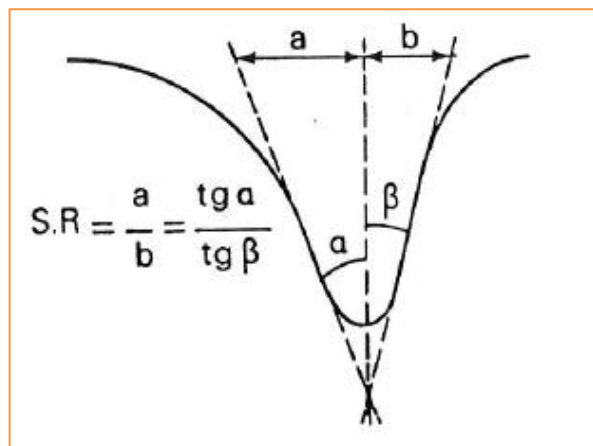


Figure 3.8 – Définition du rapport des pentes maximales (S.R) [120].

D'après Garcia-Diaz [29], les métakaolinites obtenues, après calcination de kaolinites désordonnées, présentent un nombre élevé de défauts de surface qui leur confèrent une réactivité à court terme importante ; toutefois, la présence de fer structural est responsable de la formation de sous domaines « incomplètement amorphisés » qui conduisent à une diminution de la réactivité des métakaolinites. D'autre part, l'absence de fer structural des MK obtenus après calcination de kaolinites ordonnées fait que ces MK présentent une « amorphisation complète » et donc une réactivité à court terme élevée [31]. D'après la figure 3.4.a du kaolin KT2 calciné (§ 3.2.3), on constate clairement la présence de quelques granules de couleur ocre jaune, c'est-à-dire ils sont incomplètement amorphisés, ce qui confirme la présence de fer structural responsable de cette situation dont la réactivité est moindre. En outre, d'après la figure 3.4.a toujours, on peut conclure que notre KT2 est un kaolin à caractère polyphasique (présence de plusieurs types de

kaolinites à son sein) [29] et dont presque la totalité ont une amorphisation complète après calcination (granules de couleur brun-rouge).

3. 3.2 – Analyse Minéralogique

3. 3.2.1 – Analyse chimique

L'analyse élémentaire par spectrométrie de fluorescence à rayons X permet de déterminer la teneur en éléments, exprimée en équivalent d'oxydes, de l'échantillon [55]. Le résultat de cette analyse (Tableau 3.3) montre que le kaolin KT2 est riche en silice et alumine (éléments majeurs) avec un rapport silice/alumine de 1,47 qui est nettement supérieur à 1,18 d'une kaolinite pure (§ 1.2.3.2). Cette valeur élevée est liée probablement à la présence de silice libre (voir § 3.2.2.3), en leur sein [23, 123] sous forme du quartz [28, 30], ainsi que d'autres impuretés [124].

Les kaolins de Tamazert se distinguent alors par leurs fortes teneurs en SiO_2 , Fe_2O_3 et K_2O [23]. Les échantillons riches en K_2O sont également riches en fer. Toutefois, la teneur en fer est plus faible dans les gisements riches en alumine, ce qui traduit simplement la pureté et la blancheur de ces produits (absence d'autres minéraux qu'alumineux). Cela est vrai, même pour un gisement qui est réputé pour sa teneur assez élevée en K_2O [26]. Par conséquent, notre kaolin KT2 qui n'est pas assez riche en alumine, il est riche en K_2O et est également riche en fer.

La forte teneur en impureté, comme le fer ($\text{Fe}_2\text{O}_3 > 2\%$) qui est responsable de la couleur ocre jaune de notre kaolin [23], peut avoir un impact sur la déshydroxylation de la kaolinite [55]. Les défauts cristallins sont principalement reliés à la présence de fer dans la kaolinite [120]. D'après [25], Schroeder et Pruett ont indiqué que le fer qui se trouve en substitution dans les sites octaédriques des phyllosilicates entraîne généralement un désordre structural favorable à la déshydroxylation. D'ailleurs, la présence d'impuretés dans le kaolin est responsable de la diminution de sa cristallinité et que la clarté (kaolin pur) augmente avec l'ordre structural de la kaolinite et la teneur en fraction fine [125].

Le kaolin KT2 montre une perte au feu relativement faible (10,8%) associée à une forte teneur en K_2O : ceci est dû à la présence d'une phase micacée [23, 28]. Selon Soro [25], cette perte au feu très inférieure à celle attendue pour de la kaolinite pure (13,95%) et en accord avec l'hypothèse de la présence de silice libre en quantité importante.

Le kaolin KT2 renferme une faible quantité des oxydes de titane (TiO_2), présentait sous forme d'anatase [120]. Dans les kaolins sédimentaires, les oxydes de titane peuvent atteindre 3,5% en poids. Par contre, les kaolins primaires contiennent beaucoup moins de TiO_2 , généralement moins de 0,5% [126]. Ces résultats indiquent que notre kaolin est un kaolin primaire.

Le tableau 3.3 montre que le MK3 présente une augmentation significative dans la teneur des phases Al_2O_3 et SiO_2 comme conséquence de l'amorphisation de la kaolinite en métakaolinite [38]. La composition chimique du MK3 met en évidence une teneur très élevée en silice. Le rapport massique $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est égal à 1,38, ce qui est bien supérieur à celui du métakaolin pur de formule structurale AS_2 ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,2$) [44]. Le MK3 est donc un métakaolin impur qui peut contenir une importante quantité de quartz.

3. 3.2.2 – Diffraction de Rayons X (DRX)

L'analyse minéralogique d'une matière argileuse permet d'identifier les espèces minérales (ou composés chimiques) qui la constituent. L'analyse minéralogique du kaolin KT2 et du métakaolin MK3 a été faite par Diffraction de Rayons X (DRX). La diffractométrie de rayons X ou (XRD pour X-ray diffraction en anglo-saxonne) est une technique d'analyse utilisée couramment pour la caractérisation des matériaux solides tels que les ciments non hydratés et hydratés, les bétons, les roches, les argiles, les céramiques et certains produits organiques et pour connaître ainsi l'organisation de la matière [28, 127]. Elle se base sur la diffraction des rayons X sur la matière cristalline, qu'on l'appelle aussi la radiocristallographie. Pour les matériaux non-cristallins, on parle de diffusion. La méthode consiste à soumettre le composé sous forme de poudre à un faisceau de rayons X monochromatique et à recueillir le spectre de diffraction qu'il émet. Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffractogramme [26, 28].

Les résultats de cette analyse, qui a été réalisée au niveau du CETIM de Boumerdès, Algérie, avec un rayonnement X balayant un angle de 0° à 60° (2Θ), sont donnés aux figures 3.9 et 3.10 suivantes :

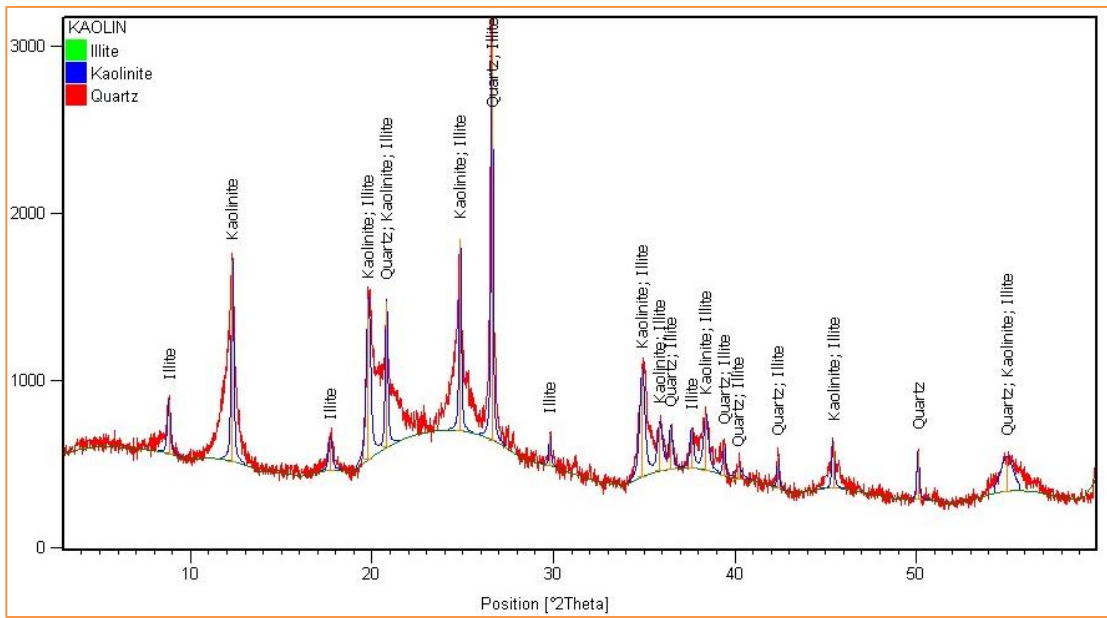


Figure 3.9 – Diffraction des rayons X du kaolin KT2.

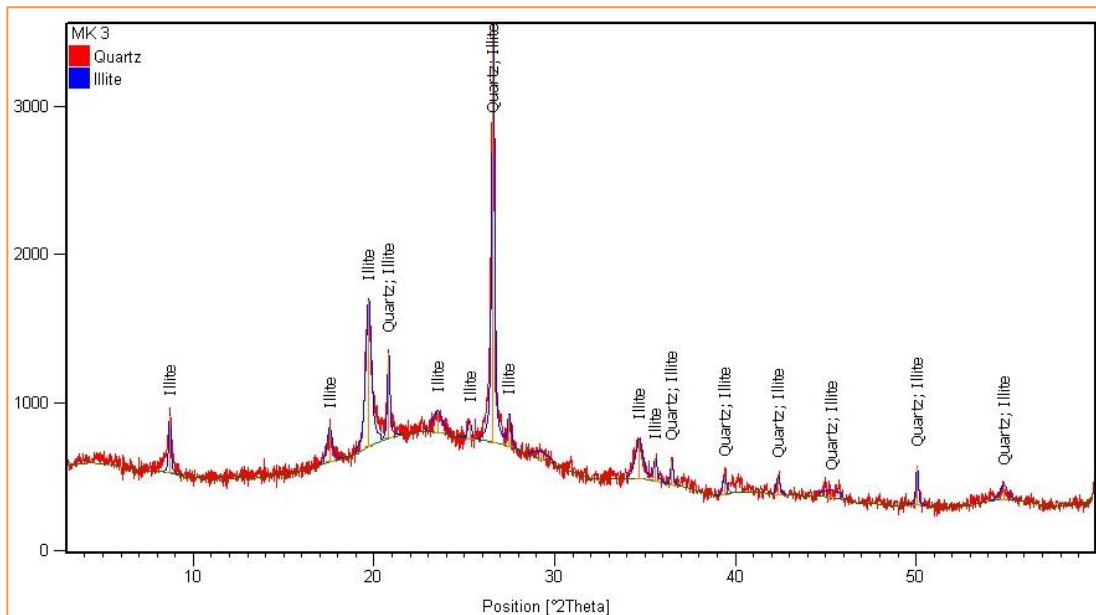


Figure 3.10 – Diffraction des rayons X du métakaolin MK3.

A travers l'analyse de ces diffractogrammes, les phases minérales cristallisées contenues dans ces produits sont identifiées. Le tableau 3.6 récapitule la composition cristalline du kaolin KT2 ainsi du métakaolin MK3.

Tableau 3.6 – Phases minérales cristallisées du KT2 et du MK3

Matériaux	Kaolinite	Quartz	Illite
KT2	✓	✓	✓
MK3	Traces	✓	✓

D'après ce tableau on remarque que :

- ❑ Le kaolin KT2 renferme outre la kaolinite, du quartz et une phase micacée qui correspond à une illite. Selon [25], Castellein a rapporté que la teneur non négligeable en K_2O et le fait que la fin de la déshydroxylation du kaolin soit décalée vers les hautes températures suggèrent la présence d'une phase micacée.
- ❑ Le feldspath, qui est souvent présent dans les matières premières du type kaolin (voir Annexe A3) en tant que résidu de décomposition, n'a pas été détecté par la diffraction des rayons X du kaolin KT2. Toutefois, l'identification des phases peut parfois être compliquée en raison de la faible quantité de certaines phases et que seules les phases cristallines qui sont détectables par cette technique [30, 55, 127].
- ❑ Le traitement thermique du kaolin KT2 à une température de 850 °C au bout de 03 heures de duration a conduit aux résultats suivants :
 - La disparition des pics relatifs à la kaolinite ;
 - L'apparition d'un dôme, pour l'angle d'incidence 2θ compris entre 20 et 30°, indiquant la formation d'une phase amorphe, appelée métakaolinite. Elle correspond à la phase la plus réactive de la série des transformations thermiques de la kaolinite [13].

Ces résultats, qui sont en accord avec ceux trouvés par Said-Mansour et al. [50], prouvent clairement que pendant la calcination, la kaolinite est transformée en une phase amorphe, qui est potentiellement réactive avec la portlandite $Ca(OH)_2$ issue lors de l'hydratation du ciment portland [128].

3. 3.2.3 – Composition minéralogique approchée du KT2 et MK3

Les résultats combinés de l'analyse chimique par spectrométrie de fluorescence X, de la diffraction des rayons X et de l'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique (ATD-ATG) permettent d'évaluer les quantités relatives des

minéraux contenus dans nos produits étudiés. Tout d'abord, le diffractogramme du KT2 ainsi que du MK3 indiquent la présence des différentes phases cristallisées dans chaque produit (Tableau 3.6).

Les analyses thermiques (§ 3.3.1) confirment l'apparition d'une phase amorphe, appelée métakaolinite, grâce à l'effondrement du réseau cristallin de la kaolinite par déshydroxylation endothermique qui entraîne une amorphisation du kaolin KT2 à une température de 850 °C au bout d'une durée de 03 heures.

Ainsi, selon le produit et d'après les phases détectées et les teneurs en oxydes mesurées, les hypothèses suivantes sont émises et les calculs suivants sont utilisés :

a) – Cas du kaolin KT2 : l'approche quantitative a été effectuée sur les bases suivantes :

- ❑ Le potassium est mobilisé par l'illite [$K_2O, 2H_2O, 2(Al_2(Si_3Al)O_{10}OH)$].
- ❑ L'alumine est contenue dans l'illite et la kaolinite [$2SiO_2, Al_2O_3, 2H_2O$].
- ❑ La silice est répartie entre la kaolinite, le quartz et l'illite.

Nous allons utiliser une méthode dite « normative » qui consiste, à partir de la composition chimique globale exprimée sous forme d'oxyde, à estimer [29] :

- ❑ La proportion de l'illite en attribuant le potassium total à l'illite.
- ❑ La proportion de kaolinite à partir de l'alumine totale diminuée de l'alumine contenue dans l'illite.
- ❑ La proportion de quartz à partir de la silice totale diminuée de la silice contenue dans l'illite et de la silice contenue dans la kaolinite.

Soient K_2O_{tot} , Al_2O_{3tot} et SiO_{2tot} les quantités de potassium, d'alumine et de silice contenues dans le kaolin KT2 et exprimées sous formes d'oxyde, on a :

$$\% \text{ illite} = \frac{\% K_2O_{tot}}{94} \times 814$$

$$\% \text{ kaolinite} = \frac{Al_2O_{3tot} - \% \text{ illite} \times (102 \times 3)/814}{102} \times 258$$

$$\% \text{ quartz} = SiO_{2tot} - \% \text{ illite} \times \frac{60 \times 6}{814} - \% \text{ kaolinite} \times \frac{60 \times 2}{258}$$

Avec en g.mol^{-1} :

- Masse molaire de la kaolinite : 258 — — — Masse molaire de K_2O : 94
- Masse molaire de l’illite : 814 — — — Masse molaire de SiO_2 : 60
- Masse molaire de Al_2O_3 : 102

b) – Cas du métakaolin MK3 : l’approche quantitative a été effectuée sur les bases suivantes :

- Le potassium est mobilisé par l’illite [$\text{K}_2\text{O}, 2\text{H}_2\text{O}, 2(\text{Al}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}\text{OH})$].
- L’alumine est contenue dans l’illite et la métakaolinite [$2\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3$].
- La silice est répartie entre la métakaolinite, le quartz et l’illite.

A partir de ces hypothèses, on peut estimer la proportion de ces trois phases dans le métakaolin MK3 en adoptant le calcul normatif utilisé pour calculer la composition minéralogique du kaolin KT2.

$$\% \text{ illite} = \frac{\% \text{K}_2\text{O}_{\text{tot}}}{94} \times 814$$

$$\% \text{ métakaolinite} = \frac{\text{Al}_2\text{O}_{3\text{tot}} - \% \text{ illite} \times (102 \times 3)/814}{102} \times 222$$

$$\% \text{ quartz} = \text{SiO}_{2\text{tot}} - \% \text{ illite} \times \frac{60 \times 6}{814} - \% \text{ métakaolinite} \times \frac{60 \times 2}{222}$$

Avec en g.mol^{-1} :

- Masse molaire de la métakaolinite : 222 — — — Masse molaire de K_2O : 94
- Masse molaire de l’illite : 814 — — — Masse molaire de SiO_2 : 60
- Masse molaire de Al_2O_3 : 102

Le tableau 3.7 regroupe les compositions minéralogiques du KT2 et du MK3 :

Tableau 3.7 – Composition minéralogique du KT2 et du MK3

Matériaux	Kaolinite	Métakaolinite	Quartz	Illite	Autres
KT2	59,28	-	9,70	26,93	4,09
MK3	-	59,36	7,93	29,70	3,01

L'analyse normative ne se boucle pas à 100%, il existe des phases minoritaires dont la proportion est trop faible pour être détectée par la diffraction des rayons X ou bien leur structure « amorphe » les rend indétectables [29]. Parmi ces composés, on trouve :

- ❑ Les hydroxydes de fer plus ou moins cristallisés qui sont responsables de la coloration du kaolin KT2 en couleur ocre jaune qui se transforme en brun-rouge lors de la destruction de leurs réseaux par déshydroxylation du kaolin en métakaolin.
- ❑ Les oxydes de titane (TiO_2), appelés « anatase », qui sont généralement fortement colorés par le fer et par conséquent varient du jaune au brun foncé [126].

On retrouve à travers l'analyse normative un certain nombre de caractéristiques qui permettent d'exprimer que notre matériau est un kaolin primaire :

- ❑ Le matériau renferme une quantité de 59,28% de la kaolinite (> 50%) dont il est considéré comme constituant du kaolin [38] et peut être classé en tant que matière première de qualité moyenne convenant pour la fabrication des additions pouzzolaniques [116].
- ❑ Le kaolin KT2 est donc un kaolin pauvre en kaolinite. Par contre, les kaolins secondaires sont plus riches en kaolinite que les kaolins primaires [29].
- ❑ Les kaolins les plus riches en kaolinites sont assez purs mais contiennent une quantité importante d'anatase [120]. Cas des kaolins sédimentaires (secondaires) ; par contre, les kaolins primaires ont une quantité beaucoup plus faible ($\text{TiO}_2 < 0,5\%$) [126].
- ❑ Le kaolin KT2 est associé à des illites héritées du granit parental, alors que pour les kaolins secondaires, le transport a séparé les grandes plaquettes des minéraux comme la muscovite des petites plaquettes de kaolinite et des quartz fins [29].

Le kaolin KT2 est donc un kaolin pauvre en kaolinite d'une teneur de 59,28% et en conséquence, le métakaolin MK3 est également un MK pauvre en métakaolinite d'une teneur de 59,36%. Le MK3 est ainsi un MK impur et qu'il renferme une importante quantité d'illite ainsi que de quartz.

3. 3.3 – Granulométrie et analyse des paramètres physiques

3. 3.3.1 – Observations microscopiques à balayage (MEB)

La morphologie des particules du kaolin KT2 avant et après calcination a été observée avec un microscope électronique à balayage de type LEICA S430i (Figure 3.11), du laboratoire L2MGC de l'université de Cergy-Pontoise (France). Ce dernier fonctionne sous une tension d'accélération maximum de 20 kV. La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet d'étudier la morphologie (microstructure) de la surface des matériaux. Son principe est basé sur l'interaction entre l'objet observé et un faisceau d'électrons incident. Les électrons secondaires émis par l'échantillon permettent de reconstituer l'image de l'objet. Les poudres observées n'étant pas conductrices, elles sont placées sur des supports carbonés adhésifs (noir) puis métallisées par un dépôt d'or (15 à 20 nm), avant leur introduction dans la chambre d'observation. Les résultats de cette observation microscopique à balayage du kaolin KT2 ainsi du métakaolin MK3 sont donnés aux figures 3.12 et 3.13 suivantes :



Figure 3.11 – Microscope électronique à balayage LEICA S430i.

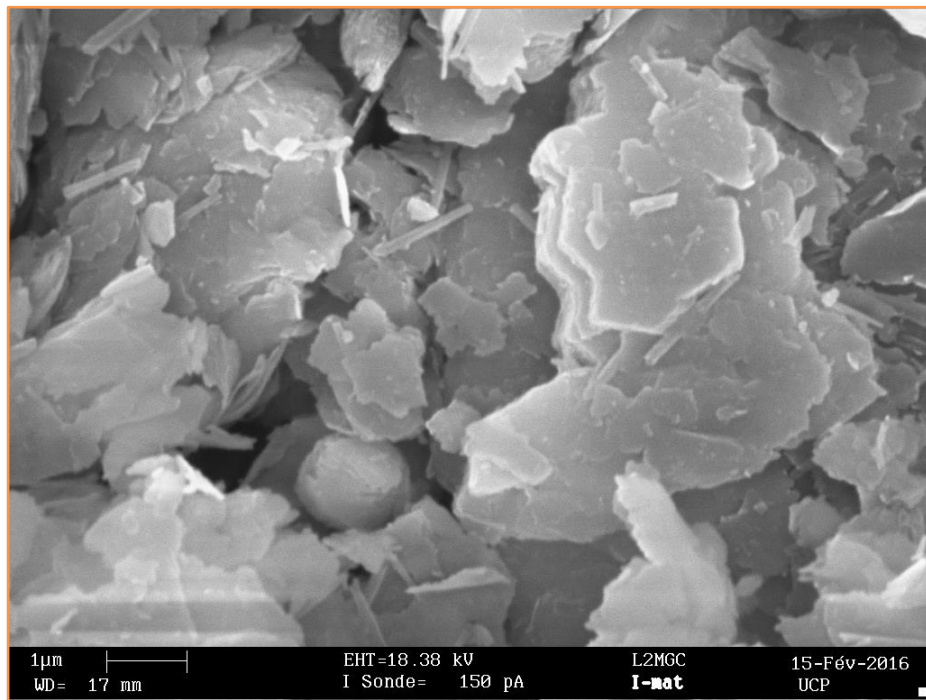


Figure 3.12 – MEB du kaolin KT2.

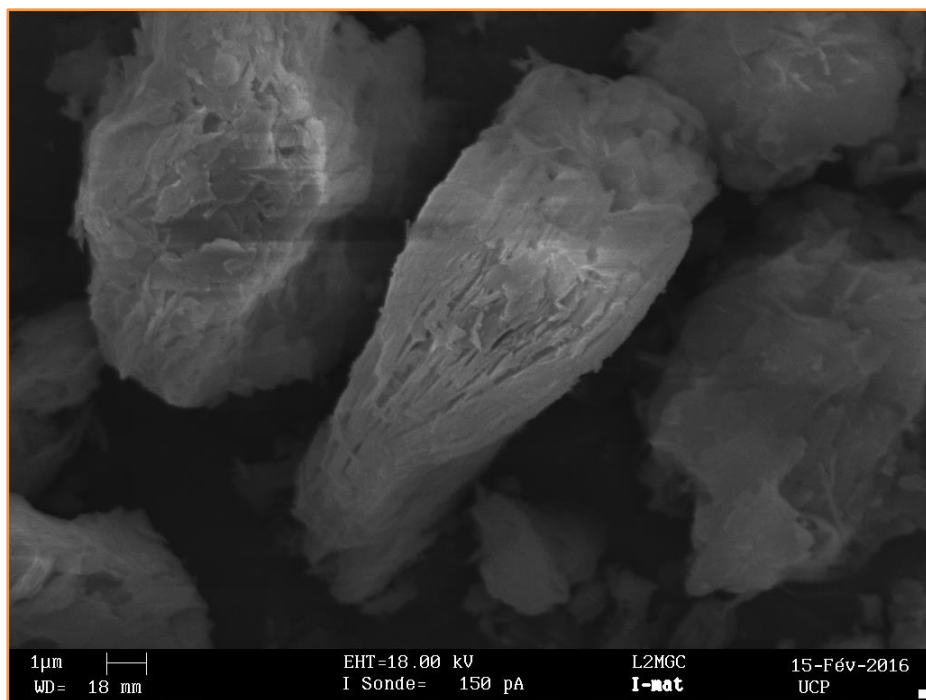


Figure 3.13 – MEB du métakaolin MK3.

La morphologie feuilletée du kaolin KT2 est observable au microscope électronique à balayage (Figure 3.12). Les plaquettes de kaolinite sont regroupées en amas. La surface des plaquettes n'est pas régulière et montre des distorsions notables. Selon Shafiq et al. [129], cette morphologie est généralement celle des kaolinites moyennement à mal cristallisées et que les particules sont devenues plus agglomérées après traitement thermique (Figure 3.13). Le MK produit semble avoir une taille de grain quelque peu plus grossière que le kaolin initial [130].

3. 3.3.2 – Analyse granulométrique laser

La granulométrie d'un matériau est l'étude de la répartition de ses éléments selon leurs tailles. Pour des poudres fines, on utilise un granulomètre laser [28]. C'est une technique, puissante et précise, de mesure globale, c'est-à-dire que les mesures ne sont pas effectuées sur des grains individuels, mais sur une population entière de particules [91]. Elle repose sur la diffusion d'un rayonnement laser par les particules à analyser au sein d'une suspension maintenue en agitation [23]. La poudre est convoyée par de l'eau (suspension liquide) ou par de l'air (suspension gazeuse) et passe dans un faisceau laser. Le laser diffracte sur les particules [28] qui le diffusent à leur tour sur un angle varie en fonction de la taille des particules (Figure 3.14) [23]. Plus la particule est petite, plus l'angle de diffraction est grand [91, 131]. Une modélisation du spectre de diffusion reçu par le détecteur permet de calculer la contribution de chaque classe granulométrique à la diffusion totale. Le résultat est une courbe granulométrique exprimée en pourcentage volumique en fonction de la taille [23].

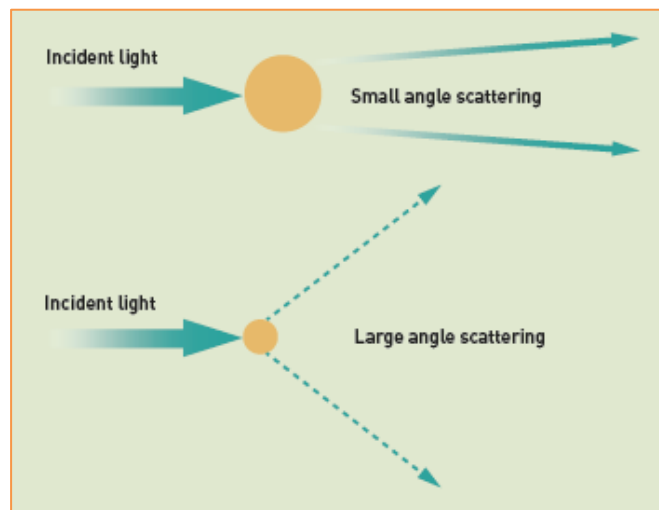


Figure 3.14 – Diffraction de rayon laser sur les particules.

La distribution des particules de la poudre fine peut être donc déterminée par granulométrie à diffraction laser de deux manières différentes :

- ❑ Voie sèche permettant de caractériser des poudres dont on ne détruit pas l'agrégation initiale ;
- ❑ Voie humide permettant de caractériser des poudres dont on détruit l'agrégation initiale si elle existe par ultrasons [52].

De nombreuses matières sèches sont utilisées à sec par leurs consommateurs ou dans les procédés de fabrication. Certains, comme les ciments, les produits alimentaires et les amidons sont modifiés par une hydratation. Dans ces cas, il sera préférable de mesurer à sec la distribution de tailles des particules de ces produits [28].

L'analyse granulométrique du kaolin KT2 a été donnée par la fiche technique du dit kaolin (Annexe A3). Par contre, celle du MK3 a été déterminée par voie sèche et réalisée par la société Solides Divisés Technologies (SDTech), Alès (France), en utilisant un granulomètre laser de la compagnie Malvern de type Mastersizer 3000 avec son accessoire Aero S (Figure 3.15). Ce granulomètre est caractérisé par une plage de mesure qui s'étend de 0,01 μm à 3500 μm .



Figure 3.15 – Granulomètre laser Mastersizer 3000 & accessoire Aero S.

La figure 3.16 et le tableau 3.8 présentent la distribution des particules du KT2 et du MK3 en volume cumulé :

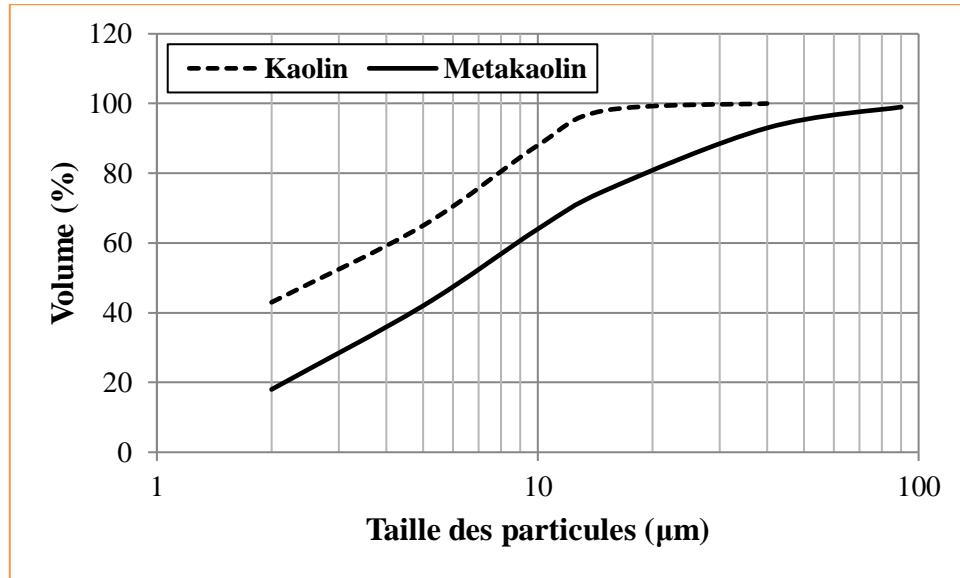


Figure 3.16 – Distribution des particules du KT2 et du MK3 en volume cumulé.

Tableau 3.8 – Distribution des particules du KT2 et du MK3 en volume cumulé

Dimensions		< 2 μm	< 5 μm	< 10 μm	< 15 μm	< 40 μm	< 90 μm
Volume (%)	KT2	43	65	88	98	100	100
	MK3	18	42	64	75	93	99

L'analyse granulométrique montre que le kaolin KT2 est caractérisé par des fines particules, tel que son diamètre moyen d_{50} est de 2,6 μm. Par contre, après le traitement thermique, la distribution de tailles des particules du MK3 a été jugée plus grossière que dans le kaolin non traité, et que la valeur de d_{50} indique également une augmentation de 2,6 μm de la matière non cuite à environ 6,5 μm. Ces résultats sont confirmés par les observations microscopiques et cohérents avec ceux des autres auteurs [115, 118], en indiquant que l'activation thermique provoque l'agglomération des particules (voir figure 3.13) et une augmentation de la taille moyenne des particules d_{50} . Par ailleurs, la distribution granulométrique de notre MK peut être caractérisée par une population de « grandes » plaquettes. D'après Perlot et Rougeau [31], les distributions granulométriques des MK sont caractérisées par trois types de populations :

- ❑ Une population de plaquettes ou d'agglomérats de plaquettes submicroniques centrée sur 0,2 à 0,3 μm ;
- ❑ Une population de plaquettes ou d'agglomérats de plaquettes microniques centrée sur 3 μm environ ;
- ❑ Une population de « grandes » plaquettes ou d'agglomérats de plaquettes centrée sur 8 à 10 μm .

3. 3.3.3 – Mesure de la surface spécifique BET

La finesse de mouture ou « la surface spécifique » ou « la surface massique », c'est une surface développée d'une poudre par unité de masse, exprimée en m^2/kg (éventuellement en cm^2/g ou en m^2/g). La valeur de la surface spécifique dépend de la méthode de mesure, et l'on est ainsi conduit à parler de surface spécifique Blaine ou de surface spécifique BET [8]. La surface des poudres plus fines que le ciment Portland, comme celles de la fumée de silice et des cendres volantes, ne peut pas être déterminée par la méthode de perméabilité à l'air (méthode Blaine), mais nécessite l'utilisation de méthodes par absorption de gaz, telle que la méthode d'absorption d'azote (ou méthode BET) [2]. Pour les poudres très fines et non sphériques, il est donc plus indiqué de mesurer la surface BET [54]. Le principe de la méthode BET (BET du nom de ses inventeurs Brunauer, Emmett et Teller) est fondé sur l'absorption de gaz par les matériaux étudiés. Une masse déterminée de matière est soumise à un dégazage poussé par le vide. L'ensemble de la cellule de mesure est plongé dans un bain d'azote afin de maintenir sa température constante. Des quantités connues d'azote sont alors successivement introduites dans la cellule. La pression résiduelle permet de calculer la surface spécifique qui est en relation directe avec la quantité d'azote adsorbée. Cette surface spécifique renseigne sur la finesse et la porosité ouverte du matériau [54].

La surface spécifique BET de notre MK3, qui est de l'ordre de $14,15 \text{ m}^2/\text{g}$, a été mesurée au niveau de la SONATRACH Division Laboratoires, Boumerdès, Algérie à l'aide d'un dispositif de Quantachrome Instruments. D'après la fiche technique (Annexe A3), la surface spécifique du kaolin KT2 est de l'ordre de $25 \text{ m}^2/\text{g}$. On constate clairement que notre kaolin KT2 a une grande surface spécifique ($25 \text{ m}^2/\text{g}$) qui a été largement diminuée ($14,15 \text{ m}^2/\text{g}$) après traitement thermique. Selon Soury et al. [119], l'augmentation de la taille des particules de kaolin, après le traitement thermique,

entraînera une diminution correspondante de la surface spécifique. Cette diminution est probablement due au frittage et à l'agglomération des particules qui se produisent à la température d'activation thermique [115, 119, 132]. Il est évident d'exprimer que, dès que la surface spécifique diminue la distribution granulométrique du matériau augmente.

3. 3.3.4 – Mesure de la masse volumique absolue

La mesure de la masse volumique absolue du MK3 a été réalisée au niveau du laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) de l'université de Bourgogne (France), à l'aide d'un pycnomètre à gaz de type Micromeritics AccuPyc II 1340, équipé d'une cellule de 10 cm³ et alimenté en gaz Hélium alpha 1 à une pression de 1,6 bar. Le pycnomètre mesure des pressions permettant de déterminer le volume de l'échantillon. A chaque cycle le volume de l'échantillon est ainsi mesuré et la masse volumique de l'échantillon calculée en faisant le rapport de la masse sur le volume. Un certain nombre de cycle est nécessaire afin de dégazer parfaitement les échantillons et obtenir une mesure du volume précise. La valeur de la masse volumique de l'échantillon déterminée est une moyenne réalisée sur les 50 derniers cycles, lorsque la valeur du volume mesuré est stable. La masse volumique absolue mesurée du MK3 est de l'ordre de 2,605 g/cm³. D'après la fiche technique (Annexe A3), la masse volumique absolue du kaolin KT2 est de l'ordre de 2,6 g/cm³. On constate que le kaolin traité thermiquement a la même densité que le kaolin initial. Selon Garcia-Diaz [29], les kaolins et les MK ont sensiblement la même densité qui peut varier entre 2,5 et 2,7 g/cm³.

3. 4 – Caractérisation du MK3 selon la norme en vigueur

La caractérisation de notre MK3 a été faite conformément aux exigences physico-chimiques de la norme française NF P 18-513 [41], considérée comme première norme en Europe sur ce type de matériau [51].

3. 4.1 – Exigences chimiques

3. 4.1.1 – Teneur en silice et alumine

Le MK étant une addition pouzzolanique, il est donc nécessaire qu'il ait une teneur minimale en matière réactive, dans ce cas-ci en silice (SiO₂) et alumine (Al₂O₃) réactives, supérieure ou égale à 90% en masse [41]. Plus les teneurs en silice et en alumine contenues dans le MK sont grandes plus la réactivité sera grande [54].

3. 4.1.2 – Teneur en éléments à effets néfastes

Différents éléments ou composés des additions minérales peuvent avoir des effets néfastes sur les bétons, ce qui explique le besoin d'en limiter leur teneur. C'est le cas surtout : du chlorure (Cl^-), qui peut engendrer des problèmes de corrosion des armatures ; du soufre qui, s'il est disponible et rapidement soluble (sous forme de sulfates (SO_3) par exemple), peut faciliter la production d'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté) gonflante ; de la chaux libre (CaO) et de la périclase (MgO), qui peuvent entraîner des gonflements de la matrice après prise ; de la perte au feu qui, dans le cas de matière imbrûlée (comme le charbon imbrûlé des cendres volantes), peut par exemple interférer avec les agents entraîneur d'air et avoir des conséquences néfastes sur la durabilité des bétons soumis à des cycles de gel/dégel. Ces éléments ou composés sont généralement plus critiques pour les additions provenant de sous-produits industriels (fumées de silice, cendres volantes, laitiers) que pour le MK, en partie parce que les compositions de ces additions sont difficilement contrôlables [51].

3. 4.1.3 – Valeur de bleu

La valeur au bleu de méthylène mesure la capacité d'adsorption d'un matériau. Elle est directement liée à la surface spécifique de ses particules. C'est un test normalisé généralement utilisé pour déterminer la propreté (c'est-à-dire teneur en argile) d'un sol ou d'un granulat. Contrairement au kaolin, le MK absorbe peu le bleu de méthylène. Ce test permet alors de contrôler que le produit est suffisamment cuit, puisque des valeurs trop élevées sont un signe d'une forte présence d'argiles, donc de kaolinite non-déshydroxylées [51]. Cette mesure est utilisée par des producteurs de MK, comme test rapide pour contrôler leur production en continu, puisqu'une valeur au bleu trop élevée se traduit par un manque d'activation du produit, et donc d'une faible réactivité en milieu cimentaire. Ce test permet donc d'avoir dans un délai rapide une idée de la réactivité du produit, sans attendre les 28 jours du test de résistance à la compression [51]. La valeur de bleu, déterminée selon la norme NF EN 933-9, ne doit pas excéder 10 g de colorant par kilogramme de MK [41].

3. 4.1.4 – Bilan

D'après le tableau 3.3, les résultats de ces différentes exigences chimiques : teneur en silice, alumine, chlorure, sulfate, chaux libre, oxyde de magnésium, ainsi que la perte au feu et la valeur de bleu de notre MK3 sont conformes à la norme NF P 18-513.

3. 4.2 – Exigences physiques et mécaniques

3. 4.2.1 – Finesse

La finesse des MK peut se mesurer par la taille de ses particules (§ 3.3.3.2). Cette dernière peut varier de moins d'un micromètre jusqu'à plusieurs dizaines de micromètres. Toutefois, ce mode de mesure n'est pas toujours facile à interpréter car le MK est formé de plaquettes. En effet, comment caractériser une particule par une taille unique lorsque la longueur, la largeur et l'épaisseur varient ? C'est pourquoi on lui préfère généralement une mesure de surface spécifique. La technique BET (§ 3.3.3.3) est utilisée couramment pour mesurer la surface spécifique d'un matériau lorsque les particules sont trop fines, ce qui est le cas des MK. L'ordre de grandeur des surfaces BET varie entre environ 8 et 20 m²/g pour les MK courants [51]. La finesse des MK a un effet sur la maniabilité des matériaux cimentaires, ce qui explique la définition de deux classes de finesses (haute et moyenne finesses), données à titre informatif seulement. Néanmoins, la surface spécifique n'a pas été retenue comme critère d'acceptation ou de rejet des MK, ni pour définir les catégories A et B des MK. La raison de ce choix est que l'indice d'activité des MK n'est pas directement lié à la valeur de leur surface BET (Figure 3.17) [51]. Ainsi, Des MK de surfaces spécifiques comprises entre 8 et 12 m²/g ont montré une activité comparable à celle de produits plus fins (12 à 20 m²/g) [41].

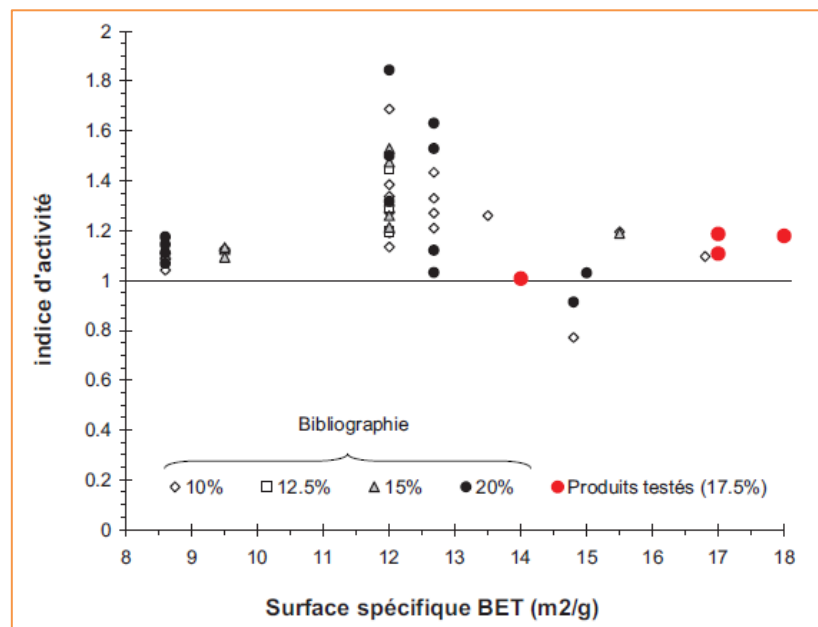


Figure 3.17 – Indice d'activité des métakaolins, à 28 jours, sur éprouvettes normalisées. Effet de la surface BET, pour des taux de remplacement de ciment entre 10 et 20% [51].

La finesse d'un MK selon la norme NF P 18-513 [41], qui spécifie deux catégories de finesse : haute « F_H » et moyenne « F_M », est le pourcentage massique du passant au tamis de 0,063 mm, déterminé selon la norme européenne NF EN 933-1 en voie humide (Tableau 3.9).

Tableau 3.9 – Exigences minimales sur les finesses des métakaolins

Critère	Exigences minimales	
	Catégorie F_H	Catégorie F_M
Finesse	90%	70%

3. 4.2.2 – Demande en eau

Une augmentation de la demande en eau des mélanges de pâtes, mortiers et bétons, a eu lieu lorsqu'un MK est utilisé en remplacement du ciment [49, 133, 134]. Cet effet, qui peut être plus ou moins important selon les MK, a mené à avoir deux catégories de MK (Figure 3.18) en fonction de leurs demandes en eau : MK de demande en eau élevée (catégorie W_H) et MK de demande en eau moyenne (catégorie W_M). Ces catégories donnent une indication sur la demande en eau qui caractérise les MK et les résultats des tests sur pâtes et mortiers ne fournissent pas d'information directe sur l'influence du MK sur la demande en eau des bétons [51].

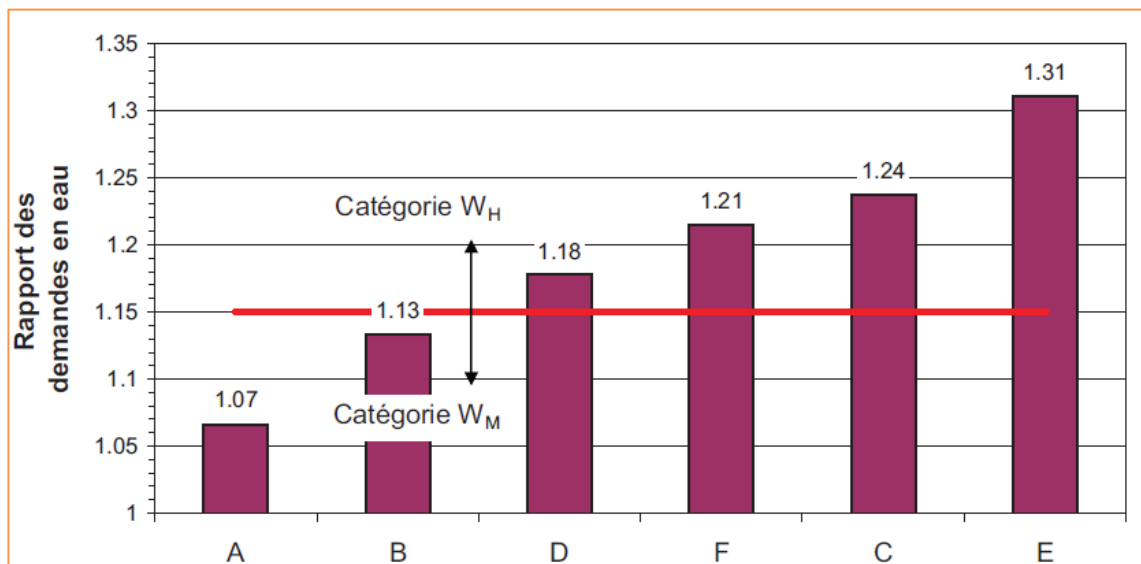


Figure 3.18 – Demande en eau des métakaolins de différentes origines [51].

Ces deux catégories ont été définies à la suite d'essais sur pâte, selon l'essai de consistance normalisée (NF EN 196-3). L'essai consiste à faire pénétrer une sonde normalisée dans des pâtes contenant des quantités d'eau différentes. La consistance normalisée correspond à la teneur en eau introduite lorsque la sonde s'arrête à 6 mm du fond du moule. La demande en eau du MK (Tableau 3.10) est exprimée donc comme le rapport des quantités d'eau nécessaires à l'obtention de consistances normalisées, selon la norme NF EN 196-3, de deux pâtes constituées, pour l'une, de 85% de ciment d'essai et de 15% de MK et, pour l'autre, de 100% de ciment d'essai [41]. Ces teneurs en eau sont respectivement 170 g et 140 g.

Tableau 3.10 – Demande en eau des métakaolins

Critère	Catégories	
	W_H	W_M
Demande en eau	Rapport > 1,15	Rapport \leq 1,15

3. 4.2.3 – Temps de début de prise

Le temps de début de prise d'une pâte préparée avec 85% de ciment d'essai et 15% de MK, déterminé selon la norme NF EN 196-3, ne doit pas varier de plus de 25% par rapport à une pâte de ciment constituée de 100% de ciment d'essai [41]. Ce temps de début de prise est de 155 minutes pour la pâte avec MK3 et de 165 minutes pour la pâte de ciment pur. On constate que notre MK a un effet accélérateur du temps de prise. Des études antérieures ont constaté que l'incorporation de MK avait des effets variables sur le comportement des mortiers et des pâtes. Brooks et al. ont examiné l'effet du MK sur le temps de prise du béton à haute résistance par l'ASTM C 403. Ils ont indiqué qu'il y a eu une augmentation progressive de l'effet retardateur jusqu'à 10% de remplacement, mais une réduction aux niveaux de remplacement plus élevés. Batis et al. qui ont examiné à la fois un kaolin grec localement traité thermiquement et un produit MK commercialisé. Ces auteurs ont trouvé que tous les mélanges de MK avaient des temps de prise significativement plus longs que les pâtes témoins et plus particulièrement avec 20% de MK, d'après [45]. Selon Mounanga [135], la différence de temps de prise entre deux liants est attribuée à une différence de finesse et de teneur en C_3A . Ainsi, le ciment le plus fin et le plus riche en aluminates manifestant la prise la plus rapide. Ces constats sont conformes à nos résultats obtenus.

3. 4.2.4 – Indice d'activité

L'indice d'activité est le seul véritable critère de performance retenu dans la norme pour déterminer la catégorie d'un MK, puisqu'un mauvais résultat sur l'une des autres exigences chimiques ou physiques aura nécessairement des répercussions sur les performances mécaniques du produit [51]. Il a pour objet d'évaluer la régularité d'un produit et ne fournit pas d'information directe sur la résistance du béton contenant le MK. Il est défini uniquement à l'échéance de 28 jours, bien que la réactivité pouzzolanique du MK se développe essentiellement entre 7 jours et 28 jours [41]. L'indice d'activité (Tableau 3.11) est exprimé comme le rapport des résistances à la compression, déterminées selon la norme NF EN 196-1, à 28 jours, de deux mortiers normalisés dont la partie liante est constituée, pour l'un, de 85% de ciment d'essai et de 15% de MK et, pour l'autre, de 100% de ciment d'essai [41]. La résistance à la compression est de 57,50 MPa pour le mortier avec MK3 et de 62,10 MPa pour le mortier de ciment pur. Par contre, pour le mortier avec KT2, elle est de 48,30 MPa.

Tableau 3.11 – Exigences minimales sur les indices d'activité à 28 jours

Critère	Exigences minimales	
	Type A	Type B
Indice d'activité à 28 j	100%	90%

3. 4.2.5 – Bilan

Tableau 3.12 – Caractéristiques physico-mécaniques du KT2 et du MK3

Caractéristiques	KT2	MK3	NF P 18-513
Finesse (%)	-	99,15	$F_H \geq 90$
			$F_M \geq 70$
Demande en eau	-	1,21	$W_H > 1,15$
			$W_M \leq 1,15$
Variation entre les temps de début de prise (%)	-	6,5	Variation $\leq 25\%$
Indice d'activité i_{28} (%)	78	93	A ≥ 100
			B ≥ 90

D'après ces résultats notre MK3 est un métakaolin de type B, d'une grande finesse et d'une demande en eau élevée. Il peut avoir une désignation normalisée comme suit : « Métakaolin (NF P 18-513) – B – F_H – W_H ».

3. 5 – Conclusion

L'analyse des résultats de caractérisation des différents matériaux étudiés dans ce chapitre nous conduit à faire la synthèse suivante :

1. Le ciment et l'eau de gâchage sont appropriés pour la confection des bétons ;
2. Le SP à base de polycarboxylate est approprié pour produire des BAP à haute performance par l'effet de sa meilleure capacité à retenir la fluidité du mélange de béton. En outre, le SP utilisé ne présente pas d'effet retardateur ;
3. Une attention particulière est nécessaire lors de la formulation des mélanges avec le sable alluvionnaire, du fait qu'il a une majorité d'éléments fins à très fins ($MF = 1,52$) ; toutefois, il peut être utilisé dans les BAP, en ajustant le rapport G/S à la hausse d'après le comité d'ACI 211 ;
4. Les gravillons (3/8) et (8/15) seront utilisés sous la forme d'un mélange du rapport en poids de 1 : 2 respectivement, afin de limiter le pourcentage en éléments fins et d'assurer un volume de pâte optimal couvrant les granulats ;
5. Le kaolin KT2 est un kaolin primaire à qualité moyenne, composé de 59% de la kaolinite, associé à d'autres minéraux tels que l'illite et le quartz et convenant pour la fabrication des additions pouzzolaniques ;
6. Le MK produit est un métakaolin impur, à fer structurel, caractérisé par une population de grandes plaquettes et une réactivité à court terme moindre ;
7. Le MK produit est un métakaolin de type B, présentant une activité pouzzolanique moyenne, d'une grande finesse et d'une demande en eau élevée. Il peut avoir une désignation normalisée comme suit : « Métakaolin (NF P 18-513) – B – F_H – W_H ».

La caractérisation de ces différents matériaux nous permettra de les utiliser, en étapes suivantes, dans les formulations à adopter et dans la procédure expérimentale à réaliser pour les différents mortiers et bétons autoplaçants confectionnés à base du MK.

CHAPITRE 4
FORMULATIONS
ET PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE 4

FORMULATIONS ET PROCEDURE EXPERIMENTALE

4. 1 – Formulations adoptées

L'étude de la composition d'un béton consiste à déterminer les quantités nécessaires de ses différents composants, tout en particulier son dosage en ciment et en eau, afin de réaliser un béton dont les qualités soient celles recherchées pour la construction de l'ouvrage ou de la partie d'ouvrage en cause [81].

Lors de la formulation d'un BAP, sa caractérisation est nécessaire. Cela consiste à connaître son comportement à l'état frais à partir de certains essais spécifiques. Évidemment, un béton n'est pas qualifié d'autoplaçant par rapport à sa composition, mais parce qu'il possède certaines propriétés à l'état frais : la capacité de remplissage, l'aptitude à l'écoulement et la résistance à la ségrégation [63]. Bouhamou et al. précisent que la formulation du BAP requiert une étude précise notamment dans le choix de ses constituants, et l'optimisation des paramètres influant, en particulier, le rapport Eau/Ciment (E/C), le rapport Addition/Ciment, le dosage en SP, le volume de pâte et le diamètre maximal des gravillons, d'après [71].

Les principaux essais réalisés sont empiriques, et ont pour objectif de vérifier les différentes propriétés définies ci-dessus. Ils sont destinés à caractériser le béton avec les termes qualitatifs de fluidité, hétérogénéité et absence de blocage [78]. Selon Koehler [79], bien que la rhéologie puisse être utile pour décrire l'écoulement du béton, la simple connaissance du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique peut être insuffisante pour prédire les performances du béton. Par exemple, deux bétons ayant les mêmes paramètres rhéologiques mais avec des tailles maximales de granulats différentes présenteront des capacités de passage différentes.

Dans ce travail nous avons fixé comme but essentiel l'influence du MK, comme ajout minéral, sur le comportement physico-mécanique d'un BAP à base de ciment PLC.

Pour cela, on a fixé les autres paramètres, à savoir la quantité de sable dans le mortier donc le rapport Sable/Mortier (S/M) ainsi que le rapport Eau/Liant (E/L). Le dosage en SP par rapport au liant a été ajusté à une ouvrabilité constante.

La méthode que nous avons adoptée pour la formulation est basée sur l'optimisation des mortiers, approche japonaise proposée par Okamura et désignée par la méthode générale, avec quelques modifications concernant la sélection de la quantité de sable dans le mortier, le rapport E/L ainsi que le rapport Superplastifiant/Liant (SP/L). Ces paramètres ont été évalués expérimentalement sur un mortier, de manière à avoir des valeurs de l'étalement au mini-cône et du temps d'écoulement à l'entonnoir en V (V-funnel) acceptables. Pour la sélection des quantités d'air et de gravillons, la méthode Okamura a été maintenue. En outre, du fait que l'utilisation d'agent entraîneur d'air peut avoir un impact négatif sur les propriétés mécaniques malgré son rôle d'améliorer les propriétés du BAP à l'état frais [136], les différents BAP ont été formulés sans entraîneur d'air et leur teneur en air a été supposée être de 1% pour une granulométrie maximale de 20 mm [76], au lieu de 2%, fixée par Okamura, en règle générale, lorsque l'entraîneur d'air n'est pas indispensable [79].

4. 1.1 – Formulation des mortiers

Le mortier est une phase importante dans les BAP, car il sert à fournir la lubrification entre les particules des gravillons et de maintenir la stabilité globale du béton. En outre, la rhéologie du BAP peut être optimisée si la partie fine du béton est bien conçue. Le mortier autoplaçant (MAP) peut servir de base pour la conception du béton et ses propriétés mettent en évidence l'ouvrabilité des BAP [137]. Les propriétés requises pour que le mortier puisse être considéré comme autoplaçant sont : une fluidité importante et une résistance suffisante aux ségrégations statiques et dynamiques. En termes de rhéologie, cela revient à abaisser le seuil de cisaillement du mortier, tout en gardant la viscosité plastique du mélange suffisante [107]. La fluidité importante du MAP peut être obtenue en ayant recours à des SP sans augmenter le rapport E/C. L'ajout d'un SP peut provoquer une diminution significative du seuil de cisaillement mais n'aura qu'une influence limitée sur la viscosité plastique, tandis qu'une quantité supplémentaire d'eau peut diminuer le seuil de cisaillement et la viscosité plastique [71].

Selon Domone et Jin [89], des essais sur les mortiers sont à réaliser pour les raisons suivantes :

- ❑ La teneur volumique du BAP en gravillon est moins importante que le béton ordinaire, et par conséquent les propriétés du mortier sont dominantes.
- ❑ L'évaluation des propriétés du mortier fait partie intégrante de la formulation des BAP, et donc la connaissance de ses propriétés est utile.
- ❑ Tester un mortier est beaucoup plus commode et simple que de tester un béton.

Dans le BAP, la phase du mortier assure la lubrification entre les particules des gravillons et la stabilité globale au béton. Ses propriétés requises sont semblables à celles du béton lui-même, c'est-à-dire un faible seuil de cisaillement pour assurer l'écoulement sous le seul effet de la gravité et une viscosité plastique suffisante pour assurer l'homogénéité et la non-ségrégation du béton pendant l'écoulement [89].

La mesure du seuil de cisaillement et la viscosité plastique nécessite un rhéomètre. En l'absence de ce dernier, d'autres tests plus simples et peu coûteux sont utilisés pour évaluer la fluidité et la viscosité du mortier. L'essai d'étalement au mini-cône et l'essai de temps d'écoulement à l'entonnoir en V, qui ont été utilisés par plusieurs chercheurs [88, 138].

EFNARC [61], a suggéré un étalement au mini-cône cible de 240 à 260 mm et un temps d'écoulement à l'entonnoir en V de 7 à 11 secondes. Nawa et al., récapitulant l'expérience japonaise, ont indiqué que des valeurs comprises entre 250 et 280 mm pour l'étalement, et 6 et 10 secondes pour le temps d'écoulement à l'entonnoir en V produiront un BAP réussi. Quant à Chai qui a travaillé avec des matériaux britanniques, a suggéré une valeur d'étalement minimum de 300 mm, et un temps d'écoulement à l'entonnoir en V entre 2 et 10 secondes, d'après [89]. Safiuddin [66], a indiqué qu'un étalement de mortier entre 275 et 335 mm produira généralement un BAP avec un étalement entre 550 et 850 mm. Cette dernière plage qui est suggérée par la norme européenne NF EN 206-9 [60], correspond selon les directives européennes du BAP à un étalement de mortier entre 280 et 340 mm [86].

4. 1.1.1 – Formulation du mortier de référence

La formulation du MAP de référence, a été basée sur la méthode Okamura avec une amélioration au niveau de la teneur en sable, le rapport E/L et le rapport SP/L pour s'adapter aux propriétés des matériaux locaux et en particulier le sable. La sélection des rapports S/M et SP/L est ajustée par l'essai d'étalement, dont le diamètre de la galette

obtenu doit être compris entre $275 \text{ mm} \leq d \leq 335 \text{ mm}$ [66], et par l'essai de l'entonnoir en V, dont le temps d'écoulement obtenu doit être compris entre $2 \text{ sec} \leq t \leq 10 \text{ sec}$ [89].

a) – Rapport Eau/Liant (E/L)

La résistance des bétons et leur durabilité dépendent du rapport E/C [8]. Plusieurs essais préliminaires, de mesure d'étalement et de temps d'écoulement, ont été effectués afin de fixer le rapport E/L. Selon EFNARC [61], le rapport E/L est compris entre 0,80 et 1,10 en volume. Felekoğlu et al. [107], ont indiqué que le rapport E/C optimum pour produire un BAP est compris dans l'intervalle 0,84 et 1,07 en volume qui correspond à l'intervalle 0,28 et 0,45 en masse. Les rapports en dessous et au-dessus de cet intervalle peuvent provoquer un blocage ou une ségrégation du mélange, respectivement. Les différents essais préliminaires ont montré qu'il faut aller jusqu'au rapport 0,42 afin d'avoir un mortier autoplaçant satisfaisant ayant un étalement supérieur à 275 mm notamment dans le cas de faibles dosages en SP. Pour tous les essais des mortiers, après ajustement, nous avons fixé le rapport E/L à 0,42 en masse.

b) – Rapport Sable/Mortier (S/M)

Pour le BAP, le sable est défini comme toutes les particules de granulats supérieures à 0,125 mm et inférieures à 4 mm et que le volume optimal de sable dans le mortier varie entre 40 et 50% en fonction des propriétés de la pâte [61] pour produire une bonne fluidité du BAP à hautes performances [66]. L'optimisation du rapport S/M consiste à obtenir les caractéristiques optimums du mortier à l'état frais pour assurer par la suite les meilleures propriétés du BAP à l'état frais et durci. Le principe de la méthode consiste à rechercher la composition optimale pour le rapport S/M tout en faisant varier SP/L [71].

c) – Variation du rapport Superplastifiant/Liant (SP/L)

Afin de déterminer le mortier de référence optimum, nous avons étudié l'effet de la variation de la teneur en SP sur le mortier à l'état frais, par mesure de l'étalement au mini-cône et le temps d'écoulement à l'entonnoir en V. Le ressuyage et la ségrégation ont été contrôlés visuellement lors de l'essai d'étalement [137]. Le ressuyage est la tendance d'un béton à rejeter son eau de gâchage. La ségrégation est le manque de cohésion d'un béton qui se traduit par une séparation entre ses constituants fins et plus gros [8].

4. 1.1.2 – Formulation des mortiers binaires

Après la détermination du mortier de référence, des mortiers binaires à base du MK ont été formulés. Dans cette étape tous les autres paramètres (E/L, S/M et SP/L) sont maintenus constants, seule la teneur en MK a été variée.

Des études antérieures [50], sur un mortier normalisé à base du kaolin calciné à 850 °C pendant 3 heures d'El-Milia (Algérie), ont montré qu'un mélange de 10% de MK a une meilleure résistance à la compression à des âges différents et qu'avec 20% de MK, la résistance à la compression est relativement supérieure à celle de la référence à partir de 7 jours d'âge. Khaleel et al. [75], ont rapporté que l'utilisation de 10% de MK comme remplacement partiel en poids de ciment du BAP entraîne une diminution de la fluidité, une augmentation de la viscosité et une amélioration de la résistance aux (28, 56, 90) jours d'essai. Il a été rapporté, également, que le remplacement du ciment par 5 à 15% de MK entraîne une augmentation significative de la résistance à la compression pour les bétons et mortiers à hautes performances jusqu'à 28 jours, en particulier aux premiers âges [48]. Par ailleurs, l'utilisation du MK ne se limite pas à ces proportions des mélanges. On peut noter également que certains résultats de la littérature montrent de meilleures propriétés de durabilité des bétons lorsque 25% de MK sont utilisés, plutôt que 15 ou 20% [51]. D'ailleurs, des mélanges en ciment contenant jusqu'à 30% de MK peuvent être facilement développés dans des pays pauvres en additions pouzzolaniques [130].

Pour ces raisons citées ci-dessus et afin de déterminer l'effet de la teneur du MK, utilisé en substitution partiel du ciment PLC, sur le MAP à l'état frais et sur le comportement rhéologique et les propriétés physico-mécaniques du BAP à l'état durci, nous avons opté à varier le pourcentage du MK utilisé de 0 à 35% de masse de ciment.

4. 1.2 – Confection des mortiers

Pour la confection des mortiers, les proportions du mélange (ciment, addition, sable, eau et superplastifiant) ont été calculées d'après l'exemple de composition de mortier donné à l'annexe B.

Le moment d'introduction du SP lors du malaxage peut avoir un effet sur la fluidité du béton. Lorsque l'introduction du SP se trouve retardée, les réactions d'hydratation se trouvent déjà amorcées (période latente) et consomment à peine de SP, en conséquence toute la quantité introduite reste à disposition pour la défloculation du ciment

[83]. Aiad et al. [139] trouvent que le retard dans l'addition du SP améliore les propriétés rhéologiques du mélange. Pour eux le temps optimal pour introduire un SP est de 10 minutes après avoir ajouté de l'eau au mélange. Par contre, Domone et Jin proposent l'introduction du SP entre 30 secondes et deux minutes après l'initial contact de l'eau avec le ciment, d'après [86]. Dans nos essais nous avons opté pour la dernière proposition. La séquence du malaxage suivante est adoptée pour tous les mélanges du mortier :

- ❑ Malaxer à sec le ciment et le sable pendant environ 30 secondes afin d'homogénéiser le mélange (un malaxeur à mortier de 5 litres de capacité a été utilisé).
- ❑ Ajouter la première quantité d'eau (Eau 1 = 70% Eau) et malaxer pendant la première minute.
- ❑ Malaxer pendant une (1) minute avec le restant de l'eau de gâchage (Eau 2 = 30% Eau) mélangé avec le SP.
- ❑ Malaxer le mélange pendant 3 minutes.

La séquence de malaxage du mortier est mentionnée sur la figure 4.1 suivante :

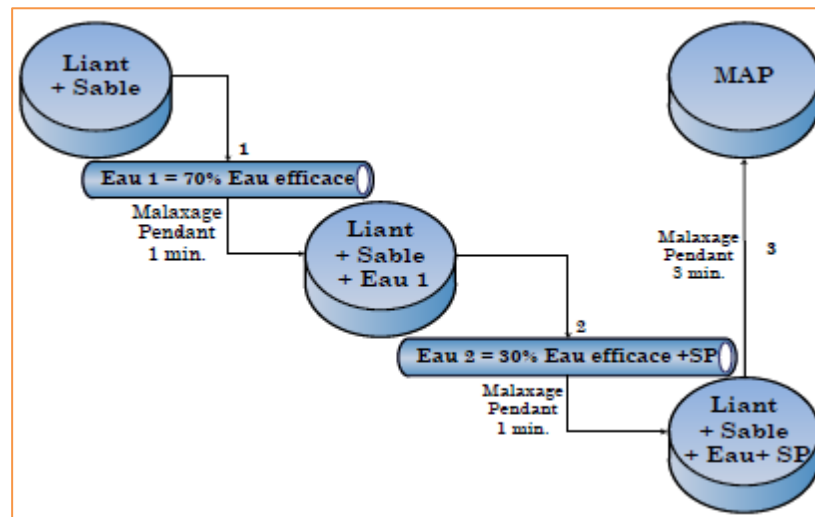


Figure 4.1 – Séquence de malaxage du mortier autoplaçant [140].

4. 1.3 – Formulation des bétons autoplaçants

En suivant la procédure d'exécution de la méthode générale, on remarquera que l'étape des essais sur mortier est une étape primordiale car elle nous permet de fixer les rapports E/L, S/M ainsi que SP/L. Etant donné que le mortier, dans les BAP, occupe un volume important dans le mélange, les résultats des essais sur mortier seront concluants. A

l'étape suivante, on formulera le BAP de référence ainsi que ceux avec ajout du MK en se basant sur les résultats y afférents des essais sur mortier et on procèdera, par la suite, aux différents essais sur le BAP à l'état frais et à l'état durci. Le maintien fixe des propriétés du mortier pour formuler le béton nous permettra de vérifier la relation existante entre un BAP et son mortier, tout en particulier lors d'utilisation d'ajout MK.

L'expérience a montré qu'il existe une large plage de proportions de mélange pouvant produire un BAP réussi, mais dans la plupart de ces cas, un certain nombre de facteurs clés entrent dans la limitation des valeurs [80]. La teneur en granulats fins et grossiers, le rapport Sable/Granulats, la teneur en liant, le rapport E/L, la teneur en eau, le volume de pâte ou de mortier, les dosages du SP, de l'entraîneur d'air et de l'agent de viscosité jouent un rôle important dans la composition du BAP [66]. Le tableau 4.1 suivant, présente les plages de valeurs du dosage des constituants entrant dans la formulation des BAP indiquées par la RILEM [80] et l'EFNARC [82].

Tableau 4.1 – Limites générales de dosages pour les constituants des BAP

Constituant	Plages de dosages	
	RILEM	EFNARC
Gravillon	30% à 34% de volume du béton Soit 750 – 920 kg/m ³	270 – 360 litres/m ³ de volume du béton 750 – 1000 kg/m ³
Sable	40% à 50% de volume du mortier Soit 710 – 900 kg/m ³	48% à 55% de poids total des granulats
Pâte	34% à 40% de volume du béton	300 – 380 litres/m ³ de volume du béton
Eau/Liant	0,8 à 1,2* en volume	0,85 à 1,10 en volume
Liant	450 – 600 kg/m ³	380 – 600 kg/m ³
Eau totale	150 – 200* kg/m ³	150 – 210 kg/m ³

(*) : limite supérieure en cas d'utilisation d'un agent de viscosité.

4. 1.4 – Confection des bétons autoplaçants

Pour la confection des bétons autoplaçants, les proportions du mélange (ciment, addition, sable, gravier, eau et SP) ont été calculés d'après l'exemple de composition du béton donné à l'annexe C. En général, pour un faible rapport E/L et un fort dosage en SP, le mélange du béton nécessite un temps de malaxage plus prolongé. Un malaxage intensif disperse mieux les particules de poudres. Dans le cas d'un mauvais malaxage ces particules de poudres restent dans la phase pâte et rendent le béton plus visqueux. D'ailleurs, un

malaxage prolongé peut doubler le volume d'air occlus [59]. De Larrard et al. [141], ont rapporté que l'étalement et la résistance à la compression sont les plus influencés par le temps de malaxage.

Le SP utilisé, « MEDAFLOW 30 », est plus efficace lorsqu'il est ajouté dans le béton après que 50 à 70% de l'eau de gâchage ait déjà été introduite (voir Annexe A4). La séquence de malaxage et la composition du béton ont un rôle important pour avoir une hydratation correcte, ce qui conduit à obtenir un béton performant et durable. Les mélanges ont été confectionnés dans un malaxeur à béton d'une capacité de 80 litres. La procédure de malaxage adoptée est celle donnée dans les étapes suivantes et dans la figure 4.2 :

- ❑ Calculer l'eau efficace que l'on introduit dans le malaxeur en tenant compte de l'adsorption et de l'absorption des granulats ainsi que de l'eau contenue dans l'adjuvant. La quantité d'eau efficace est donnée par la formule suivante :

$$E_{eff} = E_{totale} - E_{adsorbée} - E_{adjuvant} + E_{absorbée} \quad (4.1)$$

E_{eff}	: Eau introduite dans le malaxeur ;
E_{totale}	: Eau théorique ;
$E_{adsorbée}$: Eau présente sur la surface des granulats ;
$E_{adjuvant}$: Eau dans l'adjuvant ;
$E_{absorbée}$: Eau absorbée par les granulats.

- ❑ Calculer les proportions du ciment, du SP, du sable et des gravillons (3/8 et 8/15).
- ❑ Malaxer le sable, le ciment, le MK et les gravillons (3/8 et 8/15) pendant 30 secondes pour homogénéiser le mélange.
- ❑ Ajouter une quantité d'eau (Eau 1 = 70% Eau) et malaxer pendant une minute ;
- ❑ Ajouter le SP dilué dans le restant de l'eau de gâchage (Eau 2 = 30% Eau) et malaxer pendant une deuxième minute.
- ❑ Malaxer pendant 5 minutes.
- ❑ Arrêter le malaxeur et laisser le mélange au repos pendant 2 minutes.
- ❑ Ré-malaxer pendant 30 secondes.

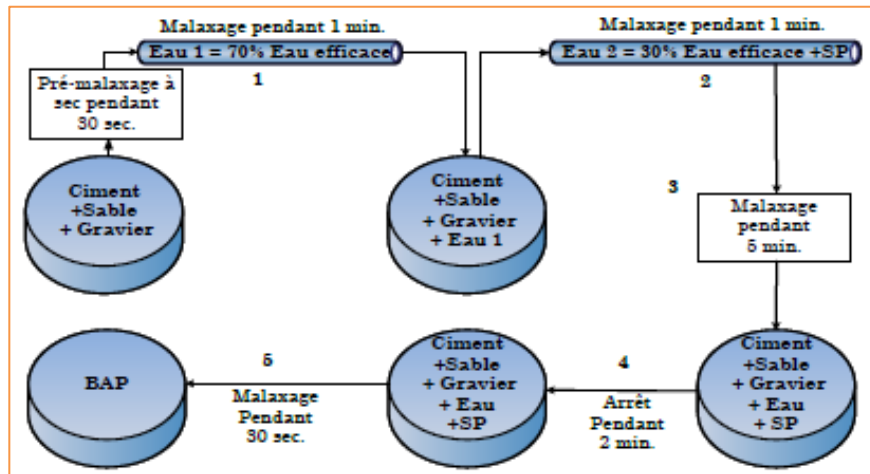


Figure 4.2 – Séquence de malaxage du béton autoplaçant [140].

Cette séquence du malaxage est la même pour tous les mélange de bétons. En ce qui concerne le ré-malaxage il se fait juste avant chaque essai.

4. 1.5 – Conservation des éprouvettes

Pour la caractérisation du BAP à l'état durci, après la mise en place du béton, les éprouvettes sont maintenues pendant 24 heures, dans leurs moules à l'intérieur du laboratoire. Afin d'éviter tout échange hydrique avec l'extérieur, la face supérieure du moule est recouverte d'un film en plastique, durant la période de conservation. Après démoulage, les éprouvettes sont entreposées dans de l'eau saturée en chaux jusqu'au moment de l'essai, à une température ambiante de 20 à 24 °C, ou dans une salle en laboratoire de 20 à 26 °C. La conservation des éprouvettes dans l'eau ou dans l'air libre a été faite selon le type d'essai.

4. 2 – Caractérisation des mortiers autoplaçants à l'état frais

4. 2.1 – Essai d'étalement au Mini-Cône

L'essai d'étalement ou d'écoulement de mortier est utilisé pour évaluer la déformabilité en calculant le diamètre d'écoulement comme la moyenne de deux diamètres de la galette d'étalement [142]. L'essai consiste à remplir un moule tronconique (Figure 2.11) placé sur une surface horizontale lisse, une fois le moule soulevé, le diamètre d'étalement du mortier est mesuré suivant deux directions perpendiculaires, la moyenne est retenue [89].

4. 2.2 – Essai d'écoulement à l'entonnoir en V (V-funnel test)

Le test de l'entonnoir en V (Figure 2.11) est utilisé pour évaluer la viscosité et la capacité de passage du mortier dans un milieu confiné, par mesure du temps d'écoulement [142]. Il peut également être considéré comme une mesure de la viscosité [76]. Dans cet essai, l'entonnoir est rempli de 1.1 litre de mortier, et un temps d'écoulement est calculé entre l'instant de l'ouverture de l'orifice de l'entonnoir et l'instant de l'apparition de la première lumière en regardant verticalement vers le bas de l'entonnoir.

4. 2.3 – Essai au rhéomètre à mortier

Pour mesurer les propriétés rhéologiques intrinsèques d'un mortier autoplaçant, telles que le seuil de cisaillement et la viscosité plastique, nous avons utilisé un rhéomètre à mortier développé au niveau du laboratoire L2MGC de l'université de Cergy-Pontoise, France (Figures 4.3 et 4.4). Ce rhéomètre rotatif, assisté par ordinateur, fonctionne suivant un agitateur de marque Heidolph- RZR 2102 Control Z avec une vitesse maximale de 400 tours/min. Il est composé d'un croisillon, de deux plaques perpendiculaires, de dimensions 5x10 cm et d'un récipient cylindrique de dimension 10x13 cm [143]. Le rhéomètre utilisé, dont le principe s'inspire du dispositif Couette à cylindres coaxiaux, peut fonctionner en imposant des vitesses de cisaillement appliquées sur le mortier, d'où on obtient les contraintes de cisaillement. A partir de la courbe qui représente les contraintes de cisaillement en fonction des vitesses de cisaillement, on peut déterminer les paramètres rhéologiques de chaque mortier [90].



Figure 4.3 – Rhéomètre à mortier.

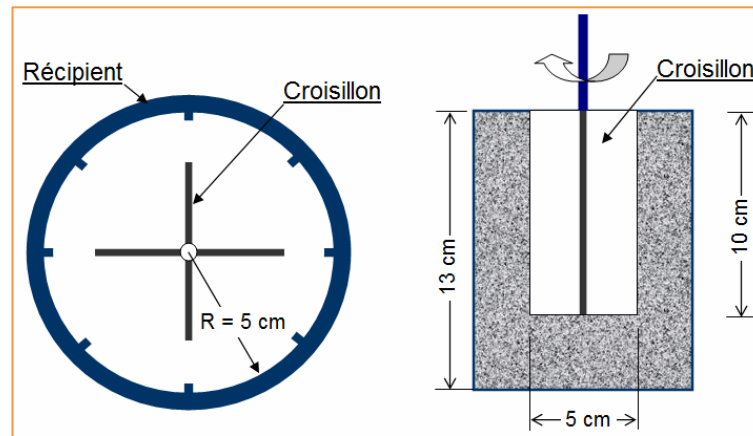


Figure 4.4 – Croisillon et récipient cylindrique du rhéomètre à mortier.

4. 2.4 – Essai de la chaleur d'hydratation

Mélangé à l'eau, le ciment de constituants anhydres forme une pâte qui se solidifie dans l'air ou sous l'eau, par effet des réactions d'hydratation qui se produisent entre les composés (phases) du ciment et l'eau. Ces réactions d'hydratation s'accompagnent d'un dégagement de chaleur qui peut être mesuré par calorimétrie. La chaleur dégagée donne alors une indication sur l'avancement du processus d'hydratation du ciment durant le durcissement du matériau.

Deux méthodes d'essai de la chaleur d'hydratation des ciments peuvent être utilisées : la méthode semi-adiabatique, dite méthode de Langavant ou la méthode par dissolution dans une solution acide. La méthode semi-adiabatique, qui a été utilisée dans ce travail, 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 que les pertes de chaleur apparaissent lors de l'essai, le résultat obtenu est corrigé en fonction d'un étalonnage préalable du calorimètre. Il est possible, à partir des données de température enregistrées, d'aboutir au résultat adiabatique [144].

L'essai par calorimétrie semi-adiabatique [145], a pour but de mesurer en continu la chaleur d'hydratation du ciment au cours des tout premiers jours. Il consiste à introduire un échantillon de mortier fraîchement préparé dans une boîte à mortier et de placer cette éprouvette dans un calorimètre étalonné afin de déterminer, d'après l'évolution de la température, la quantité de chaleur dégagée. À une échéance donnée, la chaleur d'hydratation du ciment contenu dans l'échantillon est égale à la somme de la chaleur

accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu ambiant pendant toute la durée de l'essai. L'échauffement du mortier est comparé à la température d'un échantillon inerte dans un calorimètre de référence (Figure 4.5).



Figure 4.5 – Dispositif expérimental pour la mesure de la Chaleur d'Hydratation.

Le temps t (durée d'hydratation) est compté à partir du moment où l'eau est ajoutée dans le malaxeur. La chaleur d'hydratation « Q », exprimée en joules par grammes de ciment, au temps écoulé t , est calculée au moyen de l'équation suivante :

$$Q = \frac{C}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta_t \cdot dt \quad (4.2)$$

- Avec :
- m_c : la masse de ciment ou de liant contenu dans l'éprouvette (g) ;
 - C : la capacité thermique totale du calorimètre (J/°C) ;
 - α : le coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre (J/h°C) ;
 - θ_t : la différence de température entre le calorimètre d'essais et de référence.

Les différents facteurs entrant dans le calcul de la chaleur d'hydratation $Q(t)$ et les coefficients des calorimètres utilisés sont donnés à l'annexe D. On notera enfin que cet essai a été réalisé au laboratoire L2MGC de l'Université Cergy-Pontoise (France).

4. 3 – Caractérisation des bétons autoplaçants à l'état frais

Une liste non exhaustive des essais de caractérisation des BAP à l'état frais a été présentée dans la synthèse bibliographique (§ 2.5.1). Cependant, pour la caractérisation à l'état frais de notre BAP, on se limite uniquement aux essais recommandés par la norme

européenne NF EN 206-9 [60] : l'étalement au cône d'Abrams, l'écoulement à l'entonnoir en V, à la boîte en L et à l'anneau ainsi que la stabilité au tamis. Les essais ont été effectués selon les procédures décrites par la norme européenne. De plus, pour les essais d'écoulement à la boîte en L, des temps d'écoulement intermédiaires ont été mesurés. Il s'agit des temps d'écoulement entre l'ouverture de la trappe et le moment où le béton parvient à la distance 200 mm et 400 mm dans la partie horizontale de la boîte en L.

4. 3.1 – Essai d'étalement au cône d'Abrams (Slump flow test)

L'essai d'étalement au cône d'Abrams (ou slump-flow test) est utilisé pour caractériser la fluidité du BAP, telles que sa mobilité par mesure de l'étalement et sa vitesse d'écoulement par mesure du temps t_{500} , en l'absence d'obstacles. Cet essai est basé sur l'essai d'affaissement à l'aide d'un cône d'Abrams, qui est généralement destiné aux bétons conventionnels (Figure 4.6). Il permet d'indiquer la capacité de remplissage du BAP, exprimée par le degré de remplissage (étalement) et par la vitesse de remplissage (temps t_{500}). Cet essai ne convient pas lorsque le D_{max} des granulats excède 40 mm [146].

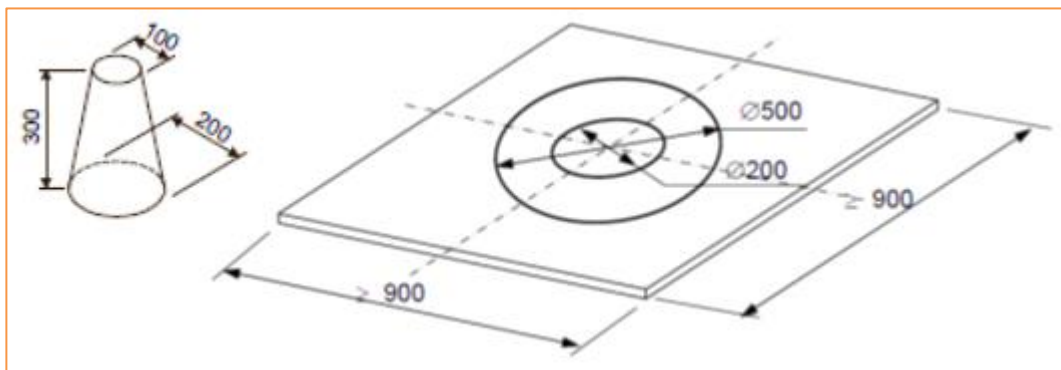


Figure 4.6 – Dispositif de l'essai d'étalement au cône d'Abrams.

L'essai d'étalement [146], consiste à remplir le cône (placé au centre de la plaque) en une seule fois sans le soumettre à aucune agitation ou aucun compactage mécanique, en arasant le surplus de béton au niveau du sommet du cône. Laisser reposer le cône rempli pendant une durée maximale de 30 s. Soulever le cône verticalement en un mouvement de 1 s à 3 s sans faire obstacle à l'écoulement du béton. Une fois que l'écoulement du béton est stabilisé sans déplacer la plaque ou le béton, mesurer le plus grand diamètre d'étalement (d_1) et son diamètre perpendiculaire (d_2) au millimètre le plus proche (Figure 4.7).

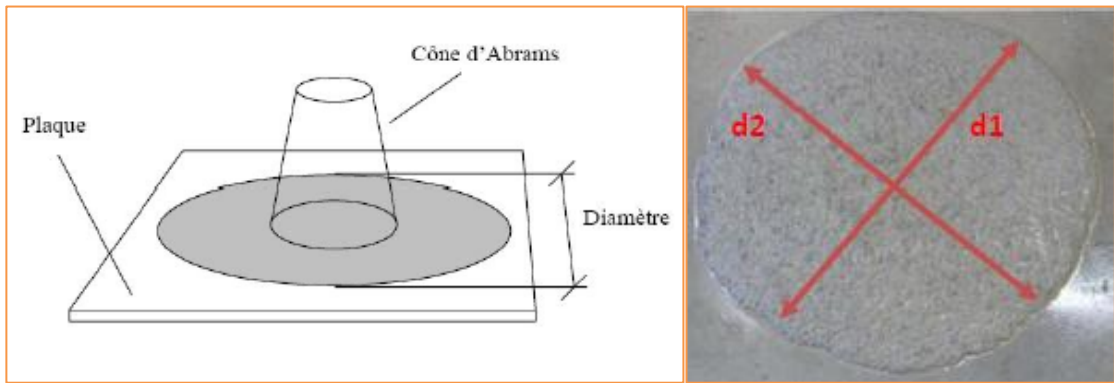


Figure 4.7 – Essai d'étalement au cône d'Abrams.

Observer, dans la limite, la présence des signes de ségrégation (Figure 4.8), qui comprennent une auréole de pâte de ciment/mortier et/ou d'amoncellement du gravillon au centre de la galette en fin d'essai et les consigner de manière qualitative.



Figure 4.8 – Ségrégation du béton autoplaçant [67].

L'étalement « SF » est la moyenne de d_1 et d_2 , exprimée à 10 mm près, donnée par l'équation suivante :

$$SF = \frac{(d_1 + d_2)}{2} \text{ (en mm)} \quad (4.3)$$

Avec : – d_1 : le plus grand diamètre d'étalement (en mm),

– d_2 : le diamètre d'étalement perpendiculaire à d_1 (en mm),

Le tableau 4.2 suivant définit les trois classes d'étalement « SF » indiquées au paragraphe (§ 2.5.2) et selon le domaine d'utilisation des BAP :

Tableau 4.2 – Classes des BAP selon le domaine d'utilisation [82]

Classe	Etalement (mm)	Domaine d'utilisation
SF1	550 – 650	<ul style="list-style-type: none"> – Structures non ou peu ferrillées. Béton coulé à partir du haut (ex. les dalles de logement). – Coulage par une pompe d'injection (ex. revêtements de tunnels). – Petites sections (ex. les piles et les fondations profondes).
SF2	660 – 750	– Applications normales (ex. des murs, des colonnes).
SF3	760 – 850	<ul style="list-style-type: none"> – Applications verticales – Structures trop ferrillées. – Structures de forme complexe. – Coulage à partir du dessous du coffrage.

La classe SF3 est habituellement produite avec un Dmax de granulat inférieur à 16 mm et donne généralement une meilleure finition de surface que la classe SF2 pour les applications verticales normales, mais la résistance à la ségrégation est plus difficile à contrôler. Des valeurs d'étalement supérieures à 850 mm peuvent être spécifiées dans certains cas particuliers, mais le plus grand soin doit être pris en ce qui concerne la ségrégation et le Dmax de granulat doit être normalement inférieur à 12 mm [82]. Le temps d'écoulement t_{500} est mesuré dès que le cône est retiré vers le haut, le temps qui s'écoule entre le début du mouvement ascendant du cône et le moment où le béton atteint un diamètre de 500 mm est mesuré ; il s'agit du temps t_{500} consigné à 0,1 s près. Ce temps constitue une mesure de la vitesse d'écoulement et une indication de la viscosité apparente du BAP [82, 146].

4. 3.2 – Essai d'écoulement à l'entonnoir en V (V-funnel test)

L'essai d'écoulement à l'entonnoir en V (Figure 4.9) est considéré comme une priorité secondaire alternative du temps d'écoulement t_{500} [147]. Il a été proposé par Ozawa et al. [148], pour évaluer la fluidité à travers de petites ouvertures, qui est l'une des propriétés les plus importantes du BAP. Cet essai permet donc de mesurer la facilité d'écoulement du béton à travers de petites ouvertures. Il consiste à déverser du béton dans l'entonnoir en V en une seule fois sans le soumettre à aucune agitation ou aucun

compactage mécanique, puis rassembler le surplus de sorte que le béton soit au même niveau que le sommet de l'entonnoir. Après un délai de 10 s suivant le remplissage de l'entonnoir, ouvrir la trappe rapidement et mesurer le temps « t_v » qui s'écoule entre le moment de l'ouverture de la trappe et le moment où l'on peut apercevoir le jour en regardant à travers la trappe. t_v est la durée d'écoulement à l'entonnoir en V, exprimée à 0,1 s près. Cet essai ne convient pas lorsque le D_{max} des granulats excède 22,4 mm [149].

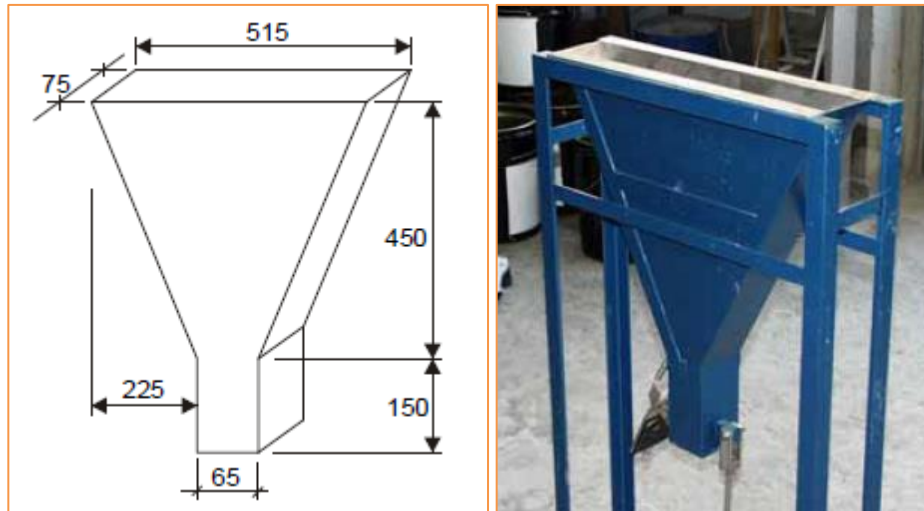


Figure 4.9 – L'essai d'écoulement à l'entonnoir en V.

4. 3.3 – Essai à la boîte en L (L-Box test)

L'essai à la boîte en L permet d'évaluer l'aptitude à l'écoulement du béton autoplaçant au travers de zones confinées, telles que des zones de forte densité de ferrailage, sans aucune ségrégation ou aucun blocage. Selon Nguyen et al., cet essai peut être utilisé pour détecter la ségrégation dynamique, d'après [150].

L'essai à la boîte en L [151] consiste à remplir la partie verticale de la boîte entièrement de béton (le volume nécessaire est d'environ 14 litres), sans aucune agitation ou aucun compactage mécanique. Après arasement, on laisse le béton reposer pendant une minute pour voir s'il y a de la ségrégation. Puis on lève la trappe coulissante et on laisse le béton s'écouler dans la partie horizontale de la boîte à travers un ferrailage standard (41 mm entre 3 barres $\text{Ø}12$) qui correspond à des ouvrages très ferrillés mais qui peut être éventuellement allégé (59 mm d'espace libre entre 2 barres). L'essai a été conduit à travers un ferrailage standard de trois barres en acier lisses (Figure 4.10).

Mesures à prendre :

Après avoir soulevé la trappe, les paramètres suivants peuvent être mesurés :

- ❑ Le temps d'écoulement du béton « t_{200} » pour arriver à la distance 200 mm du bras horizontal de la boîte en L (en secondes).
- ❑ Le temps d'écoulement du béton « t_{400} » pour arriver à la distance 400 mm du bras horizontal de la boîte en L (en secondes).
- ❑ Une fois l'écoulement achevé, on mesure les hauteurs « H_1 » et « H_2 » au mm près.

Le taux de remplissage, tel qu'il est mesuré par l'essai à la boîte en L, est calculé au centième près à partir de l'équation suivante :

$$PL = \frac{H_2}{H_1} \quad (4.4)$$

- Où :
- PL : le taux de remplissage mesuré par l'essai à la boîte en L ;
 - H_1 : la hauteur du béton dans la partie verticale de la boîte, en mm ;
 - H_2 : la hauteur du béton à l'extrémité de la partie horizontale de la boîte, en mm.

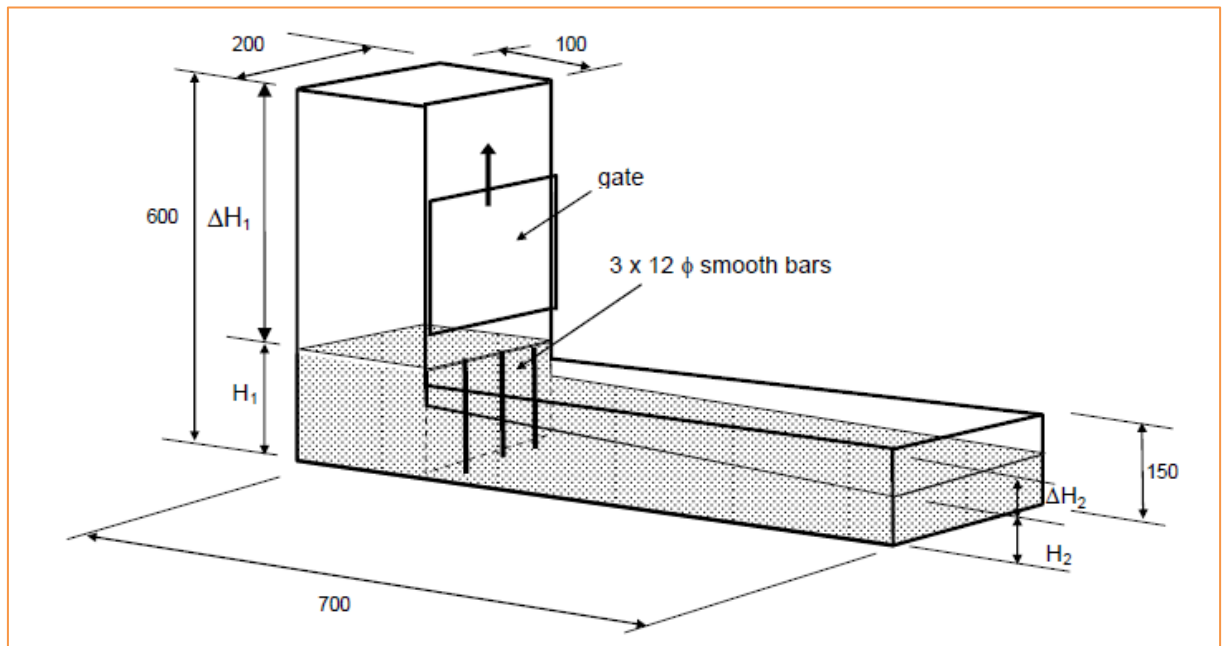


Figure 4.10 – Essai à la boîte en L.

Le taux de remplissage représenté par le rapport H_2/H_1 a été utilisé pour évaluer la capacité de passage des mélanges. Les mélanges avec une capacité de passage faible ont moins de capacité à porter le granulats grossier et se déplacent à travers les barres de la boîte en L. Ainsi, une accumulation du granulats grossier derrière les barres de la boîte peut se présenter [136]. Ce rapport constitue donc une mesure de la capacité d'écoulement ou de blocage du BAP [151]. Pour avoir une bonne aptitude au passage, une valeur du « PL » entre 0,8 et 0,85 est acceptable selon l'expérience suédoise [80]. La capacité de passage et la résistance à la ségrégation, peuvent être détectées visuellement, si on observe un amoncellement de granulats en amont de la grille, c'est le signe d'un problème de blocage ou de ségrégation. Par contre, si on observe une bonne distribution des gravillons tout au long de la partie horizontale de la boîte en L, on pourra dire que ce béton est homogène.

4. 3.4 – Essai d'écoulement à l'anneau (J-Ring test)

L'essai d'écoulement à l'anneau (J-Ring test) comme l'essai à la boîte en L permet aussi d'évaluer l'aptitude à l'écoulement du béton autoplaçant au travers de zones confinées et des ouvertures étroites, telles que des zones de forte densité de ferrailage, sans aucune ségrégation ou aucun blocage. Il peut constituer une alternative à l'essai à la boîte en L, bien que le résultat ne soit pas directement comparable [152]. Selon EFNAR [61], l'essai d'écoulement à l'anneau est généralement utilisable sur chantier. Il permet de mesurer trois paramètres : le taux de remplissage « PJ », l'étalement « SF_J » et le temps d'écoulement « t_{500J} ».

On l'appelle aussi un essai d'étalement modifié, car il suit le même mode opératoire que l'essai d'étalement au cône d'Abrams, sauf que, avant de remplir le cône d'Abrams de béton, l'anneau, de 300 mm de diamètre, est placé autour du cône. L'anneau supporte une grille (large ou étroite) constituée de barres lisses verticales réparties de manière égale. La grille utilisée est une grille étroite (Figure 4.11), constituée de 16 barres lisses, et qui simule un plus fort pourcentage d'armatures.

L'essai d'écoulement à l'anneau, comporte le remplissage du cône (placé au centre de la plaque et à l'intérieur de l'anneau) en une seule fois sans le soumettre à aucune agitation ou aucun compactage mécanique, en arasant le surplus de béton au niveau du sommet du cône. Laisser reposer le cône rempli pendant une durée maximale de 30 s. Soulever le cône verticalement en un mouvement de 1 s à 3 s sans faire obstacle à l'écoulement du béton [152].

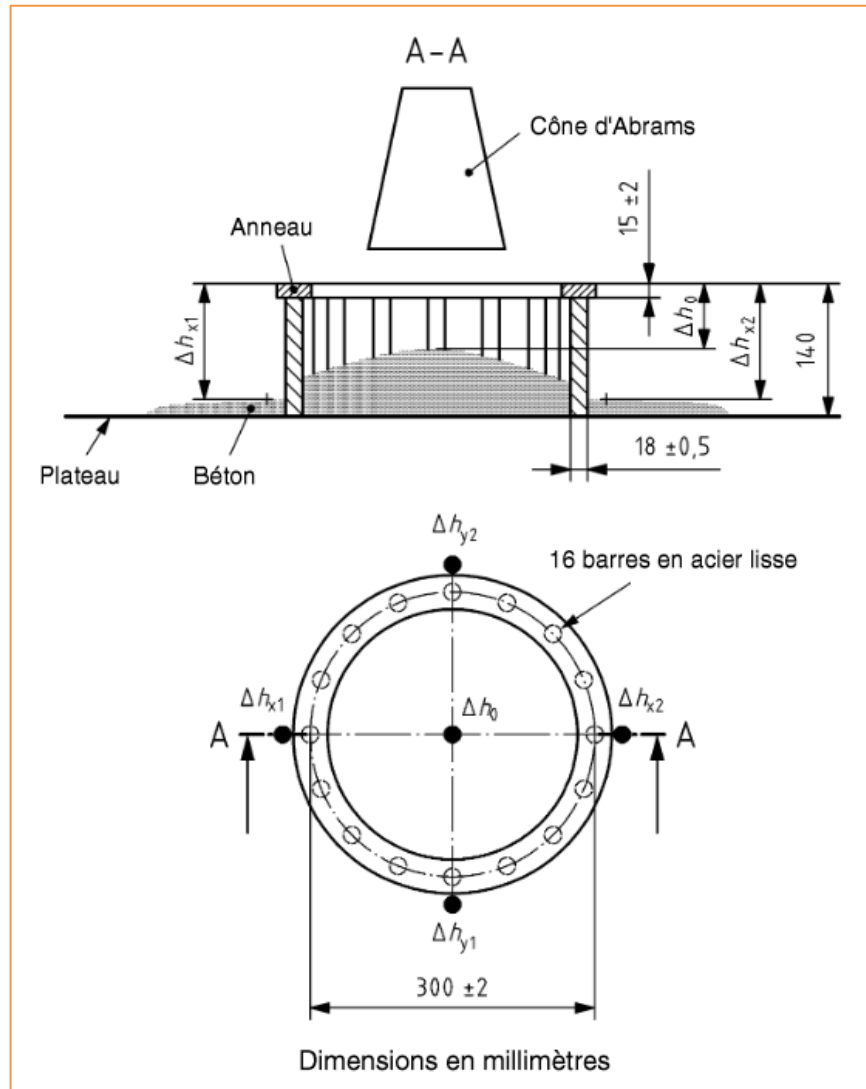


Figure 4.11 – Dimensions de l’anneau et positions pour mesure de différence en hauteur.

Mesures à prendre :

Une fois que l’écoulement du béton est stabilisé sans déplacer la plaque ou le béton, vérifier les signes de ségrégation suite à l’étalement et mesurer les paramètres suivants :

a) Etalement « SF_J » : on mesurera le plus grand diamètre d’étalement (d_1) et son diamètre perpendiculaire (d_2) au millimètre le plus proche (Figure 4.12), puis on calculera l’étalement à partir de la formule suivante :

$$SF_J = \frac{(d_1 + d_2)}{2} \text{ (en mm)} \quad (4.5)$$

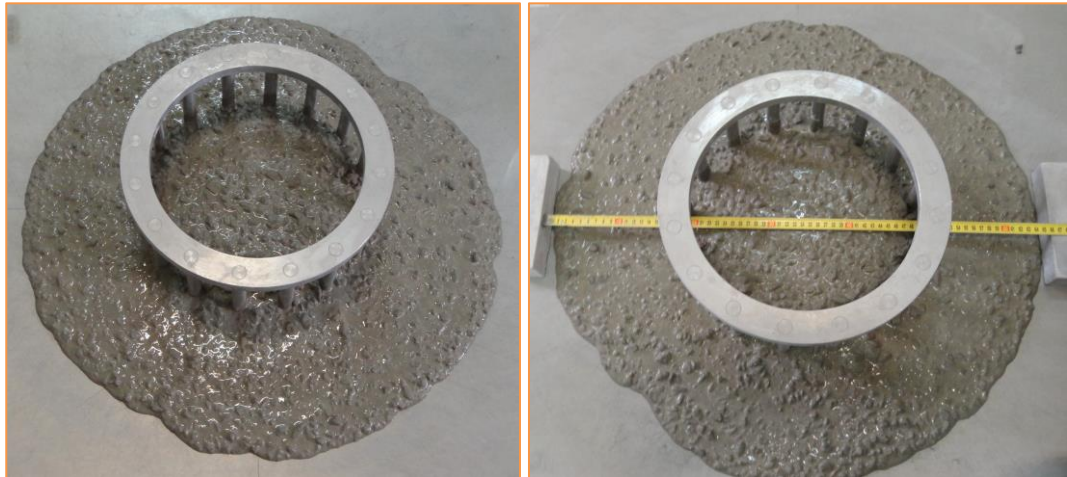


Figure 4.12 – Mesure d'étalement en présence de l'anneau (J-Ring)

b) Temps d'écoulement à l'anneau « t_{500I} » : est la période comprise entre le moment où le cône est soulevé de la plaque et le moment où le béton autoplaçant entre en contact pour la première fois avec le cercle de diamètre 500 mm. Peut être mesuré si nécessaire.

c) Taux de remplissage « PJ » : ou le palier de l'étalement à l'anneau, mesuré par le palier de blocage et représente la différence de hauteurs du BAP entre la moyenne des quatre mesures à l'extérieur de l'anneau et la mesure à l'intérieur de l'anneau [152] afin de détecter le taux de blocage (Figure 4.13). Il mesure la capacité de passage ou de blocage du BAP à travers les barres [61] et il est calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$PJ = \frac{(\Delta h_{X1} + \Delta h_{X2} + \Delta h_{Y1} + \Delta h_{Y2})}{4} - \Delta h_0 \text{ (en mm)} \quad (4.6)$$

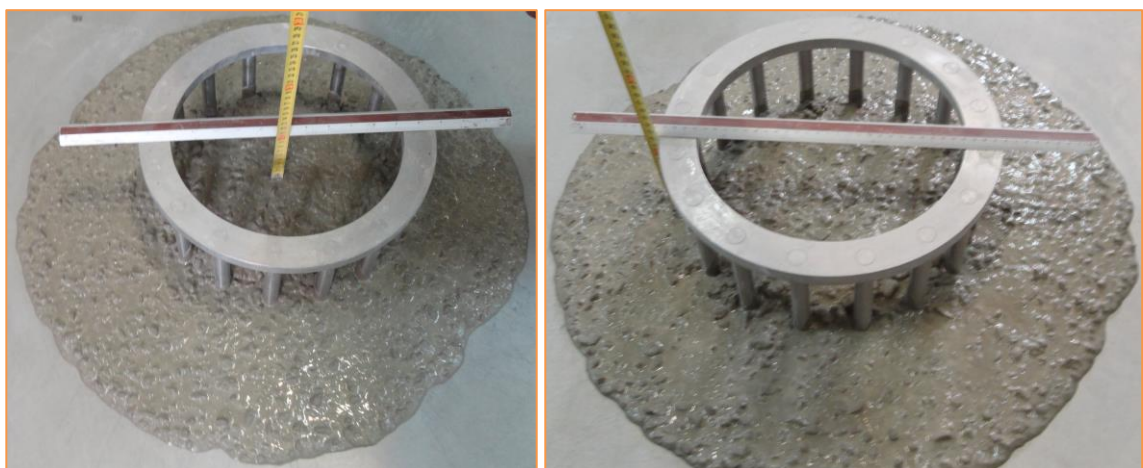


Figure 4.13 – Mesure des hauteurs à l'intérieur et à l'extérieur de l'anneau.

Plus le taux de remplissage « PJ » ou le taux de blocage sera grand, moins sera la capacité de passage. Le blocage et/ou la ségrégation peut également être détecté visuellement, souvent plus fiable que par le calcul [61].

4. 3.5 – Essai de stabilité au tamis (GTM test)

La capacité d'un BAP à rester homogène après sa mise en place jusqu'au début de prise peut être caractérisée par l'essai de stabilité au tamis développé par la société française « GTM¹ construction » (Figure 4.14). Cet essai vise à qualifier les BAP vis-à-vis du risque de ségrégation. Il peut être utilisé en phase d'étude de formulation d'un BAP en laboratoire, ou pour contrôler sa stabilité sur chantier. Il complète les essais permettant d'apprécier la mobilité, en milieu confiné ou non, en caractérisant la stabilité [64].

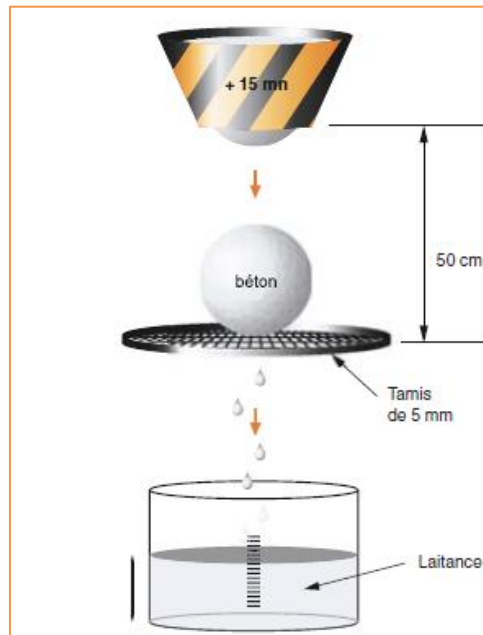


Figure 4.14 – Essai de stabilité au tamis [153].

D'après [64, 154], l'essai de stabilité au tamis consiste à placer, juste après le malaxage, 10 litres de béton dans un récipient à échantillon pendant 15 minutes. Recouvrir ce dernier pour prévenir toute évaporation. Observer et noter l'éventuelle présence d'eau claire de ressuage à la surface du récipient après les 15 minutes. Déverser ensuite un poids de l'échantillon « $P_{\text{échantillon}}$ » égal à $4,8 \text{ kg} \pm 0,2 \text{ kg}$ sur un tamis (de mailles carrées de 5 mm) avec une hauteur de chute de 50 cm. Après 2 min, consigner la masse de laitance

¹ Grands travaux de Marseille

« P_{laitance} » qui s'est écoulée à travers le tamis (Figure 4.15). Le pourcentage de laitance « SR » qui est passée à travers le tamis est calculé selon l'expression suivante :

$$SR = \frac{P_{\text{laitance}} \times 100}{P_{\text{échantillon}}} \quad (4.7)$$



Figure 4.15 – Mesure du pourcentage de laitance.

La mesure de pourcentage de laitance « SR » conduit à classer les formulations de béton autoplaçant de la façon suivante (Tableau 4.3) :

Tableau 4.3 – Critères de stabilité au tamis [78]

Conditions	Critères de stabilité	Remarques
$0\% \leq SR \leq 15\%$	Stabilité satisfaisante	Béton homogène et stable
$15\% < SR \leq 30\%$	Stabilité critique	Vérifier les autres critères d'ouvrabilité
$SR > 30\%$	Stabilité très mauvaise	Ségrégation systématique, béton inutilisable

Toutefois, une stabilité inférieure à 5% nécessite une attention particulière. Dans ce cas, la pâte liante ou le mortier du béton est trop visqueux pour s'infiltrer dans tous les vides granulaires et assurer une bonne qualité de parement [83].

4. 4 – Caractérisation des bétons autoplaçants à l'état durci4. 4.1 – Essai de résistance à la compression

La résistance en compression est généralement considérée comme la propriété la plus importante du béton, car elle projette généralement une image globale de sa qualité puisqu'elle est directement reliée à la structure de la pâte de ciment hydraté [2]. L'essai de résistance à la compression du béton a été effectué conformément à la norme européenne NF EN 12390-3 [155], par application d'un effort de chargement sur une éprouvette cubique (demi-prisme), dans le sens perpendiculaire à l'axe de coulage, jusqu'à rupture dans une machine pour essai de compression (Figure 4.16).



Figure 4.16 – Essai de résistance à la compression.

La résistance à la compression du béton est donnée par l'équation suivante :

$$f_c = \frac{F}{A_c} \text{ (en MPa)} \quad (4.8)$$

Avec : – F : la charge maximale à la rupture de l'éprouvette (en Newtons),
– A_c : l'aire de la section chargée de l'éprouvette (70 mm x 70 mm).

La résistance à la compression du béton, à l'âge déterminé de séjour à l'eau, est égale à la moyenne arithmétique, exprimée à 0,1 MPa près, des valeurs mesurées sur chacun de demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion de trois éprouvettes 7x7x28 cm.

4. 4.2 – Essai de résistance à la traction par flexion

La résistance du béton à la traction peut être contrôlée par l'essai de résistance en flexion qui est le plus couramment utilisé. Il consiste à rompre une éprouvette prismatique, de côté « d » et de longueur « $4d$ », par application d'un moment de flexion constant ($M = (F \cdot d)/2$) entre les deux points d'application de la charge totale de rupture « F » [81]. L'essai a été effectué conformément à la norme européenne NF EN 12390-5 [156], par l'emplacement d'une éprouvette 7x7x28 cm dans l'appareil de chargement de la machine d'essai, en prenant comme faces de chargement ses faces de moulage (Figure 4.17).

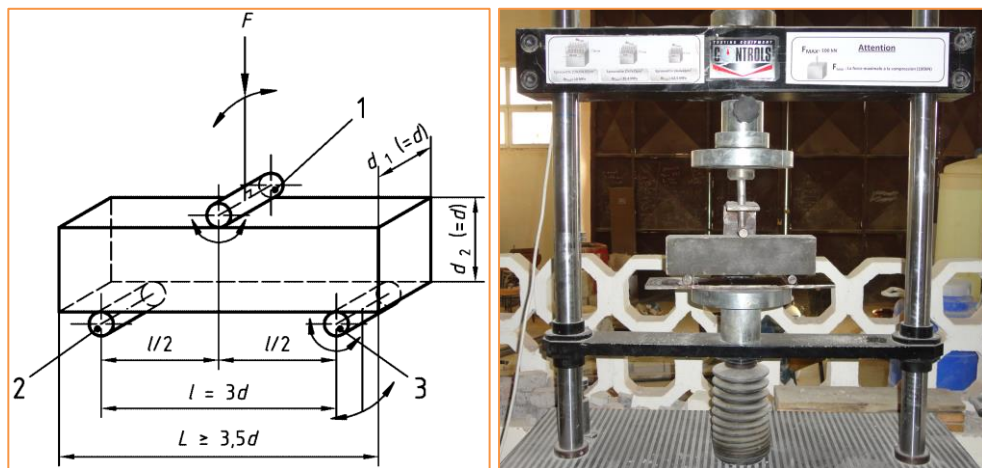


Figure 4.17 – Essai de résistance à la traction par flexion.

La résistance en flexion du béton, par application d'une charge centrée, est calculée d'après l'équation suivante :

$$f_f = \frac{3 \cdot F \cdot l}{2 \cdot d_1 \cdot d_2^2} \quad (\text{en MPa}) \quad (4.9)$$

Avec : – F : la charge maximale à la rupture de l'éprouvette (en Newtons),
 – l : l'écartement entre les deux rouleaux d'appui (en mm),
 – d_1 et d_2 : les dimensions de la section transversale de l'éprouvette (en mm).

Pour tenir compte d'une sorte de plastification en traction supposée précédant la rupture, la contrainte de traction correspondante sur la fibre inférieure (équation 4.9), calculée par la formule de l'élasticité ($f_t = (M \cdot V)/I$), doit être affectée d'un coefficient 0,6 qui est valable en moyenne pour les prismes (7x7x28 cm), mais ne l'est plus pour d'autres prismes [157]. On déduit ainsi la résistance en traction par :

$$f_t = 1,8 \times \frac{F \cdot l}{2 \cdot d_1 \cdot d_2^2} \text{ (en MPa)} \quad (4.10)$$

Pour un âge donné de mûrissement à l'eau, la résistance en traction par flexion est égale à la moyenne arithmétique, exprimée à 0,1 MPa près, des valeurs mesurées sur chacune des trois éprouvettes prismatiques.

4. 4.3 – Essai d'auscultation dynamique

L'essai d'auscultation dynamique, par vitesse du son, consiste à mesurer le temps de propagation d'ondes sonique dans une éprouvette de béton à l'aide d'un appareil à ultrasons (Figure 4.18). L'essai a été effectué conformément à la norme P 18-418 [158].

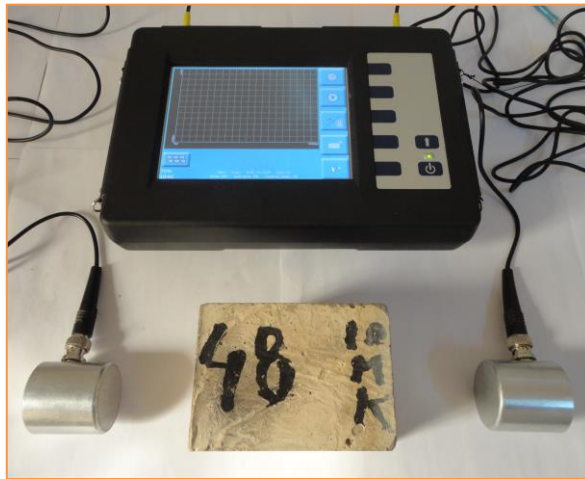


Figure 4.18 – Essai d'auscultation dynamique.

La vitesse de propagation du son est calculée par la formule suivante :

$$V = \frac{d}{t} \text{ (en m/s)} \quad (4.11)$$

Avec : – d : distance entre faces de l'éprouvette mesurée en mètres,

– t : temps de propagation d'ondes en secondes.

Les vitesses de propagation du son calculées, sont exprimées en mètres par seconde, sous la forme de la moyenne des valeurs mesurées sur trois éprouvettes de chaque type du béton. La vitesse de propagation du son est d'autant plus élevée que le béton est plus dense donc plus résistant. Elle fournit des indications sur les qualités des bétons, tels

que l'homogénéité du béton, les cavités, les fissures, le module d'élasticité ainsi que la résistance à la compression.

Le module d'élasticité instantané peut se déterminer expérimentalement par la vitesse du son, dont il est proportionnel au carré de la vitesse du son :

$$E_{ij} = K.V^2 \frac{\tilde{\omega}}{g} \text{ (en MPa)} \quad (4.12)$$

Avec : – $\tilde{\omega}$: masse volumique du matériau (en kg/m^3),

– g : accélération de la pesanteur ($9,81 \text{ m/s}^2$).

K étant une fonction du coefficient de poisson (ν) :

$$K = \frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{1 - \nu} \quad (4.13)$$

Le coefficient de poisson (ν), est le rapport entre la déformation transversale et la déformation longitudinale en valeurs relatives. Sa valeur varie de 0,15 à 0,30. On le prend souvent égal à 0,20. L'essai d'auscultation dynamique par vitesse du son permet de se rendre compte in situ de la qualité du béton et de sa régularité, puisqu'elle peut être faite sur l'ouvrage lui-même [81].

4. 4.4 – Essai de porosité et de masse volumique

L'essai de porosité et de masse volumique a pour but de déterminer la porosité accessible à l'eau (ou porosité ouverte) et la masse volumique apparente d'un corps d'épreuve de béton durci [108]. Il consiste à saturer au vide un corps d'épreuve dans un dessiccateur en verre pendant 4 heures, puis l'imbiber d'eau pendant 44 heures.



Figure 4.19 – Essai de saturation au vide et d'imbibition.

On place ensuite, le corps d'épreuve dans le système de suspension de la balance hydrostatique et le pèse lorsqu'il sera complètement immergé (Figure 4.20), soit « M_{eau} ». On pèse immédiatement l'échantillon dans l'air, après qu'il soit sorti de l'eau et essuyé rapidement et soigneusement de l'eau superficielle, soit « M_{air} ». On sèche ensuite, l'échantillon à (105 ± 5) °C jusqu'à masse constante, soit « M_{sec} ».



Figure 4.20 – Pesée hydrostatique de l'échantillon.

La masse volumique apparente « ρ_d », exprimée en kilogramme par mètre cube, est donnée par l'équation suivante :

$$\rho_d = \frac{M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times \rho_{eau} \quad (4.14)$$

Avec, ρ_{eau} : masse volumique de l'eau utilisée pour la pesée hydrostatique (en kg/m^3).

La porosité accessible à l'eau « ε », exprimée en pourcentage volumétrique, est donnée par l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100 \quad (4.15)$$

4. 4.5 – Essai d'absorption capillaire

L'essai d'absorption capillaire est également intéressant et facile à effectuer. Il renseigne globalement sur la structure et sur l'importance du réseau capillaire. Il est aussi utilisé en complément d'autres essais pour caractériser la durabilité du béton. Cet essai d'absorption capillaire a été réalisé conformément au mode opératoire de la norme européenne NF EN 480-5 [159]. Il consiste à déterminer le taux d'absorption par remontée capillaire, due à la force de succion, d'une éprouvette prismatique de béton posée à sa base sur de petits supports de telle manière que seuls les (3 ± 1) premiers millimètres du bas de l'éprouvette soient immergés. Les éprouvettes séchées préalablement de masse « M_0 » sont placées dans un récipient à couvercle pour éviter toute dessiccation (Figure 4.21).



Figure 4.21 – Essai d'absorption capillaire.

On mesure alors l'augmentation de la masse de l'éprouvette en fonction du temps. À chaque échéance donnée, l'éprouvette de béton est sortie du récipient, essuyée légèrement puis pesée « M_j » et replacée dans le récipient en position verticale.

Pour une échéance donnée, l'absorption capillaire « C_A » est exprimée en grammes par millimètre carré, par la formule suivante :

$$C_A = \frac{M_j - M_0}{4900} \quad (4.16)$$

4. 5 – Récapitulatif du programme des essais réalisés

4. 5.1 – Essais des mortiers autoplaçants à l'état frais

La figure suivante regroupe les différents essais d'optimisation des MAP à l'état frais ainsi que les essais d'évaluation de la chaleur d'hydratation de liants adaptés pour la formulation des BAP :

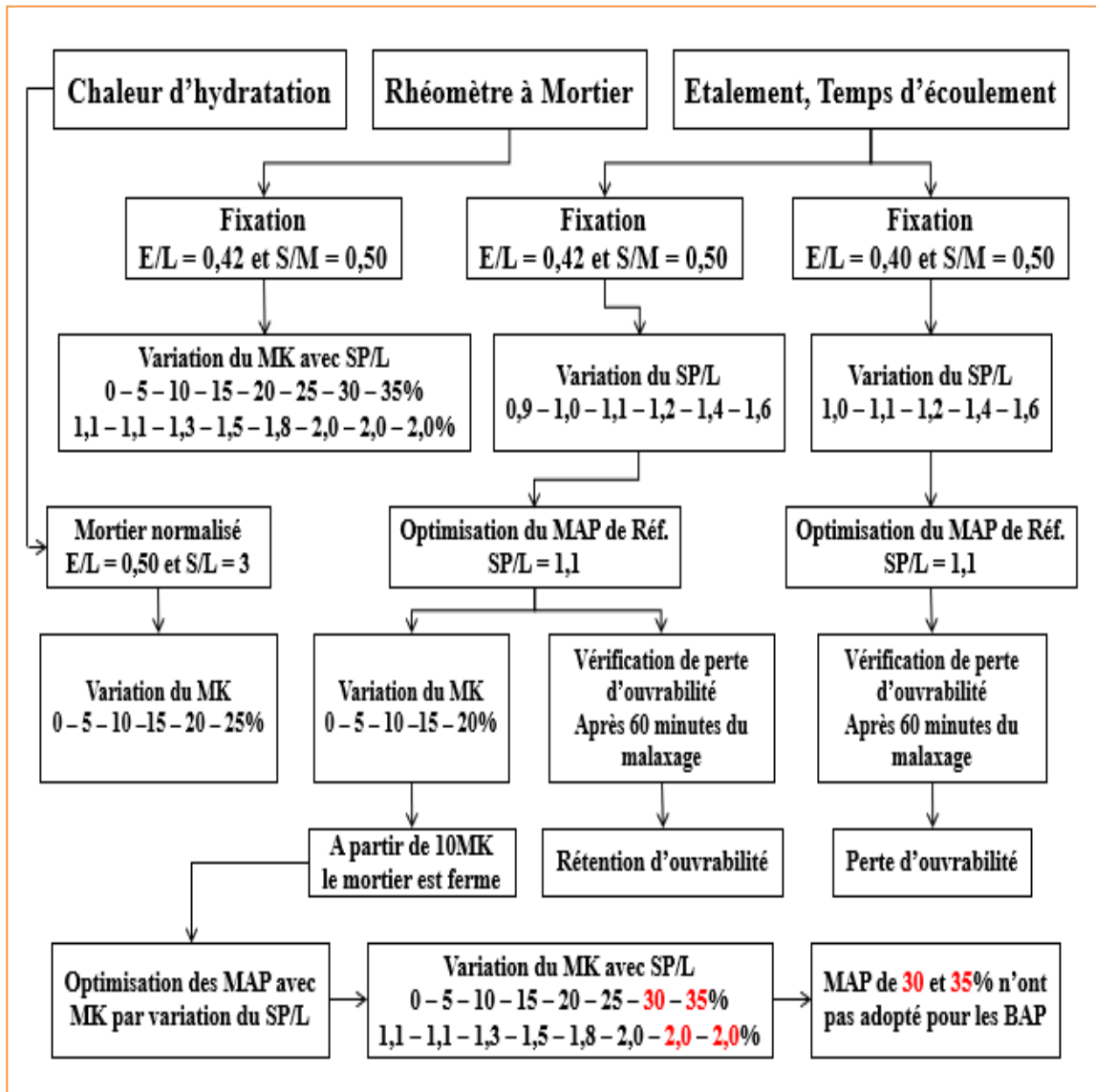


Figure 4.22 – Essais des mortiers autoplaçants à l'état frais.

4. 5.2 – Essais des bétons autoplaçants à l'état frais

La figure sous-cité regroupe les différents essais d'ouvrabilité des BAP par variation du MK avec le dosage en SP :

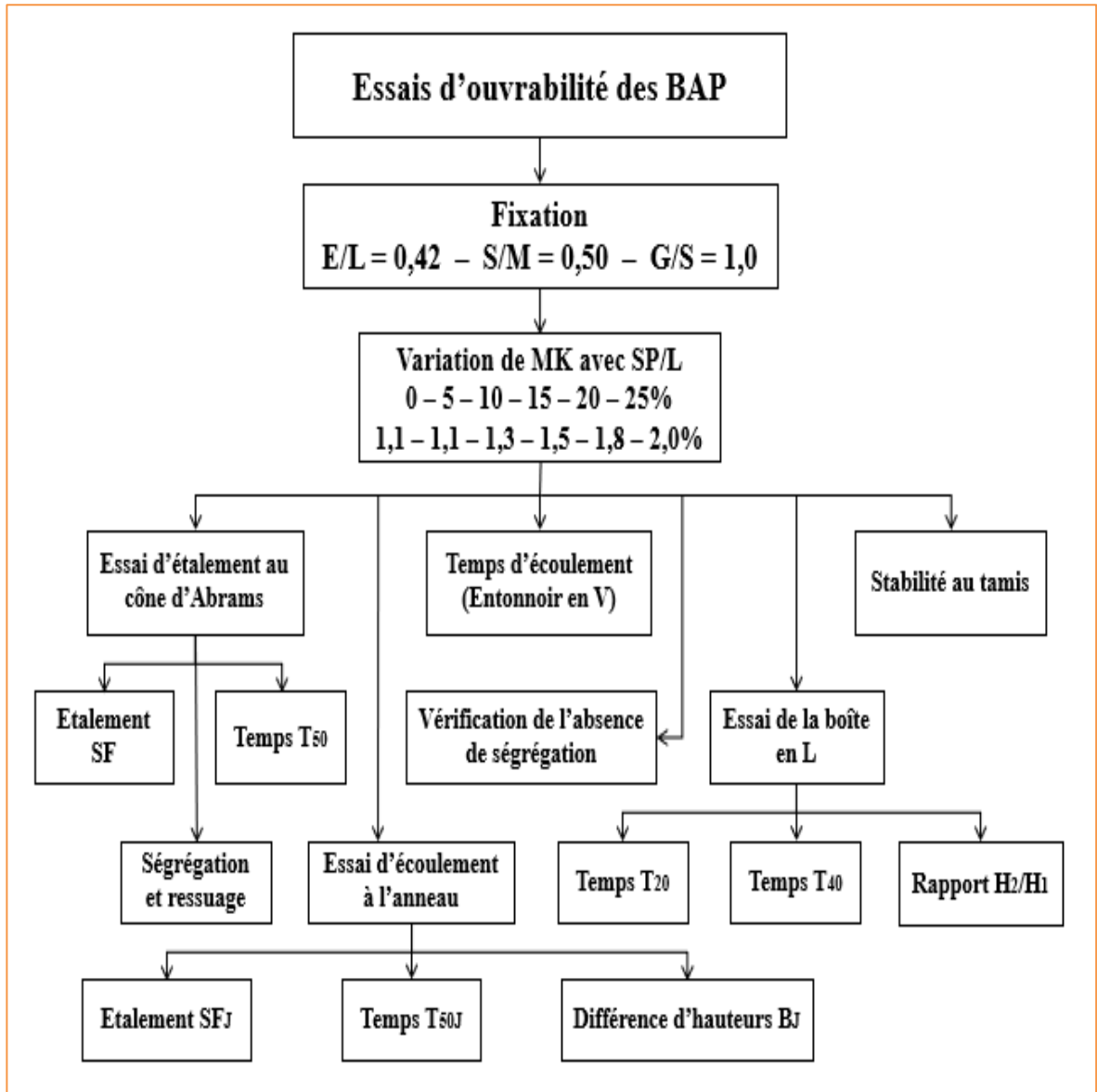


Figure 4.23 – Essais des bétons autoplaçants à l'état frais.

4. 5.3 – Essais des bétons autoplaçants à l'état durci

La figure suivante regroupe les différents essais de propriétés physico-mécaniques des BAP à l'état durci :

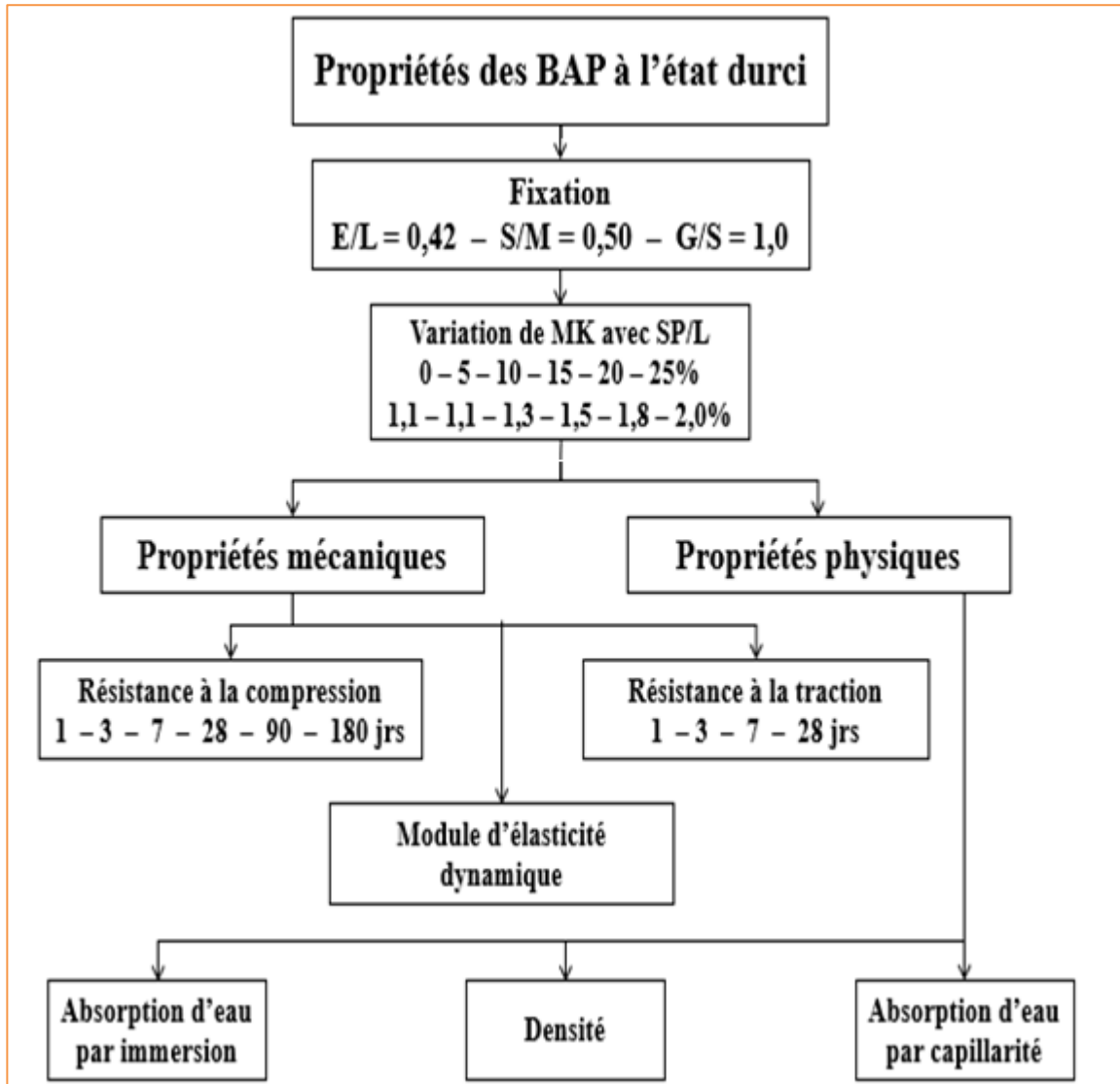


Figure 4.24 – Essais des bétons autoplaçants à l'état durci.

CHAPITRE 5

INFLUENCE DU MÉTAKAOLIN

SUR LES PROPRIÉTÉS DES MAP

A L'ÉTAT FRAIS

CHAPITRE 5

INFLUENCE DU METAKAOLIN SUR LES PROPRIETES DES MAP A L'ETAT FRAIS

5. 1 – Introduction

Dans ce chapitre nous exposerons et analyserons les résultats des différents essais effectués sur la caractérisation des MAP à l'état frais. En premier lieu, nous nous intéresserons à la caractérisation du mortier de référence par optimisation du rapport S/M et par la fixation du rapport E/L que les on pourra utiliser par la suite dans la composition du BAP, tout en vérifiant au préalable l'efficacité du SP sur l'ouvrabilité du MAP de référence dans le temps par ajustement du rapport SP/L. Nous étudierons ensuite l'effet du MK sur la demande en eau, sur le besoin en SP, sur les paramètres rhéologiques et sur la chaleur d'hydratation des MAP.

5. 2 – Mortier autoplaçant de référence

5. 2.1 – Optimisation du rapport Sable/Mortier (S/M)

L'optimisation du rapport S/M consiste à développer les meilleures propriétés du mortier autoplaçant à l'état frais pour assurer une meilleure performance du béton autoplaçant à l'état frais et durci. Le principe du procédé consiste à rechercher une composition optimale avec un volume de sable dans le mortier approprié. D'après [73, 76], Chai a suggéré que la teneur en sable devrait être comprise entre 40% et 47% de mortier par volume. Il a également rapporté [76], que lorsque le rapport E/L sera supérieur à 0,34 la teneur en sable devrait être supérieure ou égale à 45% du volume du mortier. D'après [71], Fang et al. ont indiqué que, pour la fabrication d'un béton autoplaçant à haute performance, il est préférable de prendre S/M entre 45 et 48%. Enfin, Chai [76], est arrivé à montrer qu'une augmentation de la teneur en sable à 50% du volume du mortier peut minimiser la ségrégation malgré la faible valeur de viscosité de pâte calculée.

D'autre part, pour la formulation du BAP, en raison de l'exigence de résistance à la ségrégation, le rapport E/C ne doit pas être supérieur à 0,40 avec un Dmax de 20 mm si aucun agent de viscosité n'est utilisé [76]. Avec un Dmax de 10 mm, le rapport E/C ne doit pas dépasser 0,50 [76]. En outre, Hassan et al [136], ont indiqué qu'un rapport E/L d'au moins 0,40 et une teneur totale en liant de 450 kg/m³ devrait être utilisé pour obtenir un BAP ayant un étalement acceptable sans signe visuel de ségrégation. Des travaux antérieurs [71, 140], ont trouvé que des mortiers avec un S/M de 0,50 et un E/C de 0,40 ont donné des meilleures fluidités. Afin d'arriver à un écoulement acceptable du mélange sans signe de ségrégation dans tous les mélanges testés, une étape expérimentale préliminaire a été réalisée pour déterminer le E/C minimum et la teneur minimale en ciment nécessaire pour obtenir un écoulement de MAP acceptable sans surdosage en SP. Par conséquent, en premier lieu, on a opté pour un volume de sable dans le mortier de 50% (S/M = 0,50) et un rapport E/C choisi fixe de 0,40 en masse pour toutes les compositions du mortier tout en faisant varier le rapport SP/L. Le dosage du SP est enfin déterminé par l'essai d'étalement du mortier au mini-cône et l'essai du temps d'écoulement à l'entonnoir en V [76].

Les différentes compositions des MAP, en fonction du rapport SP/L sont présentées dans le tableau 5.1 ainsi que les résultats des essais d'étalement au mini-cône et du temps d'écoulement à l'entonnoir en V. Un examen visuel du ressuage et de la ségrégation a été effectué lors de l'essai d'étalement [137].

Tableau 5.1 – Compositions et résultats des essais sur mortiers (E/L = 0,40)

E/L = 0,40 ; S/M = 0,50						
Mélanges	M1	M2	M3	M4	M5	
Superplastifiant (SP) (%)	1,0	1,1	1,2	1,4	1,6	
Liant (L) : PLC (kg/m ³)	685	685	685	685	685	
Sable (S) (kg/m ³)	1316	1316	1316	1316	1316	
Eau (E) (kg/m ³)	274	274	274	274	274	
Etalement (mm)	250	285	299	317	315	
Temps d'écoulement (s)	—*	5,70	5,60	4,70	4,95	
Observations	Ressuage	—	Non	Oui	Oui	Oui
	Ségrégation	—	Non	Non	Non	Oui

(*) : Ecoulement trop long (mortier ferme)

On constate d'après le tableau 5.1 et la figure 5.1, que l'augmentation du dosage en SP augmente l'étalement et diminue le temps d'écoulement du mortier. Néanmoins, au-delà de 1,4%, on remarque que le mortier n'a plus de progression dans la fluidité du mélange et que son temps d'écoulement commence à augmenter. Au dosage de 1,4% de SP, la courbe obtenue présente une cassure très nette appelée « point de saturation » [8]. Le SP est arrivé alors à sa valeur de saturation. Au-delà de cette valeur, l'augmentation du dosage en SP n'améliore pas de manière significative la fluidité du matériau [160] et il n'a plus d'influence sur la fluidité du mortier (§ 2.3.2.3). Le dosage de saturation est défini donc comme une dose en SP au-delà de laquelle le temps d'écoulement ne diminue plus [66] et qu'elle produit un seuil de cisaillement à peu près nul [80]. En outre, dans la plupart des cas, elle conduit à l'apparition de la ségrégation et des ressues à la surface et aux bords de la galette du mortier [74], comme il a été constaté à la figure 5.2 suivante. Tout ajout de SP, au-delà du point de saturation, est un gaspillage [8]. La ségrégation inattendue résultait souvent d'un surdosage en SP et l'adhérence de la pâte au granulat est grandement réduite par le surdosage [76]. En effet, la fluidité du béton ne s'améliore pas mais le risque de ségrégation ou de retard de prise peut augmenter lorsque le dosage en SP dépasse le point de saturation [66].

Un dosage de SP de 1,1% du poids du ciment a conduit à des valeurs d'étalement et de temps d'écoulement recommandées (§ 4.1.1.1), toutefois des doses supérieures à 1,1% présentaient un certain ressue et une certaine ségrégation. Un dosage de 1,0% est en dehors de l'intervalle de valeurs d'étalement proposé et produit un mortier ferme.

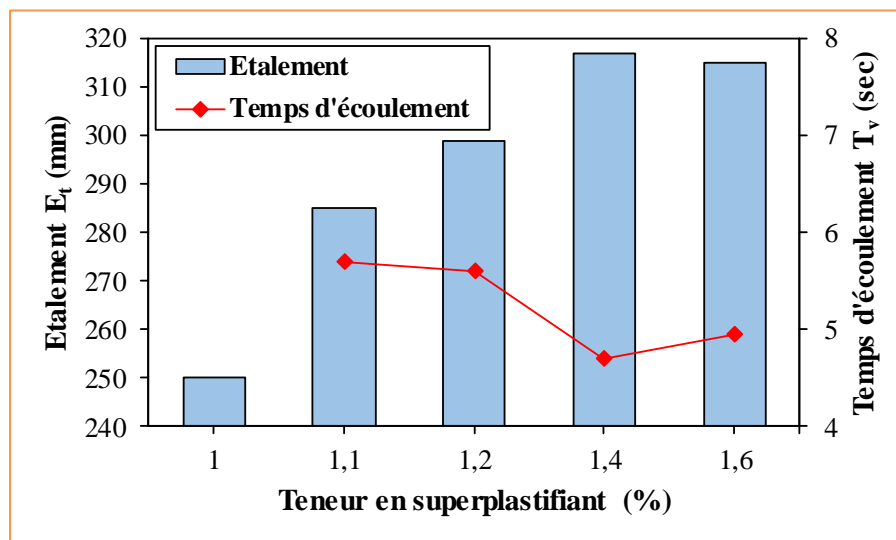


Figure 5.1 – Etalement et temps d'écoulement du mortier en fonction du SP ($E/L = 0,40$).

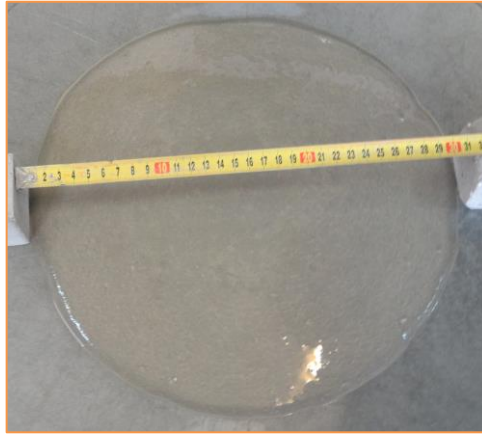


Figure 5.2 – Ressuage du mortier M5 (SP = 1,6).

5. 2.2 – Optimisation du rapport Eau/Liant (E/L)

L'évolution des propriétés de l'état frais au cours du temps est un facteur clé dans les propriétés du BAP et le temps de mise en œuvre peut être ajusté au type de SP et de retardateur de prise [161]. L'efficacité d'un SP dans le temps doit toujours être vérifiée au préalable, car certains couples ciment/adjuvant présentent des problèmes d'incompatibilité [83]. Une caractéristique essentielle que devra présenter un béton adjuvanté est un bon maintien de sa consistance dans le temps, afin que sa mise en œuvre soit facilitée [8]. Les SP gardent habituellement la fluidisation de la pâte de ciment et du mélange de liant de ciment à un niveau fixe pendant 60 min et plus [162]. Leur structure chimique stérique des polymères peut être importante, les chaînes principales ou latérales plus longues permettent au mélange de maintenir une plus longue période de fluidisation [162]. La diminution de la fluidité des mélanges des BAP avec le temps est due à l'hydratation du ciment, ce qui augmente la cohésion de la pâte de ciment [163]. En vertu d'EFNARC [61], il est utile de contrôler le maintien de l'ouvrabilité pendant une heure et plus, avant le début des travaux.

L'évolution de la maniabilité du BAP au fil du temps est suivie par l'essai d'étalement [164]. Le tableau 5.2 et la figure 5.3 suivants montrent les propriétés à l'état frais du mortier de référence (M2) choisi pour la continuité des travaux, juste après malaxage et après 60 min du malaxage. D'après les résultats, le mortier a une perte d'ouvrabilité de 16% après 60 min du malaxage et présente un comportement ferme. Il est en dehors de la fourchette proposée (§ 4.1.1.1) et par conséquent, il ne sera plus considéré comme MAP. Cette perte d'ouvrabilité précoce est due probablement au ciment PLC de classe « R » à durcissement rapide qui peut provoquer une perte rapide d'étalement. Selon

Chai [76], un adjuvant accélérateur de prise et un PC à durcissement rapide provoqueront une perte rapide d'étalement et, par conséquent, ils sont rarement utilisés dans la formulation du BAP, malgré leur effet d'améliorer la résistance initiale. Toutefois, notre SP est à base de polycarboxylate qui selon Safiuddin (§ 3.2.6), est principalement utilisé pour produire des BAP à haute performance en raison de sa meilleure capacité à retenir la fluidité du mélange de béton.

Tableau 5.2 – Propriétés à l'état frais du mortier M2

E/L = 0,40 ; S/M = 0,50 ; SP/L = 1,1			
Temps		Juste après malaxage	Après 60 minutes du malaxage
Etalement (mm)		285	239
Temps d'écoulement (s)		5,70	—*
Observations	Ressuage	Non	Non
	Ségrégation	Non	Non

(*) : Ecoulement trop long (mortier ferme)

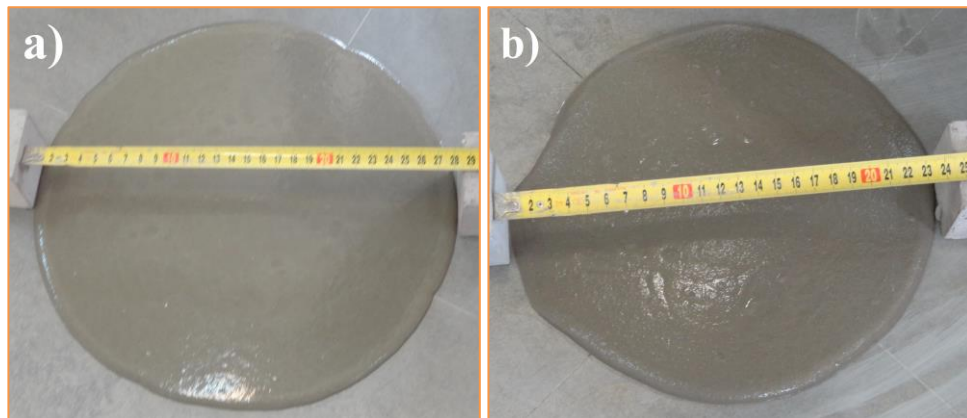


Figure 5.3 – Etalement du mortier M2 a) juste après malaxage b) après 60 min du malaxage.

D'après [71], Ohno et al. ont rapporté que la perte de maniabilité est causée par la dispersion de l'adjuvant et la quantité libre d'eau dans le mélange. Afin qu'on puisse arriver à un maintien d'ouvrabilité assez long avec la présence d'un PC à durcissement rapide, on a opté pour l'augmentation du dosage en eau par ajustement du E/C. Plusieurs essais d'étalement et du temps d'écoulement ont été conduits. Les mortiers ont été conçus pour donner un diamètre d'étalement de 275 à 335 mm [66], avec une valeur moyenne cible de 305 ± 10 mm, et un temps d'écoulement à l'entonnoir en V de 2 à 10 secondes [89] pour tous les mélanges avec ou sans MK. Le tableau 5.3 suivant, présente les différentes

compositions des MAP en fonction du rapport SP/L ainsi que leurs résultats obtenus, pour un dosage en eau de 0,42 du poids de ciment :

Tableau 5.3 – Compositions et résultats des essais sur mortiers (E/L = 0,42)

E/L = 0,42 ; S/M = 0,50							
Mélanges	M6	M7	M8	M9	M10	M11	
Superplastifiant (SP) (%)	0,9	1,0	1,1	1,2	1,4	1,6	
Liant (L) : PLC (kg/m ³)	667	667	667	667	667	667	
Sable (S) (kg/m ³)	1316	1316	1316	1316	1316	1316	
Eau (E) (kg/m ³)	280	280	280	280	280	280	
Etalement (mm)	230	289	301	309	313	323	
Temps d'écoulement (s)	—*	5,00	4,20	4,20	4,00	3,55	
Observations	Ressuage	—	Non	Non	Oui	Oui	Oui
	Ségrégation	—	Non	Non	Non	Non	Oui

(*) : Ecoulement trop long (mortier ferme)

Le tableau 5.3 et la figure 5.4 montrent l'effet du SP sur l'ouvrabilité du MAP. L'élévation du SP, augmente le diamètre d'étalement et diminue le temps d'écoulement. Plus le dosage en SP est élevé, plus la fluidité est grande et, par conséquent, plus le temps d'écoulement est court et plus l'étalement est étendu [160]. Un dosage de 0,9% est inférieur à l'intervalle de valeurs d'étalement proposé et produit un mortier ferme. Des SP de 1,0% et de 1,1% présentent des résultats acceptables sans aucune ségrégation ni ressuage, tandis que des doses supérieures à 1,1% présentaient des ressuges et une certaine ségrégation.

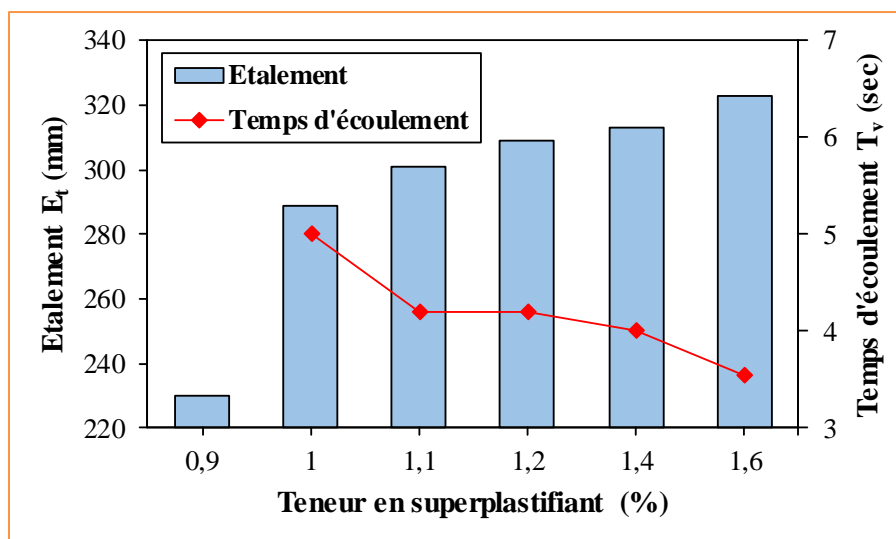


Figure 5.4 – Etalement et temps d'écoulement du mortier en fonction du SP (E/L = 0,42).

5. 2.3 – Optimisation du rapport Superplastifiant/Liant (SP/L)

L'action du SP dans le temps pourra être également évaluée à l'aide des essais d'étalement et de temps d'écoulement. Le tableau 5.4 et les figures 5.5 et 5.6 présentent les propriétés des mortiers M7 et M8 juste après malaxage et après 60 min du malaxage. D'après les résultats on remarque clairement que le mortier M8 a un maintien d'ouvrabilité au cours de temps beaucoup plus important que le mortier M7 qui se transforme en mortier très ferme à 60 min du malaxage. Le mortier M8 a une perte d'ouvrabilité de 8,6% après 60 min du malaxage et son étalement et son temps d'écoulement sont dans les fourchettes proposées. Par contre, pour le mortier M7, la perte d'ouvrabilité est de 39%. Sonebi et Bartos [165], ont estimé la perte d'ouvrabilité à 70 min après malaxage à moins de 10%.

La seule différence entre les deux mélanges qu'on peut constater, est que le mortier M8 a une quantité plus élevée de SP que le mortier M7. Une addition plus élevée de SP réduit la perte d'écoulement avec le temps ; le SP non absorbé restant dans la solution est considéré comme solution de la perte d'ouvrabilité [162]. Le mortier M8 (Figure 5.6.a) présente une quantité de SP additionnelle non absorbée restant dans la solution et qui a participé au maintien d'ouvrabilité au cours du temps (Figure 5.6.b). Selon Hu [88], d'un point de vue pratique, il y a intérêt à surdoser légèrement le béton par du SP, afin de disposer d'une « réserve » qui empêchera la perte rapide d'ouvrabilité du béton, surtout lors de l'incorporation progressive du MK à C₃A élevée qui pourra être responsable de la diminution de l'ouvrabilité [73]. La perte d'écoulement rapide est une caractéristique des pâtes de ciment à faible SP ou de ciment qui le consomme rapidement [162]. Pour la continuité des travaux, le mortier M8 a été adopté comme MAP de référence.

Tableau 5.4 – Propriétés à l'état frais des mortiers M7 et M8

E/L = 0,42 ; S/M = 0,50					
Mélanges		M7		M8	
Superplastifiant (%)		1,0		1,1	
Temps		Juste après malaxage	Après 60 min du malaxage	Juste après malaxage	Après 60 min du malaxage
Etalement (mm)		289	176	301	275
Temps d'écoulement (s)		5,00	—*	4,20	7,60
Observations	Ressuage	Non	Non	Non	Non
	Ségrégation	Non	Non	Non	Non

(*) : Pas d'écoulement (mortier ferme)

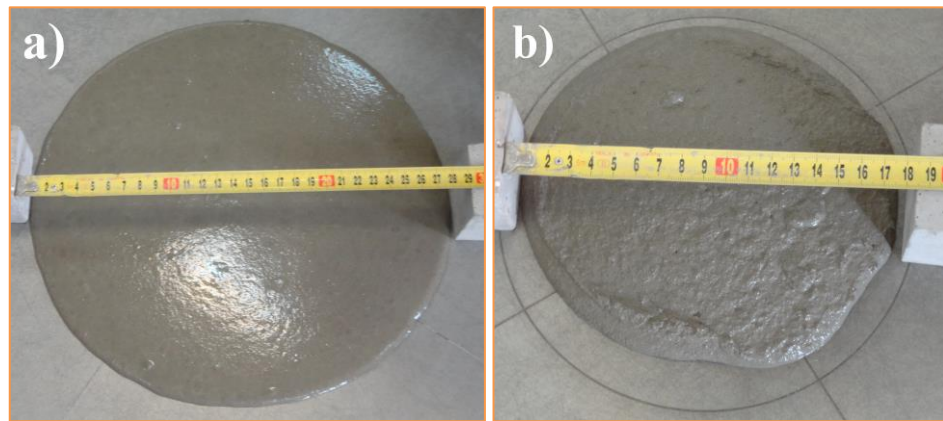


Figure 5.5 – Etalements du mortier M7 a) juste après malaxage b) après 60 min du malaxage.

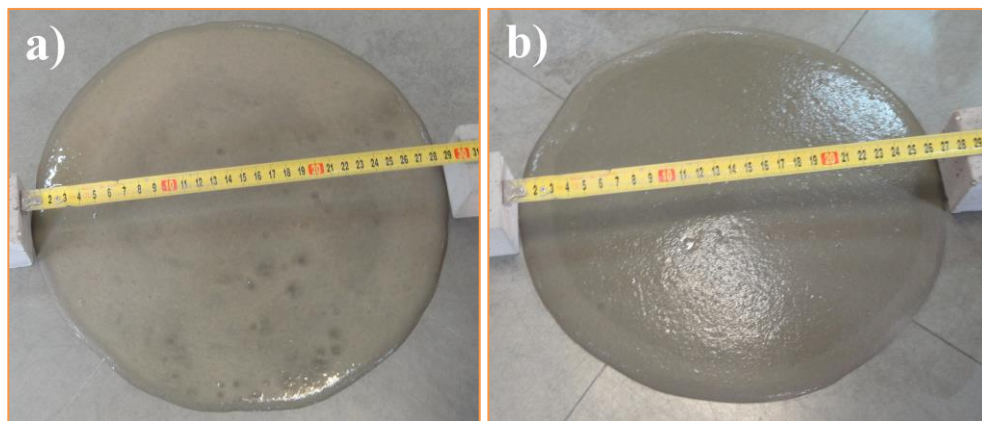


Figure 5.6 – Etalements du mortier M8 a) juste après malaxage b) après 60 min du malaxage.

5. 3 – Mortier autoplaçant à base de métakaolin

5. 3.1 – Effet du métakaolin sur la demande en eau

La demande en eau est le dosage en eau efficace nécessaire pour obtenir la consistance souhaitée [8]. Pour voir l'effet du MK sur le besoin en eau et caractériser le MAP à base du MK, des essais d'étalement au mini-cône et du temps d'écoulement à l'entonnoir en V ont été réalisés sur le mortier de référence par substitution du ciment PLC par du MK à des taux 0%, 5%, 10%, 15% et 20% et par le maintien constant des autres paramètres ($E/L = 0,42$; $S/M = 0,50$; $SP/L = 1,1$). Les MAP résultants sont désignés par PLC, 5MK, 10MK, 15MK et 20MK, respectivement (Tableau 5.5). On remarque d'après le tableau 5.5 et la figure 5.7 que la fluidité des mélanges a été réduite avec des teneurs plus élevées en MK. Le mortier de référence PLC a donné une valeur d'étalement de 301 mm

alors que les mortiers réalisés avec 5%, 10% et 15% du MK ont respectivement des valeurs d'étalement de 297, 245 et 187 mm. Cette réduction d'étalement est due au MK utilisé qui a une demande en eau élevée ($W_H = 1,21$) et tout à fait supérieure à celle du ciment. Les résultats montrent également qu'au-delà de 5% de MK, l'ouvrabilité des MAP se réduit remarquablement et que les mélanges ont donné des valeurs d'étalement en dehors de la limite (275 – 335 mm).

Tableau 5.5 – Compositions et résultats des mortiers à dosage en SP constant

E/L = 0,42 ; S/M = 0,50 ; SP/L = 1,1					
Mélanges	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK
Eau (E) (kg/m ³)	280	280	280	280	280
Liant (L) (kg/m ³)	667	667	667	667	667
PLC (kg/m ³)	667	634	600	567	534
MK (kg/m ³)	0	33	67	100	133
Sable (S) (kg/m ³)	1316	1316	1316	1316	1316
Etalement (mm)	301	297	245	187	—*
Temps d'écoulement (s)	4,20	5,10	8,10	11,70	—

(*) : Pas d'écoulement (mortier ferme)

D'après [49], Caldarone et al. ont observé que, l'affaissement du béton contenant 10% de MK a été réduit par rapport à celui du béton avec de PC seulement. Cette observation est cohérente avec celle de Guneyisi et Gesoglu, d'après [166], qui ont indiqué une chute progressive dans le diamètre d'étalement du MAP avec l'incorporation du MK. D'après [134], Li et Ding ont déterminé que la fluidité du ciment mélangé au MK devenait plus pauvre que celle du PC confectionnés avec le même dosage SP/L et le même rapport E/L. Badogiannis et al. [133] ont reporté que les ciments mélangés au MK nécessitaient beaucoup plus d'eau que le ciment relativement pur et que la demande en eau augmentait avec l'augmentation du dosage du MK, ce qui signifie que le besoin en absorption d'eau est plus élevé pour le ciment avec du MK que pour le ciment seul. Ceci pourrait être expliqué par la surface spécifique plus grande [54, 166, 167] ainsi que par l'activité chimique plus élevée du MK [167] par rapport au PC.

D'après [31], Aoune-Seghir et al. ont rapporté que plus les additions minérales s'éloignent du modèle sphérique, plus l'incidence de la morphologie sur la demande en eau

est importante. En effet, selon [168], Hope et Rose ont indiqué, lors de l'examen de l'effet de la composition du ciment sur la demande en eau requise pour un affaissement constant, que la surface spécifique avait une influence minimale sur la demande en eau ; toutefois, la demande en eau a été augmentée pour le ciment avec une teneur élevée en Al_2O_3 et une faible perte au feu. Cette constatation est cohérente avec celle de notre poudre (ciment + MK) ; le remplacement partiel du PLC par du MK a présenté une demande en eau plus élevée, en raison d'une teneur plus élevée en Al_2O_3 et d'une perte au feu plus faible.

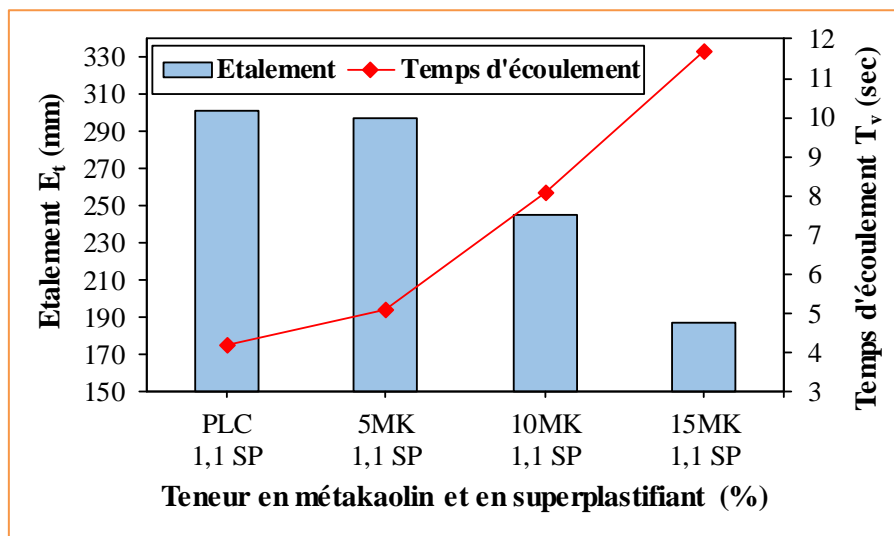


Figure 5.7 – Étalement et temps d'écoulement du mortier binaire à SP constant.

5. 3.2 – Effet du métakaolin sur le besoin en superplastifiant

L'augmentation de demande en eau peut être un inconvénient lors de la formulation des bétons. En effet, à l'état frais et pour garder une rhéologie constante, une addition consommatrice d'eau, comme le MK, nécessite soit une augmentation d'eau (augmentation du E/L), au détriment de la résistance, soit un dosage en SP plus élevé [54]. Ambroise et al. [130], ont rapporté également que des teneurs en MK plus élevées entraînent une très forte demande en eau, une porosité élevée et une faible résistance à la compression. De ce fait, selon [164], Batis et al. ont indiqué que pour maintenir constante la fluidité des mélanges avec du MK, la quantité de SP doit être augmentée. Khaleel et Abdul Razak [74] ont aussi indiqué qu'à mesure que le taux de remplacement du MK augmente, le dosage optimal du SP augmente également. En fait, la demande en eau des mélanges avec du MK a été optimisée par l'augmentation du dosage en SP.

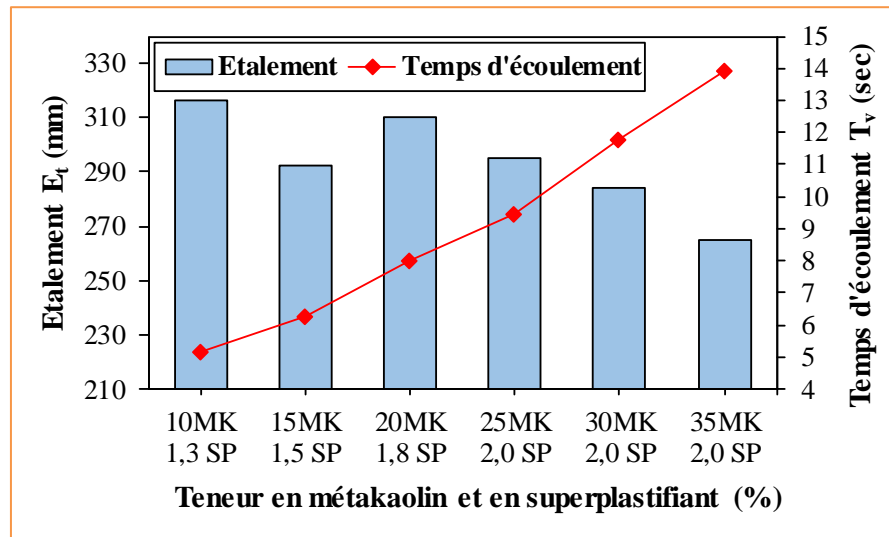


Figure 5.8 – Etalement et temps d'écoulement du mortier binaire à SP variant.

5. 3.3 – Relation entre le métakaolin et le superplastifiant

Le tableau 5.7 et la figure 5.9 présentent les propriétés à l'état frais des mortiers binaires adoptés pour la formulation des BAP. On constate que plus le taux du MK pour remplacer le ciment sera élevé, plus le besoin en SP sera grand pour avoir une fluidité constante. En effet, la figure 5.10 montre une relation linéaire directe ($R^2 = 0,99$) relie MK avec SP indépendamment des proportions des mélanges (plus la teneur en MK est élevée, plus la demande en SP est forte). Par conséquent, la demande en SP a été augmentée d'environ 82% lorsque le pourcentage de MK dans les mélanges passe de 0% à 25%. Hassan et al. [169] ont constaté que la demande en SP augmentait d'environ 27% lorsque le pourcentage de MK dans les mélanges de BAP augmentait de 0% à 25%. Ce grand écart remarqué entre le pourcentage de consommation du SP (c'est-à-dire entre 27% et 82%) peut être attribué à la surface spécifique la plus élevée du MK utilisé malgré la présence de ciment calcaire qui demande généralement moins d'eau que les ciments relativement purs [170]. Melo et Carneiro [171] ont constaté que la consommation de SP augmentait avec des finesses et une teneur en MK plus élevées. En effet, la quantité de SP ajoutée à chaque mélange était directement proportionnelle à la quantité de remplacement du MK, afin de compenser la demande en eau accrue à des niveaux de MK importants [172]. Selon Perlot et al. [164], l'augmentation de la demande en eau est principalement attribuée à la grande finesse du MK ainsi qu'à sa granularité étroite et à sa forme et par conséquent à la surface spécifique importante développée par ses particules ultrafines.

Tableau 5.7 – Propriétés à l'état frais des mortiers binaires adoptés

E/L = 0,42 ; S/M = 0,50						
Mélanges	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK	25MK
Superplastifiant (SP) (%)	1,1	1,1	1,3	1,5	1,8	2,0
Etalement (mm)	301	297	316	292	310	295
Temps d'écoulement (s)	4,20	5,10	5,15	6,25	8,00	9,45
Observations	Ressuage	Non	Non	Non	Non	Non
	Ségrégation	Non	Non	Non	Non	Non

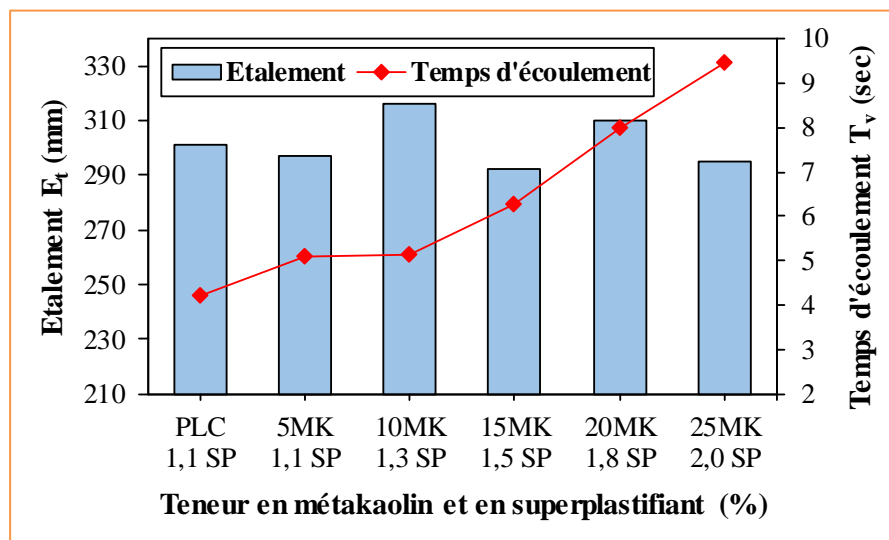


Figure 5.9 – Etalement et temps d'écoulement des mortiers binaires retenus.

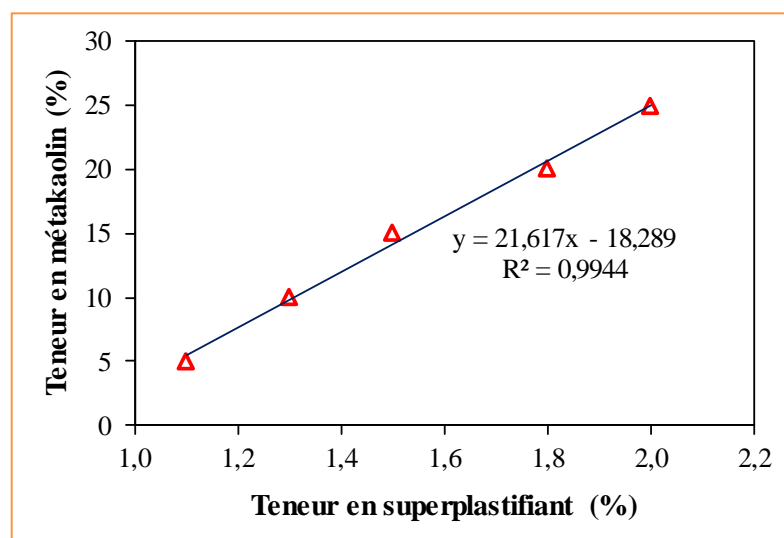


Figure 5.10 – Teneur en MK en fonction du dosage en SP.

5. 4 – Effet du métakaolin sur la rhéologie des mortiers autoplaçants5. 4.1 – Effet du métakaolin sur les paramètres rhéologiques

Pour voir l'effet du MK sur le comportement rhéologique du MAP à base de ciment PLC, des mesures rhéologiques ont été effectuées pour tous les mélanges des MAP, y compris ceux qui sont en dehors des fourchettes d'étalement au mini-cône et du temps d'écoulement à l'entonnoir en V ciblées. Les MAP sont désignés par PLC, 5MK, 10MK, 15MK, 20MK, 25MK, 30MK et 35MK. Le tableau 5.8 et la figure 5.11 montre le seuil de cisaillement et la viscosité plastique des MAP étudiés avec le même rapport E/L de 0,42 et le dosage en SP y afférent.

Il est clair que le remplacement du ciment par du MK conduit à une augmentation de la viscosité plastique des mélanges par rapport au mélange du ciment PLC et ceci quel que soit le dosage en SP (constant ou variable). Toutefois, l'augmentation du dosage de SP entraîne une diminution du seuil de cisaillement. Par contre, à une dose constante de SP (c'est-à-dire à 1,1% ou à 2% en masse de liant), le seuil de cisaillement augmente avec l'augmentation du pourcentage de MK. En d'autres termes, le seuil de cisaillement augmente avec l'élévation du pourcentage de MK et tend à être diminué lorsque le dosage en SP est aussi augmenté. Dans la pratique, selon [173], Tattersall et Banfill ont indiqué que cette réduction peut être causée par un glissement ou une ségrégation dans le rhéomètre. Dans notre cas, la diminution du seuil de cisaillement est causée par un glissement dû à l'augmentation du dosage en SP, car on voit clairement que la viscosité augmente et que l'augmentation de la viscosité du mortier ou de la pâte est très efficace pour réduire la ségrégation [76]. Selon Koehler [79], le SP est le principal facteur responsable de la réduction du seuil de cisaillement.

Tableau 5.8 – Propriétés rhéologiques des mortiers autoplaçants

E/L = 0,42 ; S/M = 0,50								
Mélanges	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK	25MK	30MK	35MK
SP (%)	1,1	1,1	1,3	1,5	1,8	2,0	2,0	2,0
Seuil de cisaillement (Pa)	16,23	18,93	15,39	11,55	7,43	4,55	5,54	5,70
Viscosité plastique (Pa.s)	2,49	3,14	3,92	4,12	4,85	5,43	6,73	7,40

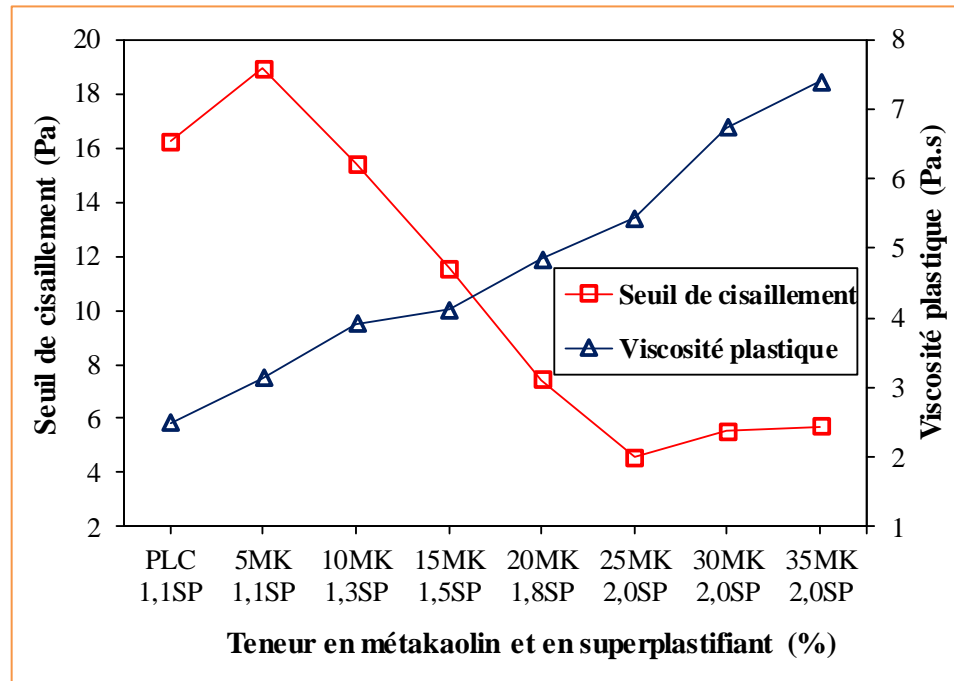


Figure 5.11 – Effet du MK et du SP sur les paramètres rhéologiques.

L'utilisation de MK d'alumine (Al_2O_3) élevée, augmente la phase C_3A des liants. En outre, la surface spécifique des liants augmente également avec l'augmentation de la teneur en MK d'une surface spécifique plus élevée. Plusieurs études ont indiqué qu'avec une quantité constante d'addition de SP, les mélanges de ciments à faible teneur en C_3A sont caractérisés par une augmentation de l'écoulement qui décroît pour une pâte de ciment avec une quantité de C_3A et une surface spécifique élevées [162]. Par conséquent, à une quantité de SP constante, le seuil de cisaillement et la viscosité plastique des MAP augmentent avec l'augmentation du dosage de MK. Ce constat a été observé par de nombreux chercheurs [128, 169, 174] dans des cas semblables. Ceci est attribué à la très grande surface spécifique du MK [128, 174] et à la tendance des fines particules du MK à s'agglomérer [174]. Ces effets qui agiraient pour augmenter la demande en eau, provoquent de grandes élévations du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique [174]. D'ailleurs, selon Hassan et al. [136], la nature argileuse du MK contribue à augmenter la viscosité et à diminuer la fluidité des mélanges du BAP.

D'un autre côté, le SP est dominant et joue un rôle principal dans le seuil de cisaillement [78]. L'incorporation du SP diminue principalement la valeur du seuil de cisaillement (meilleure fluidité), mais entraîne une baisse limitée de la viscosité [175]. D'ailleurs, le seuil de cisaillement diminue en raison de l'effet dominant du SP dans le

contrôle de la fluidité du BAP [76]. En vertu de Banfill [176], l'augmentation du SP réduit seulement le seuil de cisaillement sans effet sur la viscosité plastique. De même, il a signalé qu'une augmentation du seuil de cisaillement sans changement de la viscosité plastique ne peut résulter que d'une trop faible quantité de SP dans le mélange. Hu [88] a également indiqué que l'augmentation du dosage de SP est souvent accompagnée par l'augmentation de la viscosité du béton et il semble qu'une partie importante de SP reste en solution au lieu d'être adsorbée par les grains lorsque le béton a un dosage en SP élevé. Cette partie de SP augmente alors la viscosité de la solution, et ainsi celle du béton.

D'après [168], Mork a suggéré qu'en général, le SP diminue le seuil de cisaillement et augmente la viscosité plastique. De même, Chai [76] a indiqué que l'utilisation de SP diminue le seuil de cisaillement mais a peu d'impact sur la viscosité plastique du béton. Pour la pâte de ciment, Ho et al. ont constaté que SP réduit le seuil de cisaillement substantiellement, mais ont abouti à une diminution minime de la viscosité plastique, d'après [168]. Hassan et al. [169], ont révélé que la quantité de SP dans les mélanges de BAP ne semble pas affecter la viscosité de béton, mais affecte le seuil de cisaillement. En fait, les adjuvants n'ont pratiquement aucun effet sur la viscosité plastique, au-dessus d'un E/C de 0,40 ou sur le seuil de cisaillement, au-dessus d'un E/C de 0,5 [168]. Ainsi, selon [169], Cyr et Mouret ont déterminé que l'utilisation de MK augmente la viscosité de la pâte de ciment qui sert à être bénéfique pour le BAP car elle ralentit la sédimentation des particules et améliore la dispersion des solides à l'état plastique.

En résumé, au même rapport E/L de 0,42 et à l'augmentation du dosage de SP, le comportement rhéologique global est alors contrôlé par MK - c'est-à-dire que plus la teneur en MK est élevée, plus le seuil de cisaillement est faible et plus la viscosité plastique est élevée. Ainsi, le niveau de remplacement optimal du ciment (dosage) par des additions minérales est tel que défini par la plus forte réduction du seuil de cisaillement ou de la viscosité plastique [177]. On peut conclure que le dosage optimal de MK est de 25% en remplacement du poids de ciment (Figure 5.11). Ce résultat est cohérent avec un important étalement du béton conduit par le BAP du 25MK (§ 6.2.2). D'un autre côté, on peut conclure également que le MAP du 25MK a un comportement rhéologique fluide et visqueux. Ce comportement, à deux propriétés différentes et complémentaires, est celui des (BHP) [8]. Du point de vue rhéologique, afin d'atteindre un comportement autoplaçant, il faut augmenter la fluidité et la viscosité d'un mélange [76]. Selon Yahia et al. [178], un faible seuil de cisaillement est important pour assurer une meilleure capacité de

remplissage, tandis qu'une viscosité plastique élevée du mortier est nécessaire pour la mise en place dans des zones très encombrées et complexes et pour des mélanges à forte teneur en gravillons.

5. 4.2 – Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'étalement

Concernant la relation entre le seuil de cisaillement et l'étalement, les chercheurs sont moins unanimes. Alors que Utsi et al. et Emborg, d'après [65] et Chai [76], ont trouvé une faible corrélation entre le seuil de cisaillement extrapolé par le modèle de Bingham et la mesure d'étalement, les résultats de Ferraris et de Larrard [99], obtenus sur le BAP, montrent une bonne corrélation entre le seuil de cisaillement extrapolé par le modèle de Herschel-Bulkley et l'étalement.

La figure 5.12 présente les valeurs mesurées du seuil de cisaillement en fonction du diamètre d'étalement des différents mélanges des MAP. Aucune corrélation n'a pu être établie entre le seuil d'écoulement extrapolé par le modèle de Bingham et la mesure de l'étalement puisque les plages des valeurs du seuil de cisaillement et du diamètre d'étalement étaient larges. Cependant, à un même diamètre d'étalement (295 mm et 297 mm), le seuil de cisaillement varie de 14,38 Pa : de la valeur inférieure (4,55 Pa) à la limite supérieure (18,93 Pa). Le même comportement rhéologique a été observé par d'autres chercheurs [179] en utilisant les mélanges de BAP avec une poudre contenant des laitiers et des cendres volantes de classe F dans des proportions différentes, dans lequel l'augmentation de la viscosité avec l'augmentation du pourcentage des additions a été observée, tandis que le seuil de cisaillement a diminué. Dans notre cas, ceci est dû au fait que plus le remplacement de MK est plus élevé, plus le dosage en SP est plus élevé, c'est-à-dire plus la viscosité plastique est élevée et plus le seuil de cisaillement est faible ; Par conséquent, un béton frais d'un seuil de cisaillement inférieur est de meilleure maniabilité [179]. Le seuil de cisaillement dépend du dosage en SP [169, 180], la viscosité plastique dépend de la teneur en MK [169], tandis que l'étalement dépend à la fois du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique et n'est pas influencé par une seule propriété physique [179].

D'autre part, le MAP du PLC a un seuil de cisaillement généralement plus élevé que ceux des MAP avec MK (Figure 5.11), malgré sa surface spécifique plus faible. Cela pourrait être dû à l'effet de filler apporté par de la fine calcaire qui accélère l'hydratation des grains de clinker du PLC à des âges précoces, améliore l'enrobage des particules de

ciment, fournit de nouveaux sites de nucléation pour CH et favorise la formation de carboaluminates de calcium [173, 181]. De plus, la forme et la chimie des particules du MK, en particulier la tendance à l'agglomération, sont également importantes [173]. Ainsi, le seuil de cisaillement et l'étalement du MAP 25MK ont des valeurs plus faibles que les autres MAP, ce qui indique que le MAP du 25MK était relativement plus stable que les autres mélanges [179].

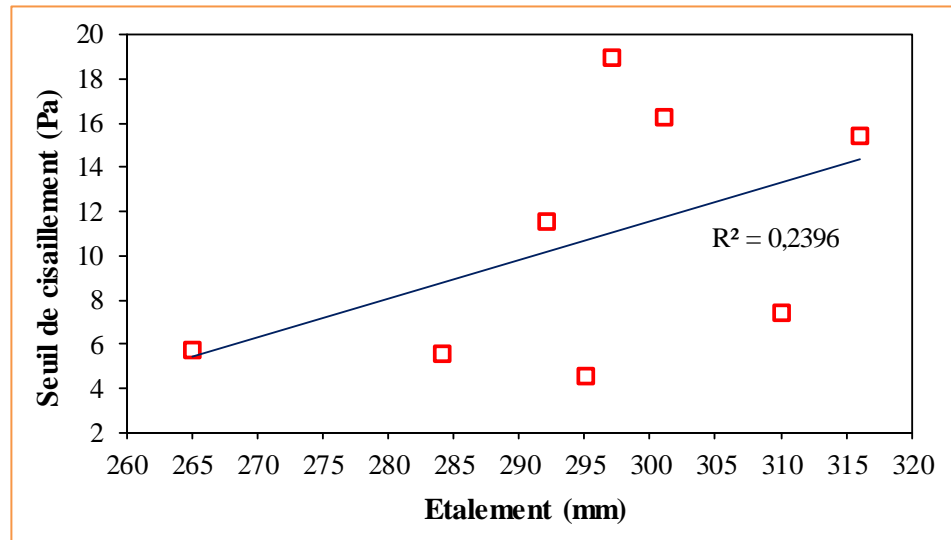


Figure 5.12 – Seuil de cisaillement en fonction de l'étalement des MAP.

5. 4.3 – Corrélation entre la viscosité et le temps d'écoulement

La figure 5.13 présente la relation entre la viscosité plastique et le temps d'écoulement à l'entonnoir en V des MAP. Dans le test d'écoulement à l'entonnoir en V, le MAP commence à s'écouler lorsque le seuil de cisaillement est dépassé et qu'ensuite le temps d'écoulement sera mesuré. Le temps nécessaire à l'écoulement d'un échantillon de mortier à travers l'entonnoir en V est proportionnel à sa viscosité et que le temps d'écoulement augmente donc avec une augmentation de la viscosité [128]. Plus la viscosité plastique du mélange est élevée, plus son écoulement est lent [162]. Par conséquent, comme on le voit sur la figure 5.13, une très bonne corrélation ($R^2 = 0,97$ pour une relation linéaire) entre la viscosité plastique et le temps d'écoulement à l'entonnoir en V des MAP a été obtenue. Plus la teneur en MK est importante (plus la viscosité plastique est grande), plus le temps d'écoulement à l'entonnoir en V est important. Des résultats similaires ont également été rapportés par d'autres chercheurs [160]. Selon Bethmont [65], la majorité des chercheurs s'accordent sur le fait que la viscosité est bien corrélée au temps d'écoulement

mesuré à l'entonnoir en V et éventuellement au t_{500} . Les valeurs de la viscosité ont une relation directe avec le temps d'écoulement à l'entonnoir en V, en particulier dans la plage de 2 à 10 secondes [76]. En outre, Koehler [79], a indiqué que pour le mortier, la relation est meilleure entre le temps d'écoulement à l'entonnoir en V et la viscosité plastique, en raison de la réduction du blocage et de la ségrégation.

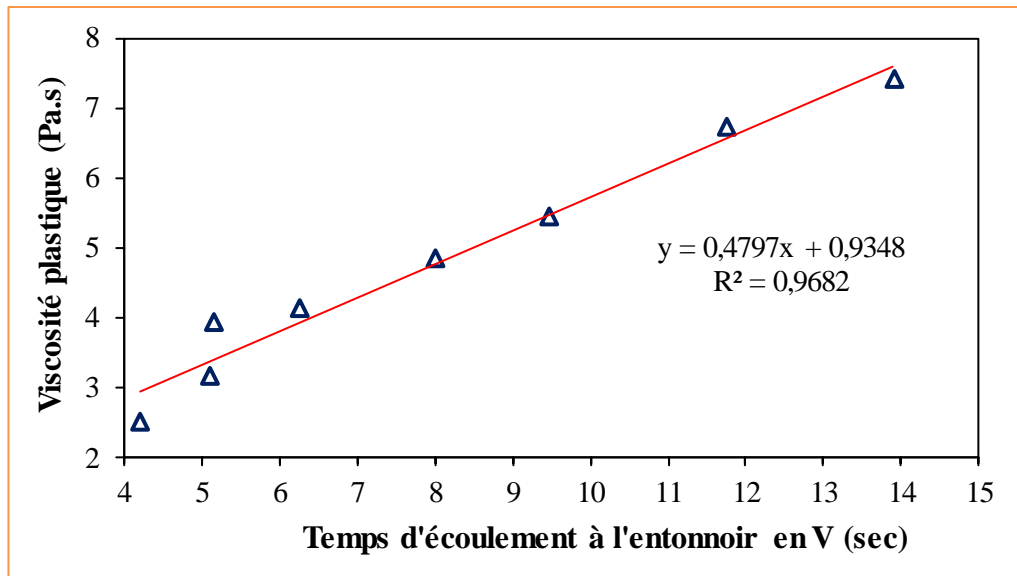


Figure 5.13 – Viscosité plastique en fonction du temps d'écoulement des MAP.

5. 5 – Effet du métakaolin sur la chaleur d'hydratation des mortiers autoplaçants

Après avoir identifié les dosages en MK efficaces sur le plan rhéologique (Tableau 5.7), nous avons opté pour évaluer l'influence de ce produit sur les performances mécaniques à court terme du béton. Pour ce faire, nous avons effectué un suivi thermique de l'hydratation des mortiers sélectionnés pour la formulation des BAP, à l'aide de la méthode semi-adiabatique (§ 4.2.4), en postulant que le degré d'avancement de l'hydratation du ciment est en relation directe avec l'échauffement du béton [8]. En d'autres termes, l'augmentation de la vitesse de réaction d'hydratation de la pâte liante s'accompagne d'une augmentation de la chaleur dégagée [44]. Les courbes de la figure 5.14 montrent les profils d'échauffement des mortiers binaires normalisés, du rapport 0,5 : 1 : 3 qui représente la proportion en masse d'eau : de liant : de sable normalisé et dont le ciment PLC a été substitué par du MK à des taux allant de 0 à 25%. Les compositions et les pics des températures des mortiers binaires sont indiqués dans le tableau 5.9 suivant :

Tableau 5.9 – Compositions et pics des températures des mortiers binaires

Mélanges	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK	25MK
PLC (g)	350	332,5	315	297,5	280	262,5
MK (g)	0	17,5	35	52,5	70	87,5
Sable normalisé (g)	1050	1050	1050	1050	1050	1050
Eau distillée (g)	175	175	175	175	175	175
Température initiale (°C)	17,04	16,00	15,59	18,81	18,35	18,40
Température maximale (°C)	48,22	46,52	43,18	47,18	45,68	41,52
Pic de la température (°C)	31,18	30,52	27,59	28,37	27,33	23,12
Temps de pic de la température (h)	18,00	19,00	21,00	20,50	22,50	25,00

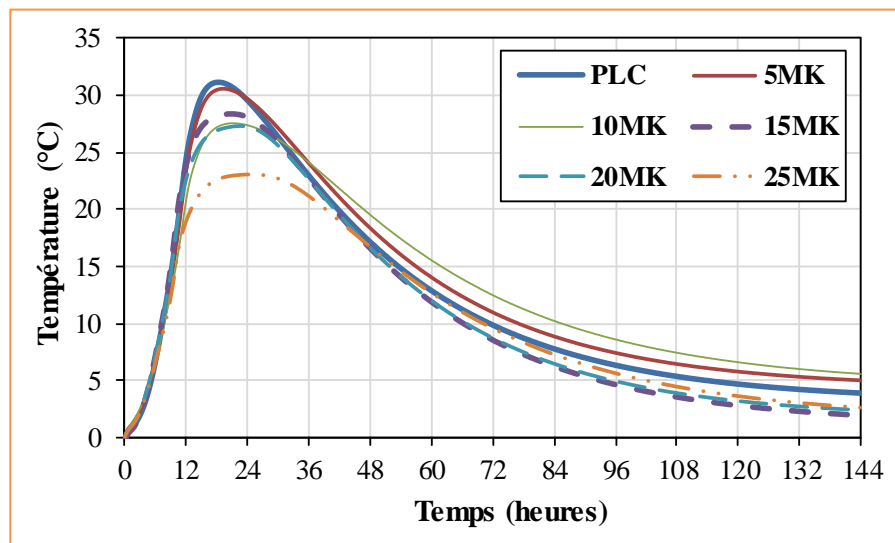


Figure 5.14 – Variation de la température en fonction de l'âge du mortier.

Sur la figure, on constate que les mortiers à base du MK ont subi une diminution de l'augmentation de la température maximale par rapport au mortier PLC. Alors que l'élévation maximale de la température était de 31 °C pour le mortier sans MK, on a observé une diminution des valeurs jusqu'à environ 23 °C dans le mortier avec 25MK ; ce qui confirme l'effet retardateur du MK. Le contraire semble être le cas pour des nombreux chercheurs [130, 182, 183], qui ont tous signalé une augmentation de la température maximale lorsque MK remplaçait partiellement le ciment PC, que soit dans le mortier ou le béton. Dans ces cas, il y a une période plus courte pour que la chaleur du MK-PC s'échappe [183]. Ambroise et al. [130] ont attribué l'augmentation de la température des

mortiers MK par rapport à celle du mortier témoin PC, à l'effet accélérateur du MK sur l'hydratation du PC. Cependant, Zhang et Malhotra ont attribué l'élévation particulière et précoce de la température maximale du béton avec MK, à la réactivité élevée du MK avec CH, d'après [172]. Toutefois, Massazza a rapporté que l'effet des additions pouzzolaniques sur la cinétique d'hydratation du ciment est variable, d'après [173].

Selon Bai et Wild [183], cette différence de comportement peut résulter de différences dans la pureté et la surface spécifique des MK utilisés par les différents chercheurs. D'après [44], Wu et Young ont rapporté que l'effet accélérateur est dû à la finesse du MK (surface spécifique importante), celle-ci constitue un grand nombre de sites de nucléation favorables au développement des hydrates lors de l'hydratation du ciment. L'élimination des ions Ca^{2+} de la solution par l'ajout de pouzzolane est la raison suggérée pour l'accélération [173]. En revanche, l'ajout de calcaire améliore la réactivité du clinker et l'exploitation de son potentiel hydraulique [170]. Ainsi, les PLC avec des finesses plus élevées (de l'ordre de 400 à 440 m^2/kg) montrent une accélération de l'évolution thermique maximale [184]. De plus, cette diminution de la chaleur du MK-PLC peut être due à l'activité pouzzolanique tardive du MK utilisé dans cette étude. En effet, son incorporation retarde le temps nécessaire pour atteindre la température maximale. Étant donné que des températures intérieures élevées du béton et/ou des gradients thermiques dangereux peuvent être développés lorsque la chaleur d'hydratation est générée plus rapidement qu'elle n'est pas dissipée dans l'environnement [185], les résultats indiquent que dans une section massive, un mélange avec MK (comme celui étudié) pourrait causer moins de problèmes avec des gradients thermiques qu'un mélange avec PLC seulement.

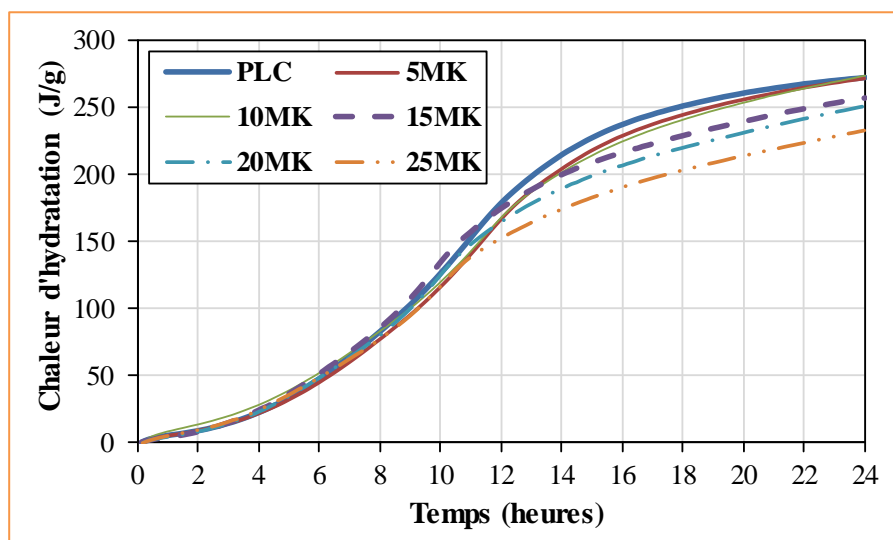


Figure 5.15 – Chaleur d'hydratation cumulée pendant 24 heures.

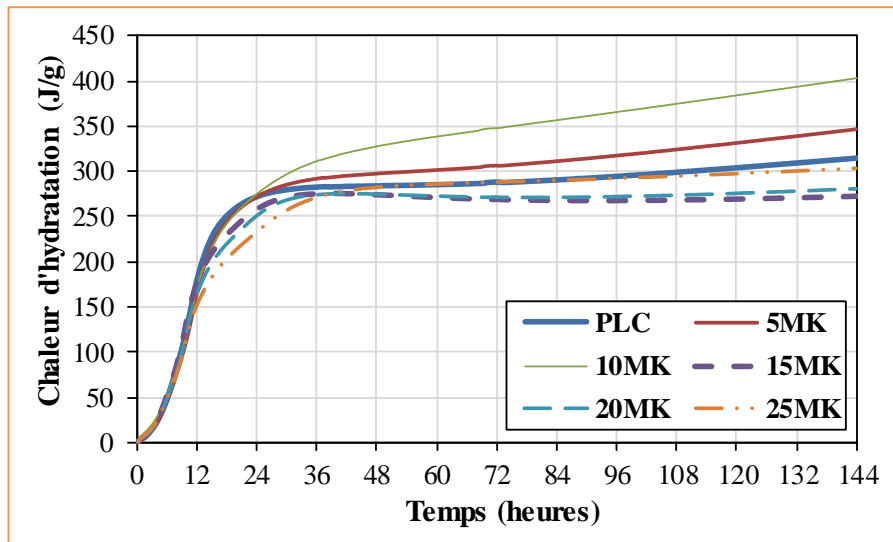


Figure 5.16 – Chaleur d'hydratation cumulée pendant 144 heures.

Les figures 5.15 et 5.16 montrent respectivement l'évolution de la chaleur d'hydratation pour les 24 premières heures et la chaleur cumulée d'hydratation pendant les six premiers jours. Selon la figure 5.15, le mortier PLC donne une chaleur minimale jusqu'à 4 h, mais ensuite elle commence à augmenter pour atteindre un maximum à 22 h, après cette période, une substitution de 10% de PLC par MK donne une plus grande chaleur totale dégagée par rapport au mortier sans MK (Figure 5.16). Cette dernière est confirmée par Zhang et Malhotra, d'après [44], qui ont constaté que pour un taux d'incorporation de 10 % en MK, le pic de chaleur dégagée est à son maximum dans les deux premiers jours. Par contre, une substitution de 15% du ciment donne une chaleur accumulée plus faible. Les taux les plus élevés de génération de chaleur par des mortiers MK-PLC jusqu'à 4 heures d'hydratation (période dormante) sont la raison de l'effet de remplissage immédiat du MK, après cette période, une plus grande réactivité de C_3A et C_3S en présence de fillers calcaires augmente la chaleur d'hydratation du PLC jusqu'à 22 h. D'ailleurs, C_3A n'est pas un activateur du MK [130]. Ramachandran a également constaté que la chaleur totale dégagée dans une pâte C_3S dans les premières 24 heures augmentait avec l'augmentation des teneurs en calcaire ($CaCO_3$), d'après [184]. Par la suite, les particules plus fines de MK provoquent une accélération plus importante de l'hydratation du ciment et une vitesse de réaction pouzzolanique plus rapide [128].

La Figure 5.17 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 négative sur

l'augmentation de la température. L'élévation de la teneur en MK jusqu'au 25% donne des températures au fur et à mesure minimales par rapport au mortier de contrôle (0% MK) indiquant une contribution significative précoce du ciment PLC à la chaleur dégagée.

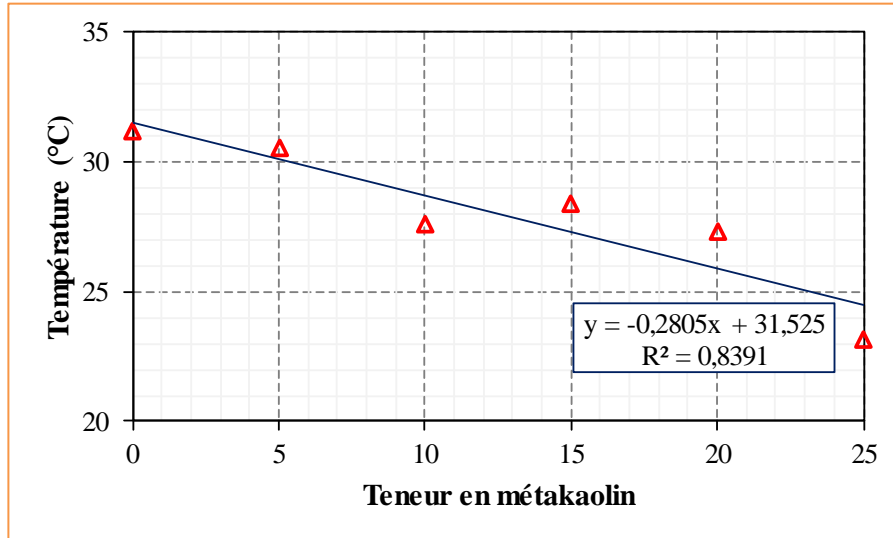


Figure 5.17 – Influence du MK sur le pic de température.

Le temps nécessaire pour avoir le pic de température en fonction du MK est présenté sur la figure 5.18. On remarque une relation directe et linéaire ($R^2 = 0,95$) entre le temps nécessaire pour atteindre la température maximale et la teneur en MK et que l'élévation de la teneur en MK produit une augmentation dans le temps nécessaire pour atteindre le pic de température. Ceci indique une retardation de la réaction d'hydratation en présence du MK et que ce retard sera plus prononcé par l'élévation de la teneur en MK.

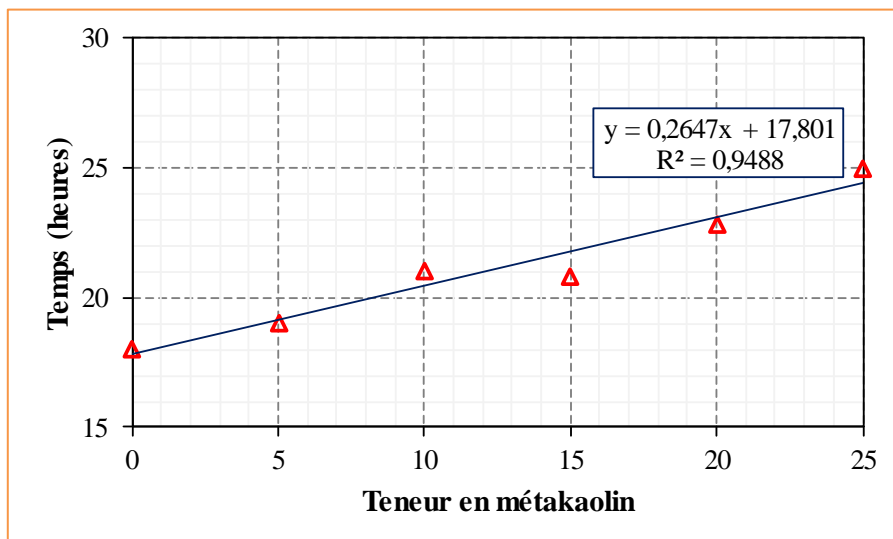


Figure 5.18 – Influence du MK sur le temps nécessaire à atteindre le pic.

5. 6 – Conclusion

La caractérisation des MAP à l'état frais, nous conduit aux résultats suivants :

1. Le comportement rhéologique du MAP résultant de référence, démontre qu'il est possible, avec le ciment PLC à durcissement rapide, de produire des BAP à très satisfaisante rétention d'ouvrabilité : le débit d'étalement diminue légèrement pendant la première heure, ce qui est approprié pour la coulée de gros éléments ou leur transport ;
2. La demande en eau augmente progressivement avec l'augmentation de la teneur en MK à population de grandes plaquettes, et devient plus prononcée à des teneurs élevées ;
3. A ouvrabilité constante, lorsque le pourcentage du MK dans les mélanges passe de 0% à 25%, le besoin en SP augmente d'environ 82%. En outre, le dosage en SP est directement proportionnel au dosage du MK ;
4. Des mélanges en ciment PLC contenant jusqu'à 25% de MK peuvent être facilement formulés ;
5. L'emploi du MK diminue le seuil de cisaillement et augmente la viscosité plastique et le MAP du 25MK a un comportement rhéologique fluide et visqueux, relatif à celui des BHP ;
6. Le seuil de cisaillement et l'étalement du 25MK ont des valeurs plus faibles que les autres MAP, ce qui indique que le MAP du 25MK est relativement plus stable que les autres mélanges ;
7. L'incorporation du MK diminue les pics des températures maximales par rapport au mortier de control (0% MK), indiquant une contribution significative précoce du ciment PLC à la chaleur dégagée ;
8. L'élévation du taux du MK produit une augmentation du temps nécessaire pour atteindre le pic de température maximale. Ceci indique l'existence d'une retardation de la réaction d'hydratation en présence du MK ;
9. Après 24 heures, le mortier de 10MK enregistre une chaleur d'hydratation maximale et une substitution par le 25MK affiche une valeur minimale ; toutefois, à court terme, le mortier de 15MK marque la plus faible valeur.

CHAPITRE 6

INFLUENCE DU MÉTAKAOLIN

SUR LES PROPRIÉTÉS DES BAP

CHAPITRE 6

INFLUENCE DU METAKAOLIN SUR LES PROPRIETES DES BAP

6. 1 – Introduction

Ce chapitre concernera l'étude et l'analyse des résultats des essais effectués sur le BAP. Après que nous avons caractérisé le MAP dans le chapitre précédent et déterminé les dosages optimaux en sable, en eau et en SP des différents MAP adoptés pour la confection des BAP, on propose d'étudier l'influence du MK sur l'ouvrabilité des BAP à l'état frais, ainsi que sur les propriétés mécaniques et les propriétés physiques de durabilité des BAP à l'état durci. L'analyse de ces résultats nous conduira à des recommandations.

6. 2 – Effet du métakaolin sur l'ouvrabilité des bétons autoplaçants

6. 2.1 – Formulations et propriétés résultantes à l'état frais

Après l'optimisation de la phase du mortier qui fournit une lubrification entre les particules de granulats grossiers et permet une stabilité globale du BAP [89], on a opté pour étudier l'effet du MK sur l'ouvrabilité du BAP à l'état frais. Cet effet est analysé à travers une série d'essais empiriques recommandés par la norme européenne NF EN 206-9 [60], qui nous permettent d'étudier la variation de l'ouvrabilité en fonction de taux du MK dans le mélange. La conception de différents BAP formulés se base donc sur les propriétés à l'état frais des mortiers binaires adoptés (Tableau 5.7). Nous rappelons que les BAP ont été formulés par substitution du ciment PLC par du MK à des taux 0%, 5%, 10%, 15%, 20% et 25% (voir § 5.3.2). Les six BAP résultants sont désignés par PLC, 5MK, 10MK, 15MK, 20MK et 25MK, respectivement.

Prenant en considération les recommandations d'AFGC, afin d'augmenter la compacité du squelette granulaire et les exigences d'ACI 211, afin de limiter la présence du sable d'éléments fins à très fins (§ 2.3.2.5), toutes les formulations ont été caractérisées par ajustement du rapport $G/S = 1$. Cet ajustement conduit à opter pour un volume des

gravillons de 65% de la densité apparente des granulats grossiers (Annexe C), qui est supérieur au volume fixé, par Okamura, entre 50 et 60% [79] ; toutefois, leur volume solide est dans un intervalle relativement faible de 30 à 33% de volume de béton, préconisé pour assurer un écoulement et une capacité de passage adéquats [86]. En outre, selon Phan [62], des chercheurs ont trouvé qu'il est possible d'augmenter le volume du gravillon dans le béton à la hauteur de 60% du volume solide total, et d'obtenir un BAP (§ 2.6.2).

D'après [79], Okamura et Ozawa ont également suggéré d'utiliser des volumes égaux du sable et des gravillons. En règle générale, la teneur en gravillons doit être limitée à 50% de la masse sèche du granulat pour une granulométrie maximale de 20 mm [76]. En outre, le rapport Sable/Granulats optimal (en poids) doit varier généralement entre 0,40 et 0,55 selon le type et la taille des granulats fins et grossiers [66]. Ce rapport Sable/Granulats optimal doit être utilisé pour diminuer les propriétés de porosité et de transport, et ainsi améliorer la résistance et la durabilité du béton. Il devrait également être favorable à la capacité de remplissage et de passage et à la résistance à la ségrégation du BAP [66]. Les compositions des BAP formulés sont présentées au tableau 6.1 suivant. Leurs proportions sont dans les gammes typiques des constituants des BAP proposées par RILEM et EFNARC (§ 3.1.3). Les propriétés des BAP à l'état frais résultantes sont données au tableau 6.2 qui suit.

Tableau 6.1 – Compositions des bétons autoplaçants

Mélanges	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK	25MK
SP (%)	1,1	1,1	1,3	1,5	1,8	2,0
E/L	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42
Eau (kg/m ³)	185	185	185	185	185	185
Liant (kg/m ³)	441	441	441	441	441	441
PLC (kg/m ³)	441	419	397	375	353	331
MK (kg/m ³)	0	22	44	66	88	110
Sable (kg/m ³)	870	870	870	870	870	870
Gravillon 3/8 (kg/m ³)	290	290	290	290	290	290
Gravillon 8/15 (kg/m ³)	580	580	580	580	580	580

En comparant les propriétés des BAP à l'état frais, figurant au tableau 6.2 suivant, avec les critères d'acceptation des BAP présentés au tableau 2.4, on remarque que les exigences recommandées par EFNARC [61], sont convenablement remplies par les différents BAP formulés (à l'exception le temps d'écoulement t_{500} des BAP de 5MK, 15MK et 25MK qui était inférieur à 2 s (figure 6.2) et le taux de remplissage de l'étalement à l'anneau « PJ » qui était supérieur à 10 mm pour l'ensemble des mélanges avec MK, comme l'indique la figure 6.11).

Tableau 6.2 – Propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais

	Etalement		Boîte en L			Entonnoir en V t_v (s)	Stabilité au tamis SR (%)	J-Ring		
	t_{500} (s)	SF (mm)	t_{200} (s)	t_{400} (s)	PL (H ₂ /H ₁)			t_{500J} (s)	SF _J (mm)	PJ (mm)
PLC	2,10	729	1,70	3,40	0,80	7,50	9,24	2,60	711	9,75
5MK	1,50	769	0,70	1,80	0,84	6,40	8,90	1,80	743	16,00
10MK	2,00	745	1,10	3,20	0,83	11,10	8,22	3,00	714	11,00
15MK	1,50	768	0,90	2,20	0,88	8,90	10,40	2,70	732	14,00
20MK	2,10	749	0,80	2,70	0,86	9,80	9,15	3,60	710	15,75
25MK	1,50	761	0,80	2,50	0,88	10,90	7,54	4,20	713	15,00

6. 2.2 – Capacité de remplissage par l'essai d'étalement au cône d'Abrams

La capacité de remplissage représente la facilité avec laquelle un béton peut être mis en place dans un coffrage sans aucune vibration. Cette capacité est en partie fonction de la fluidité du béton qui peut être estimée par l'étalement. Elle est gouvernée par la déformabilité du béton sous l'effet de la gravité [186]. On remarque que tous nos étalements des mortiers maintenus (Tableau 5.7) et qui sont compris entre 275 et 335 mm, produisaient des BAP avec des étalements entre 550 et 850 mm (suggérés par la norme NF EN 206-9), ce qui confirme les directives indiquées par Safiuddin (§ 4.1.1).

D'après la figure 6.1, on peut constater l'effet du MK sur l'étalement du BAP. La substitution du ciment PLC par du MK à des taux allant jusqu'au 25% augmente la valeur d'étalement au cône d'Abrams par rapport à celle du béton témoin. Cela signifie les BAP avec MK ont une capacité de remplissage supérieure à celle du béton témoin et l'ajout de MK au BAP augmente la capacité de remplissage. Toutefois, les substitutions à 5%, 15%

et 25% par du MK ont importé les plus grands étalements des BAP formulés et peuvent être classées, d'après la norme NF EN 206-9 [60], comme étant des BAP de type « SF3 » utilisés très facilement, rapidement et pour des longues distances, et qui peuvent être nécessaires à la production de formes très complexes ou des éléments du béton fortement renforcés [150]. Par contre, pour les substitutions à 10% et à 20% par du MK, le diamètre d'étalement a augmenté de 745 mm et 749 mm, respectivement. D'après la norme NF EN 206-9 [60], ces dites valeurs avec celle du béton témoin, sont dans la même classe des BAP de type « SF2 ». Cette classe d'étalement est adaptée à de nombreuses applications normales du béton, telles que les murs et les colonnes [166].

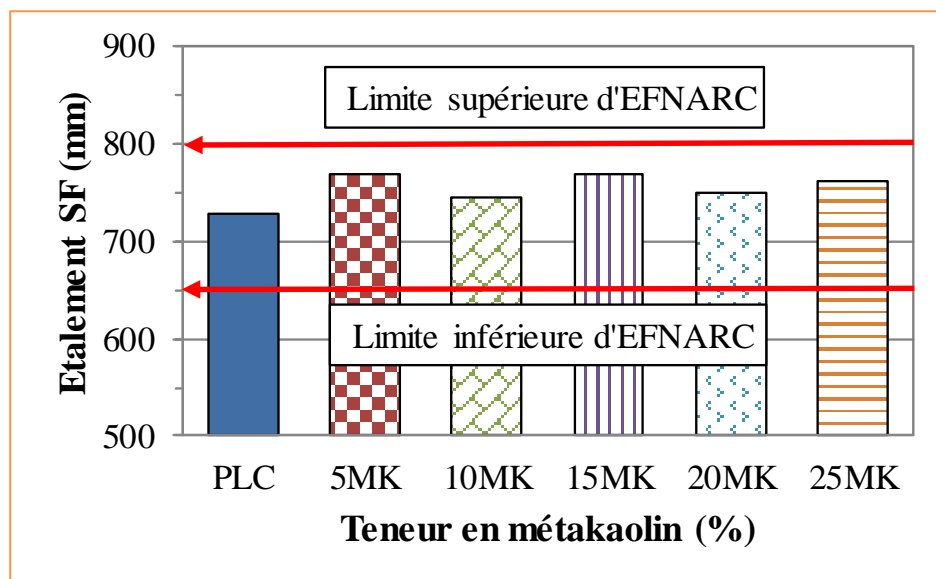


Figure 6.1 – Etalement en fonction de la teneur en MK.

Les temps d'écoulement t_{500} et à l'entonnoir en V ont été utilisés pour évaluer la fluidité et la viscosité du mélange [136]. D'après la figure 6.2, on remarque que les mélanges PLC, 10MK et 20MK qui ont des étalements inférieurs ont donné des temps d'écoulement t_{500} plus grands que les autres mélanges. Selon Hassan et al. [136], l'augmentation du temps d'écoulement t_{500} ou de l'entonnoir en V signale une augmentation de la viscosité du mélange ou une diminution de la fluidité du mélange. EFNARC [61], a indiqué que les valeurs du temps d'écoulement t_{500} inférieures à 2 s sont dues probablement à une viscosité trop faible. Cette indication est en accord avec les résultats d'étalement qui sont supérieurs à 750 mm et signalent probablement une viscosité trop faible ou un risque de ségrégation [61]. En effet, les valeurs d'étalement : 769 mm,

768 mm et 761 mm ont été obtenues pour les BAP contenant respectivement 5%, 15% et 25% du MK (Figure 6.1) et qui avaient un temps d'écoulement t_{500} égal à 1,5 s (Figure 6.2). Il a noté qu'il y avait une corrélation directe et puissante entre le diamètre d'étalement au cône d'Abrams et le temps d'écoulement t_{500} . Un temps d'écoulement plus faible signale une grande fluidité du mélange [61] et les temps d'écoulement t_{500} inférieurs à 2 s indiquent une grande vitesse de déformation des mélanges [150]. Les mélanges du PLC, 10MK et 20MK indiquent un temps d'écoulement $t_{500} \geq 2$ s. Or un temps d'écoulement t_{500} entre 2 et 5 secondes est acceptable [61]. Selon NF EN 206-9 [60], les mélanges de substitution à 5%, 15% et 25% par du MK peuvent avoir une classe « VS1 » de la viscosité apparente, tandis que les autres mélanges ($t_{500} \geq 2$ s) seront classés en classe « VS2 » de la viscosité apparente. Selon [79], l'ASTM C 1611 a indiqué que des valeurs de 1,0 ou moins sont acceptables pour la plupart des applications.

D'après la figure 6.2, on remarque que l'incorporation du MK résulte à une diminution du temps t_{500} . Par contre, Khaleel et al. [75], ont constaté une augmentation du temps t_{500} qui est attribuée au fait que le MK utilisé à haute réactivité a des particules semblables à des plaques qui augmentent la friction entre les particules. Dans notre cas, le MK utilisé à réactivité satisfaisante, ses particules sont devenues plus agglomérées après traitement thermique et contribuent à l'augmentation de lubrification des mélanges et par conséquent à l'augmentation de la fluidité.

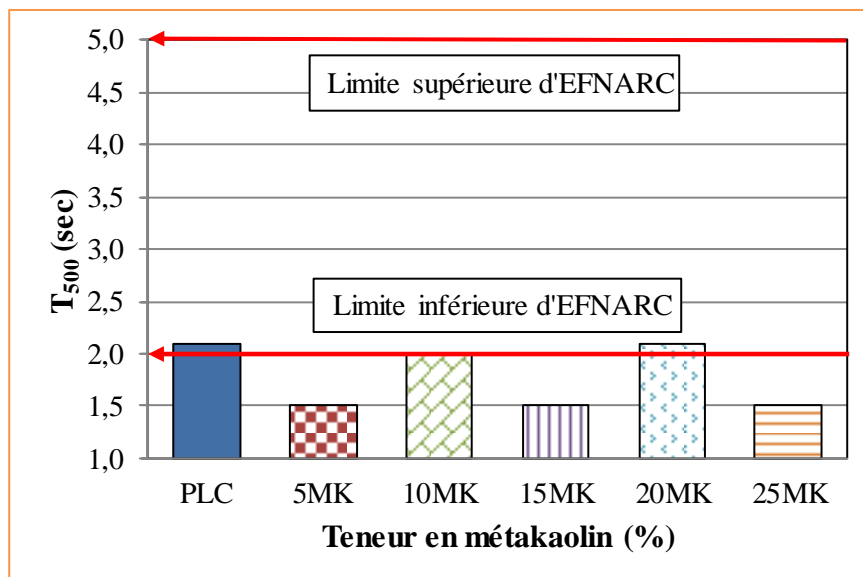


Figure 6.2 – Temps d'écoulement t_{500} en fonction de la teneur en MK.

6. 2.3 – Effet du métakaolin sur le ressuage et la ségrégation

Selon Domone et al. [187], afin d'avoir un comportement satisfaisant du BAP, avec un plus gros granulats de 20 mm, son étalement doit être compris entre 650 et 700 mm. Au-dessous de la limite inférieure, le béton peut avoir une fluidité insuffisante pour passer à travers et autour des obstacles, et au-dessus de la limite supérieure, la ségrégation est susceptible de se produire. L'AFGC [64], a également rapporté que la valeur cible d'étalement est généralement comprise entre 600 et 750 mm et les BAP ne doivent présenter aucun signe visible de ségrégation ou de ressuage lors de l'essai d'étalement.

De ce fait, un examen visuel du ressuage et de la ségrégation a été effectué lors de l'essai d'étalement sur nos différents BAP confectionnés (Figure 6.3). Aucune fine pellicule d'eau claire à la surface supérieure de la galette ou une auréole de pâte de ciment/mortier et/ou d'amoncellement du gravillon au centre de la galette n'ont été observées. Assié dans son travail [59], a trouvé que l'auréole de laitance à la périphérie des galettes de BAP était absente ou très faible (de 1 à 2 mm) et que les gros granulats ont toujours été entraînés correctement par la matrice cimentaire et ne sont pas restés amoncelés au milieu des galettes de béton. Selon Liu [150], il convient de noter qu'aucune ségrégation ne sera présentée pour le BAP avec un temps d'écoulement t_{500} compris entre 2 et 5 secondes et un temps d'écoulement à l'entonnoir en V compris entre 5 et 12 secondes. Cependant, selon [107], Söderland et Claeson ont rapporté qu'en France, des mélanges du BAP réussis ont été préparés avec un temps d'écoulement t_{500} de 1 s, sans ségrégation et sans ressuage.

Une appréciation visuelle de la galette peut permettre d'avoir des indications sur le phénomène de ségrégation du BAP [83]. En cas de ségrégation sévère, le plus grossier granulats restera dans le centre de la galette de béton et de mortier et un halo de pâte de ciment apparaîtra à la périphérie de la galette (voir Figure 4.8). En cas de ségrégation mineure, une frontière de mortier sans granulats grossiers peut se produire au bord de la galette du béton [61]. Toutefois, l'obtention d'une galette homogène n'est pas un critère pour s'assurer de la stabilité du BAP [83] car cela est un aspect lié au temps et qui peut se produire après une période plus longue [61]. Ainsi, selon [83], Sedran a comparé les résultats d'étalement en observant des sections d'éprouvettes de matériau durci, a constaté que certains BAP qui avaient des galettes bien homogènes présentaient des éprouvettes ségrégeantes (la partie supérieure de l'éprouvette est pauvre en granulats).

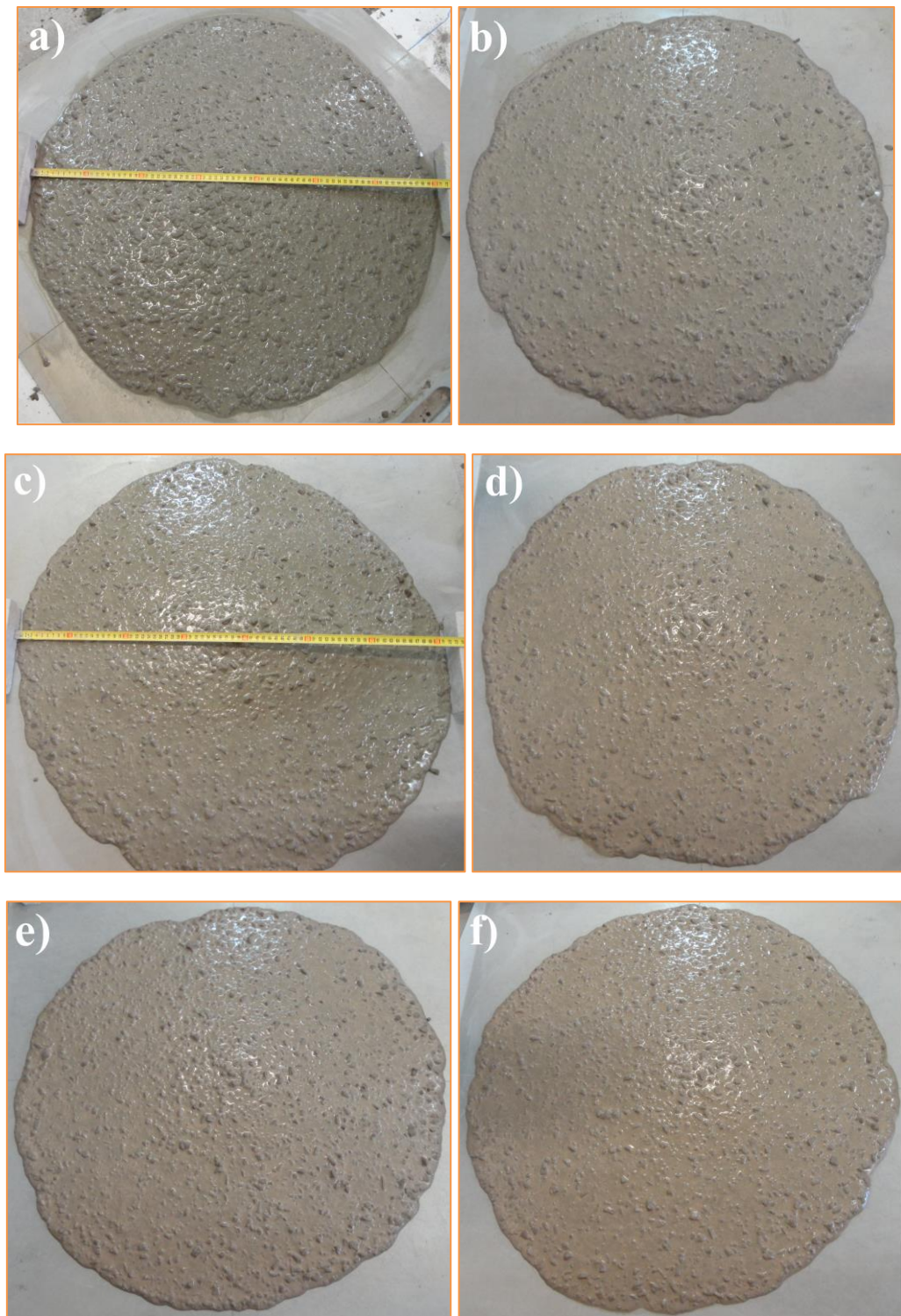


Figure 6.3 – Etalements des BAP a) PLC b) 5MK c) 10MK d) 15MK e) 20MK f) 25MK.

De ce fait, la vérification de l'absence de ségrégation à l'état durci, à l'aide d'essai de ségrégation sur le béton durci [72], devient nécessaire. Ainsi, c'est un autre moyen de contrôler la ségrégation statique d'un BAP et de vérifier sa stabilité, qui consiste à scier les éprouvettes du béton durci suivant le sens du coulage et à observer ensuite, la répartition des granulats sur la hauteur de l'éprouvette [59]. La figure 6.4 suivante illustre bien que les six formulations du BAP (PLC, 5MK, 10MK, 15MK, 20MK et 25MK de gauche à droite) ne sont pas sujettes à la ségrégation statique. Les granulats sont, en effet, régulièrement répartis sur toute la hauteur des échantillons sciés (coulés verticalement depuis le haut) et l'utilisation du MK a amélioré considérablement la résistance à la ségrégation dynamique et statique avec l'absence du ressuage. Perlot et al. [164], ont rapporté que les BAP sont plus cohérents en présence du MK et que ce dernier apporte une bonne consistance au BAP en limitant notamment le ressuage et la ségrégation granulaire, et améliore la viscosité du mélange.



Figure 6.4 – Observation de la répartition des granulats verticalement.

6. 2.4 – Capacité de remplissage par l'essai d'entonnoir en V (V-funnel)

Cet essai permet d'évaluer la viscosité et la capacité de remplissage du BAP par mesure du temps nécessaire à l'écoulement du béton hors de l'entonnoir en V [149]. Un plus court temps d'écoulement indique une plus grande fluidité. Uysal et Sumer ont signalé qu'un temps d'écoulement à l'entonnoir en V plus long représente une viscosité plus élevée du mélange et il se rapporte directement à une meilleure résistance à la ségrégation, d'après [188]. Toutefois, selon [79], Khayat a rapporté qu'un temps d'écoulement long peut être dû à une viscosité élevée de la pâte, à un frottement interparticules élevé ou à un blocage de l'écoulement par des granulats grossiers.

En effet, pour le BAP, un temps d'écoulement de 10 secondes est considéré comme approprié [61]. En vertu de Domone et al. [187], un temps d'écoulement entre 4 et 10 secondes est approprié pour un béton avec un plus gros granulat de 20 mm. Si les temps d'écoulement sont inférieurs à la limite inférieure, les bétons affichent une viscosité insuffisante pour une résistance à la ségrégation adéquate. Pour le temps d'écoulement supérieur à 10 secondes, le béton est soit trop visqueux pour une manipulation et un emplacement satisfaisants, ou soit instable que les particules de granulats se bloquent et bloquent l'écoulement.

La figure 6.5 du temps d'écoulement à l'entonnoir en V « t_v » montre que tous les mélanges sont à l'intérieur de l'intervalle d'acceptation recommandé par EFNARC [61]. Selon NF EN 206-9 [60], les mélanges du PLC et du 5MK sont de classe de la viscosité apparente « VF1 », par contre les autres mélanges à MK élevé sont de classe de la viscosité apparente « VF2 ». Néanmoins, le béton témoin et le mélange de 5MK ont montré des valeurs du temps d'écoulement t_v qui sont bien inférieures à 8 s, ce qui indique que ces BAP ont une grande vitesse de déformation [150] et ont probablement une viscosité trop faible [61]. De plus, leur dosage en SP était le minimum. Cette constatation est en accord avec celle de Barbhuiya [189]. Les autres mélanges au-delà de 5MK ont montré que les valeurs du temps d'écoulement t_v se situaient entre 8 et 12 s. Cet intervalle du temps d'écoulement à l'entonnoir en V est approprié pour produire un BAP avec un seuil de cisaillement et une viscosité apparente adéquats et sans risque de blocage [61].

Les résultats présentés dans la figure 6.5 indiquent que l'incorporation du MK à réactivité satisfaisante comme remplacement partiel en poids de ciment donne des valeurs de temps d'écoulement t_v supérieures au mélange du PLC. Ces résultats obtenus sont opposés à ceux trouvés auparavant du temps t_{500} et en accord avec ceux rapportés par Khaleel et al. [75], qui ont utilisé un MK à haute réactivité. Selon Khaleel et al. [75], les résultats obtenus montrent que le test de l'entonnoir en V est plus sensible à la modification des propriétés des mélanges du béton que le test d'étalement. Ainsi, le test de l'entonnoir en V peut être considéré comme un test plus fiable, car les temps de mesure plus longs peuvent être déterminés plus précisément.

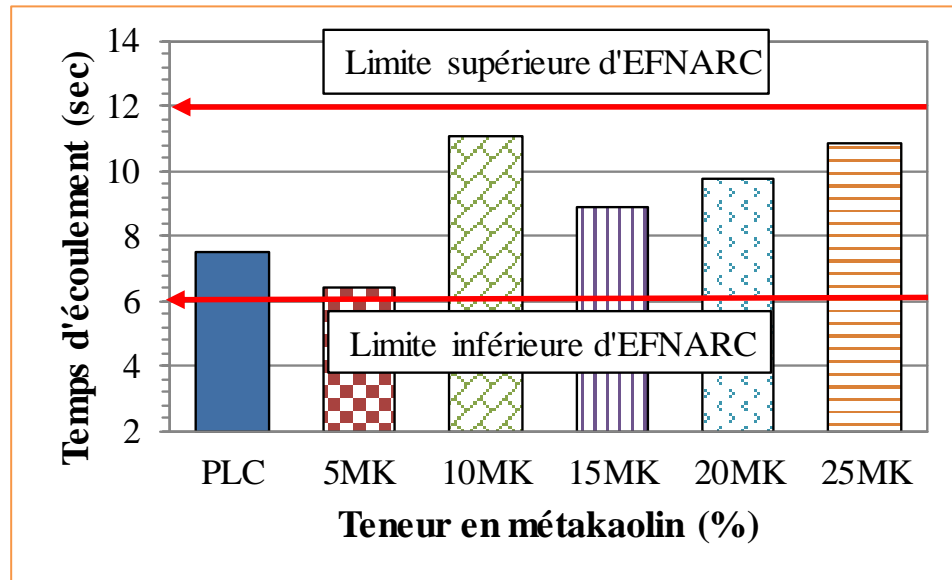


Figure 6.5 – Temps d'écoulement à l'entonnoir en V en fonction du MK.

6. 2.5 – Effet du métakaolin sur le besoin en agent de viscosité

La viscosité élevée contribue à améliorer la suspension des granulats dans le mélange, empêche la ségrégation des gravillons et maintient le mélange homogène [136]. Toutefois, une viscosité élevée peut réduire la capacité du mélange à se déformer sous son propre poids et à traverser un obstacle [178]. D'un autre côté, pour augmenter la résistance à la ségrégation du BAP, on est besoin d'élever la viscosité (par la diminution du E/L ou par l'incorporation d'un agent de viscosité) ou plus économiquement, d'utiliser un granulats d'un Dmax de 10 mm [76]. Selon Yahia et al. [178], une résistance adéquate à la ségrégation est obtenue en réduisant le E/C, en augmentant la cohésion de la pâte par ajout des particules plus fines ou en utilisant un agent améliorant la viscosité. Hassan et al. [136], ont également rapporté que le MK améliore considérablement la viscosité du BAP, ce qui favorise l'amélioration de la résistance à la ségrégation du béton. Cependant, un agent de viscosité peut être utilisé pour obtenir une viscosité appropriée, contrôler les propriétés rhéologiques du béton [166] et réduire le risque de ségrégation du BAP pendant le transport, la mise en place et jusqu'à l'apparition du durcissement [190].

Safiuddin [66], a indiqué qu'il est recommandé d'utiliser un agent de viscosité dans le BAP à hautes performances lorsque le mélange est trop fluide et présente un problème d'instabilité (ségrégation). Chai [76], a également rapporté qu'un agent de viscosité peut être utilisé, si le E/L est supérieur à 0,37 pour un BAP avec un Dmax égale à 20 mm. Jin [73], a indiqué aussi, pour augmenter la résistance à la ségrégation et produire

des BAP qui tolèrent une large gamme de rapports E/L, une plus grande quantité d'agent de viscosité est nécessaire. Toutefois, Chai [76], en utilisant une granulométrie d'un Dmax de 10 mm, est arrivé à montrer que le E/L peut être augmenté à au moins 0,46 sans avoir besoin d'un agent de viscosité. Plus le E/L est élevé, moins le dosage en SP et, évidemment, moins le coût du BAP. D'un autre côté, la suppression de l'agent de viscosité améliore l'écoulement des BAP par l'augmentation du taux de remplissage « PL » [59].

D'après Barbhuiya [189] et Khayat [175], il existe deux façons d'améliorer la viscosité du béton indispensable : en augmentant la teneur en liant ou en incorporant un agent de viscosité. La première approche consiste à abaisser le E/L pour maintenir une friction de cohésion adéquate entre le mortier et le granulat grossier, et assurer un écoulement uniforme du BAP à travers des sections restreintes [175]. L'autre façon est d'incorporer un dosage faible à modéré d'un agent de viscosité sans abaisser le E/L. Ceci peut permettre de réduire le volume grossier du granulat et de réduire le risque de blocage, ce qui est particulièrement utile dans les mélanges contenant une teneur modérée en matières cimentaires supplémentaires et des fillers [175]. Cependant, cette dernière façon peut entraîner un béton plus coûteux [171]. D'ailleurs, aucun agent de viscosité ne doit être utilisé, si le E/L est compris entre 0,40 et 0,50 et la taille maximale du granulat est de l'ordre de 10 mm [76]. Selon le Comité d'ACI 211H, l'agent de viscosité peut être avantageux pour les BAP contenant des granulats grossiers à granularité discontinue, angulaires, plats et allongés et une teneur inférieure en matériaux cimentaires, d'après [66].

Toutefois, les trois méthodes décrites antérieurement (§ 2.6), ne sont pas adaptées pour la formulation de BAP contenant des agents de viscosité. L'utilisation d'un adjuvant de telle nature augmente significativement la viscosité du mélange, ce qui nécessite probablement des ajustements et des modifications importantes sur les méthodes de formulation des BAP [78]. Chai [76], a rapporté en utilisant des laitiers et des cendres volantes, dans le cas du BAP, qu'une viscosité plastique élevée est nécessaire, et que l'augmentation de la teneur en laitiers est donc un éventail au lieu d'ajouter un agent de viscosité. En outre, il a indiqué qu'un seuil de cisaillement faible est également nécessaire, et l'augmentation de la teneur en cendres volantes est donc une bonne alternative. Cette constatation est consistante avec nos résultats dont nous avons trouvé qu'une teneur élevée en MK augmente la viscosité plastique du mortier qui est nécessaire à la résistance à la ségrégation du BAP, sans avoir recouru à un agent de viscosité et diminue également le seuil de cisaillement du mortier qui est donc nécessaire à la fluidité des mélanges.

6. 2.6 – Aptitude à l'écoulement par l'essai de la boîte en L (L-Box test)

L'aptitude à l'écoulement est liée à la capacité du mélange à s'écouler sans perte d'homogénéité et sans avoir de blocage dans des zones étroites de ferrailage plus dense. L'essai de la boîte en L sert à mesurer la capacité de remplissage et de passage des BAP à travers des zones confinées [107, 163, 191]. Il est plus sensible au blocage [107]. Si les granulats grossiers sont uniformément répartis sur la surface de la partie horizontale du béton ou s'il n'y a pas de granulats bloqués entre les barres, le mélange peut être considéré comme stable et n'ayant pas de ségrégation [150]. Par ailleurs, si le béton s'écoule aussi librement comme l'eau ; au repos, il sera horizontal, alors le taux de remplissage $PL = 1$ [61]. Cependant, il existe un risque de blocage lorsque $PL < 0,8$ [61, 107, 163]. Toutefois, il convient de noter que Felekoğlu et al. [107], ont rapporté que d'autres chercheurs ont trouvé qu'un PL de 0,6 était suffisant pour obtenir une bonne capacité de remplissage.

D'après la figure 6.6, les BAP ont des PL recommandés par EFNARC [61] et peuvent avoir une classe d'aptitude à l'écoulement « $PL2$ » [60] qui convient bien pour un ferrailage plus étroit et plus dense [150]. Les BAP avec du MK ont une capacité de passage supérieure à celle du PLC. Ce résultat est similaire à ceux de Hassan et al. [136], en indiquant que MK augmente la capacité de passage du BAP. Selon Sua-iam et al. [163], l'ajout minéral n'a pas eu d'effet négatif sur PL en raison de la diminution simultanée de la viscosité. Toutefois, le MK s'est avéré augmenter la viscosité du mélange, contribuer à améliorer la suspension de particules dans les mélanges des BAP et conduire à une plus grande capacité de passage et de résistance à la ségrégation [136].

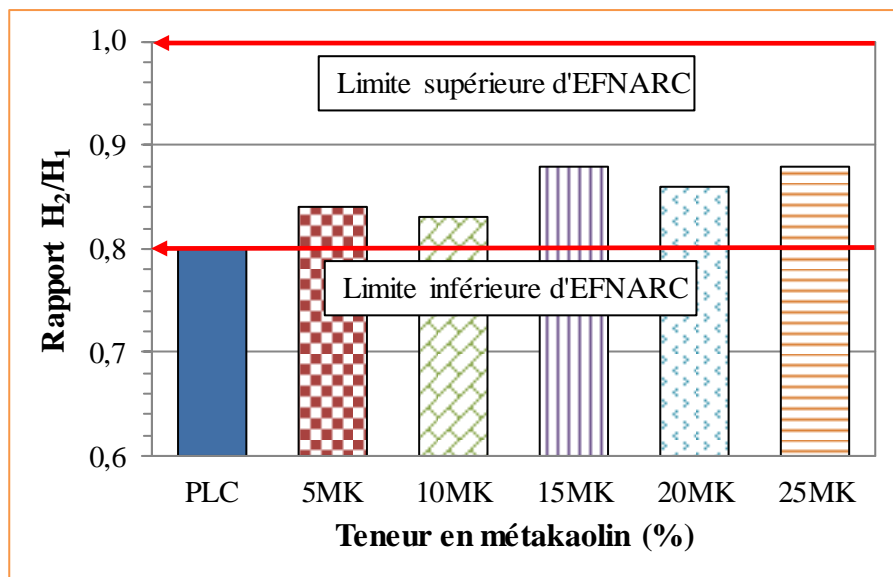


Figure 6.6 – Rapport H_2/H_1 en fonction de la teneur en MK.

Les valeurs des temps d'écoulement du béton t_{200} et t_{400} sont utilisées pour évaluer la vitesse de déformation du BAP [80]. En vertu d'EFNARC [61], les valeurs des t_{200} et t_{400} peuvent donner une indication de la facilité d'écoulement du béton, mais pas des valeurs appropriées ont été généralement convenues. Par ailleurs, selon Liu [150], il n'existe pas de recommandations pour des valeurs appropriées. Cependant, d'après Boukendakdji [71], certains auteurs préconisent des valeurs inférieures à 1,5 secondes pour t_{200} et inférieures à 3,5 secondes pour t_{400} afin de rester dans un domaine autoplaçant. On remarque d'après la figure 6.7, que presque tous les BAP affichent des dits temps d'écoulement recommandés et l'incorporation du MK donne des valeurs des temps d'écoulement inférieures à celles du PLC. Cela signifie les BAP avec MK ont une capacité de passage supérieure à celle du PLC. Un cas contraire a été constaté par Khaleel et al. [75], qui est dû à la finesse du MK qui conduit à une viscosité accrue des mélanges.

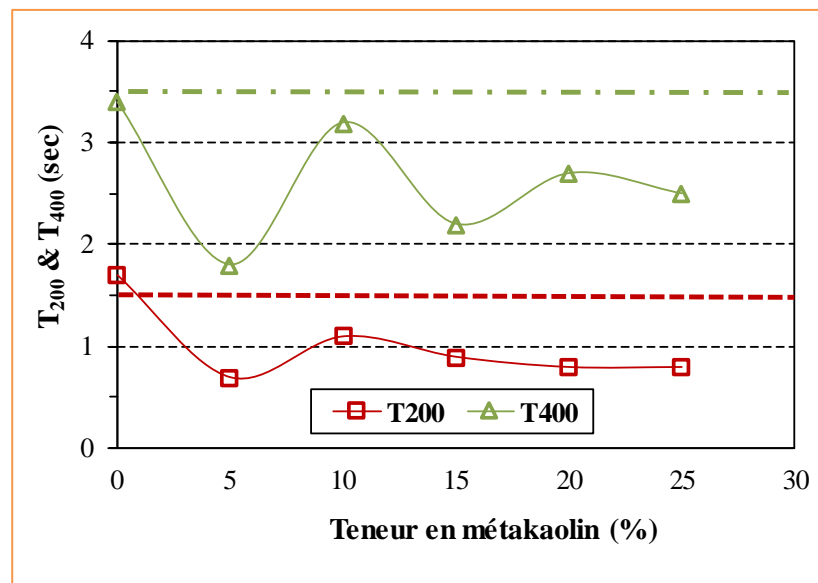


Figure 6.7 – Temps d'écoulement t_{200} et t_{400} en fonction de la teneur en MK.

6. 2.7 – Aptitude à l'écoulement par l'essai de l'anneau (J-Ring test)

L'essai d'écoulement à l'anneau fournit un moyen de déterminer la capacité de passage d'un mélange du béton, c'est-à-dire la capacité du BAP à s'écouler sous son propre poids pour remplir complètement tous les vides [163]. La figure 4.12 montre l'essai d'étalement en présence de l'anneau (J-Ring). Les résultats de cet essai (Figure 6.8.(a)) indiquent que l'étalement des mélanges avec le J-Ring oscille entre 700 et 750 mm. Selon Pade [192], la ségrégation est un risque plus important pour un béton très fluide présentant

une valeur d'étalement avec le J-Ring supérieure à 750 mm. Toutefois, l'étalement sans le J-Ring donne également une indication sur la capacité de passage ; plus l'étalement SF est grand, meilleure est la capacité de passage [193]. Chai [76], a rapporté qu'un étalement sans le J-Ring compris entre 650 mm et 750 mm est suffisant pour une bonne aptitude au passage d'un BAP à granulométrie maximale de 20 mm. Wüstholtz [194], a également indiqué que la capacité de passage d'un BAP varie d'un blocage fort à un comportement non bloquant dans la plage de $650 < SF < 770$ mm d'essais d'étalement sans le J-Ring.

L'essai du J-Ring qui est facile à utiliser, fournit une bonne mesure de la perte d'ouvrabilité en présence d'obstacles. Il peut être instructif de faire la comparaison entre les mesures d'étalement sans et en présence du J-Ring [61]. Ajouté à cela, il est jugé utile d'étendre cette comparaison au temps d'écoulement t_{500} [71]. En comparant les étalements et les temps d'écoulement avec et sans le J-Ring des BAP (Figure 6.8), on remarque que les valeurs d'étalement sans le J-Ring sont plus élevées que celles avec le J-Ring et les valeurs du temps d'écoulement sans le J-Ring sont plus basses que celles avec le J-Ring car ce dernier reflète la capacité de passage des mélanges. La figure 6.8 montre également que les étalements et les temps d'écoulement avec et sans le J-Ring des BAP ont des tendances similaires les uns par rapport aux autres. Néanmoins, plus le taux du MK augmente, plus les étalements et les temps d'écoulement des BAP avec et sans le J-Ring s'éloignent les uns par rapport aux autres en raison de la faible capacité de passage avec l'augmentation de risque de blocage.

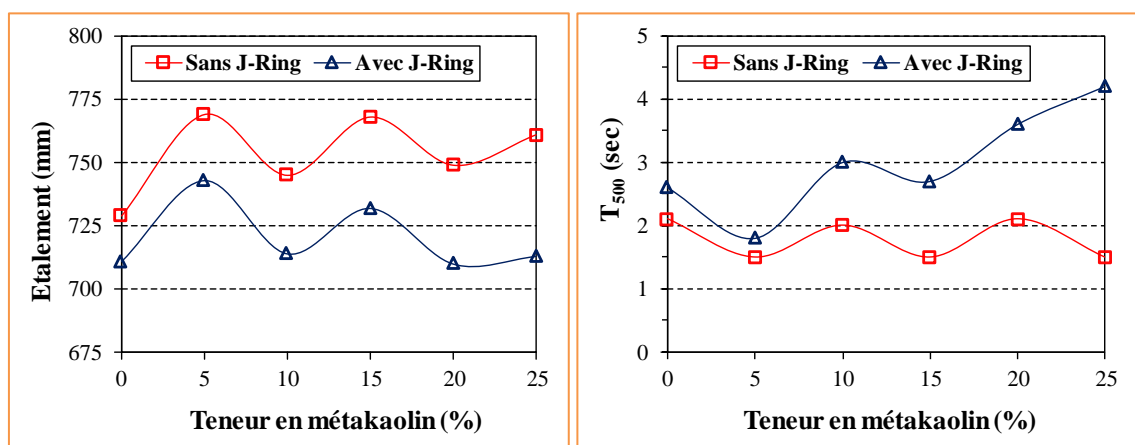


Figure 6.8 – a) étalement et b) temps d'écoulement t_{500} avec et sans J-Ring en fonction de la teneur en MK.

La différence entre les étalements avec et sans le J-Ring peut être utilisée comme critère de performance pour la capacité de passage du BAP [66]. Ainsi, d'après [163], le critère de blocage conformément à l'ASTM C 1621, dans lequel une différence de 0 à 25 mm est définie comme aucun blocage visible, de 25 à 50 mm comme blocage minimal à remarquable, et supérieure à 50 mm comme sensible pour un blocage extrême. D'après la figure 6.9.(a), la différence entre les étalements avec et sans le J-Ring n'a pas dépassé 20 mm pour le mélange du PLC et a été entre 25 et 50 mm pour les mélanges du MK. La plus grande différence a été constatée pour le mélange d'une teneur élevée en MK. Or plus la teneur en MK est élevée, plus la demande en eau est importante, plus l'augmentation du dosage en SP sera nécessaire à la lubrification des ingrédients tout en particulier les granulats grossiers qui sont responsables à la présence du blocage au niveau d'obstacles.

La figure 6.9.(a) montre une relation linéaire directe ($R^2 = 0,98$) relie la différence d'étalements avec la teneur en MK. Plus la teneur en MK est élevée, plus la différence entre les étalements avec et sans le J-Ring est importante. Il est nettement clair que le MK contribue de façon négative sur la capacité de passage des mélanges. La figure 6.9.(b) présente une relation acceptable ($R^2 = 0,85$) entre la différence de temps d'écoulement t_{500} avec et sans le J-Ring et la teneur en MK des mélanges. La figure 6.9 montre que la différence d'étalements convient mieux ($R^2 = 0,98$) que la différence de temps d'écoulement t_{500} pour la quantification et l'évaluation du comportement du blocage d'un mélange en BAP. Selon Koehler [79], la mesure de t_{500} avec le J-Ring n'est pas nécessaire car cette même mesure effectuée avec l'essai d'étalement sans obstacle permet une meilleure mesure de la viscosité et la différence d'hauteurs entre l'intérieur et l'extérieur du J-Ring « PJ » permet une indication adéquate de la capacité de passage.

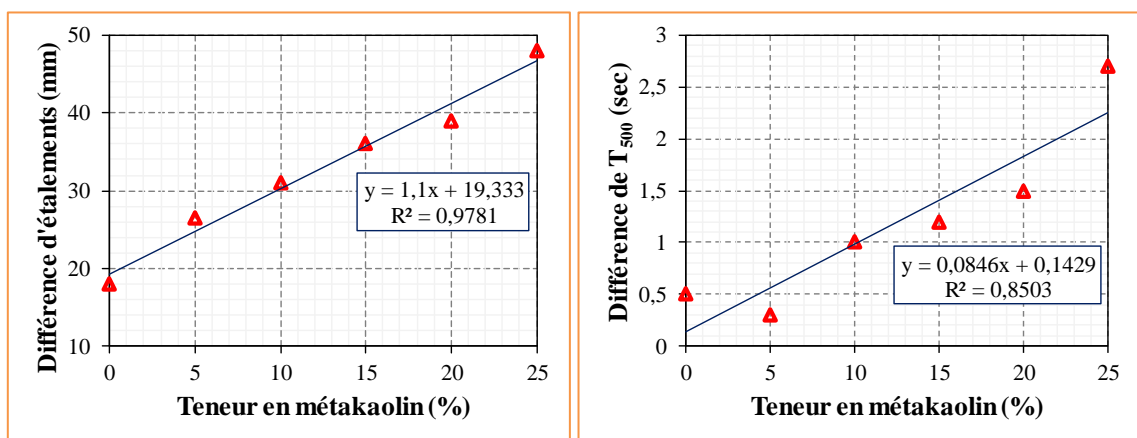


Figure 6.9 – Différence a) d'étalements et b) de temps d'écoulement t_{500} avec et sans J-Ring en fonction de la teneur en MK.

La méthode conventionnelle qui évalue le comportement du blocage du BAP par la différence d'étalements entre l'essai d'étalement au cône d'Abrams sans et avec le J-Ring ne convient pas pour quantifier le comportement du blocage [194]. D'ailleurs, selon Koehler [79], la mesure de la différence d'étalements entre l'essai d'étalement au cône d'Abrams sans et avec le J-Ring est inappropriée et déconseillée. Car dans certains cas, l'épaisseur du béton sortant du J-Ring est plus mince que pour le béton testé sans le J-Ring, en raison des différences de blocage, mais l'étalement est approximativement le même. Ce scénario est illustré à la figure 6.10 suivante :

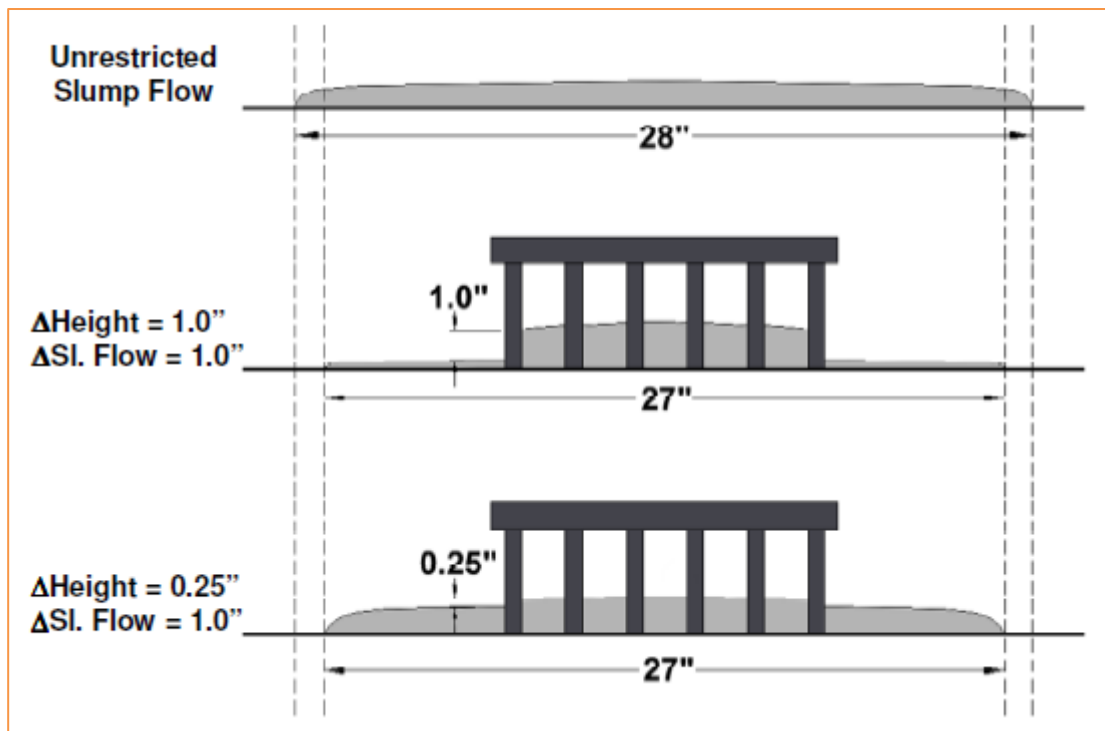


Figure 6.10 – Résultats de J-Ring avec des étalements restreints identiques [79].

De ce fait, la capacité de passage peut donc être évaluée par le taux de remplissage « PJ » ou le palier de l'étalement à l'anneau mesuré par le palier de blocage [150]. Ce PJ est considéré comme la meilleure approche en raison de sa simplicité, de sa précision et de sa capacité à refléter au mieux l'étendue de la capacité de passage [79]. Pour un plus fort pourcentage d'armatures, la figure 6.11 montre que le PLC a une classe d'aptitude à l'écoulement « PJ2 » [60]. Par contre, les BAP avec MK ont des PJ hors de la limite recommandée [60, 61]. D'autre part, on constate que le BAP du 5MK a le plus élevé PJ (16 mm). Cependant, ce BAP a le plus faible comportement du blocage par la méthode conventionnelle (26,5 mm) par rapport aux autres mélanges avec le MK. D'après Jin et

Domone [71], pour avoir un BAP acceptable sans risque de blocage, le PJ ne doit pas dépasser 10 mm. Aucun blocage n'a pu être observé si le PJ était inférieur à 10 mm [194]. Une valeur de 10 mm indique une bonne capacité de passage et que cette dernière sera satisfaisante si le PJ est inférieur à 15 mm et par conséquent, le BAP peut être considéré comme non bloqué [193]. En outre, le PJ de 1 à 10 mm indique un faible risque de blocage et le BAP convient aux structures de renforcement dense, de 10 à 20 mm indique un risque de blocage moyen à élevé [150]. Le BAP de cette dernière fourchette est adapté pour les structures avec des armatures largement espacées, nulles ou avec peu d'obstacles [150]. Plus le taux de remplissage sera grand, plus la capacité de passage sera moindre [61]. Toutefois, ce taux pour l'ensemble des mélanges confectionnés est inférieur à 20 mm [98, 140] et oscille au voisinage de 15 mm. Des valeurs supérieures à 20 mm indiquent un risque de blocage [192] avec une faible capacité de passage.

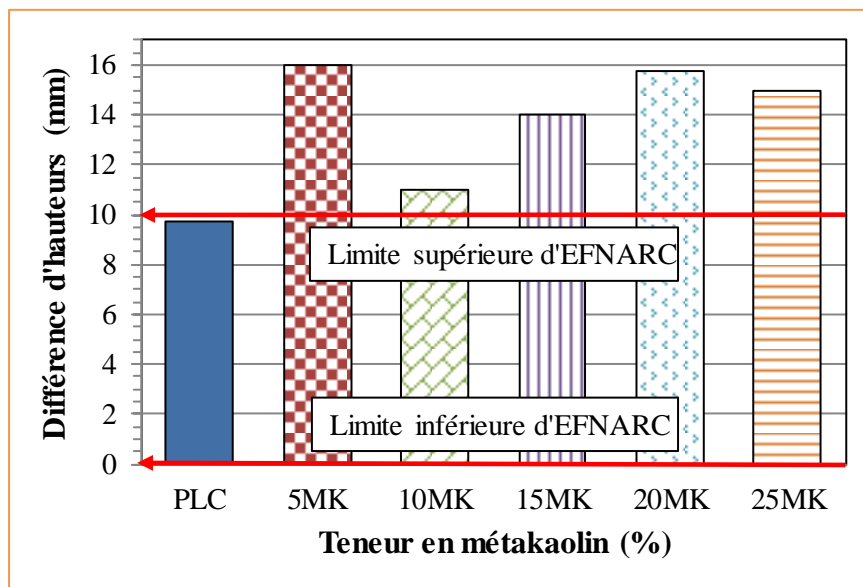


Figure 6.11 – Différence d'hauteurs « PJ » en fonction de la teneur en MK.

6. 2.8 – Résistance à la ségrégation par l'essai de stabilité au tamis

L'essai de stabilité au tamis permet d'évaluer la résistance du BAP à la ségrégation statique [154] par le calcul du taux de ségrégation ou le pourcentage de laitance « SR » qui s'est écoulée à travers le tamis et de déduire enfin si le béton testé possède une stabilité satisfaisante ou non [59]. D'ailleurs, la ségrégation statique est rarement observée pour le béton avec une faible capacité de remplissage et une faible

capacité de passage [192]. La figure 6.12 montre que tous les BAP ont un taux de ségrégation compris entre 5 et 15%, synonyme d'un béton homogène et stable [78]. Une proportion de 5 à 15% de laitance passant à travers le tamis est recommandée pour une résistance optimale à la ségrégation [71, 150]. Les résultats de cet essai indiquent donc que le taux de ségrégation de tous les mélanges était dans la plage recommandée par EFNARC [61] et peuvent avoir une résistance à la ségrégation statique de classe « SR2 » selon la norme NF EN 206-9 [60]. Ces BAP (SR < 10%) sont préférables pour des applications verticales avec une plus grande distance d'écoulement et un ferrailage très encombré [66].

Des résultats empiriques suggèrent que la résistance à la ségrégation est jugée satisfaisante, si SR est compris entre 5 et 15% du poids de l'échantillon. En dessous de 5% la résistance est excessive (pâte liante ou mortier du BAP trop visqueux), et susceptible d'affecter la finition de surface. Au-dessus de 15%, et en particulier supérieur à 30%, il y a une forte probabilité de ségrégation [61]. D'après la figure 6.12, l'incorporation du MK a diminué le taux de ségrégation statique des tous les mélanges (excepté 15MK) avec une valeur plus prononcée pour le BAP du 25MK (-18%). Ces diminutions constituent donc une amélioration pour les formulations de BAP et confirme l'influence positive du MK vis-à-vis de leur ségrégation statique [59] en augmentant la viscosité ainsi que la stabilité, sans recours à l'utilisation d'un agent de viscosité.

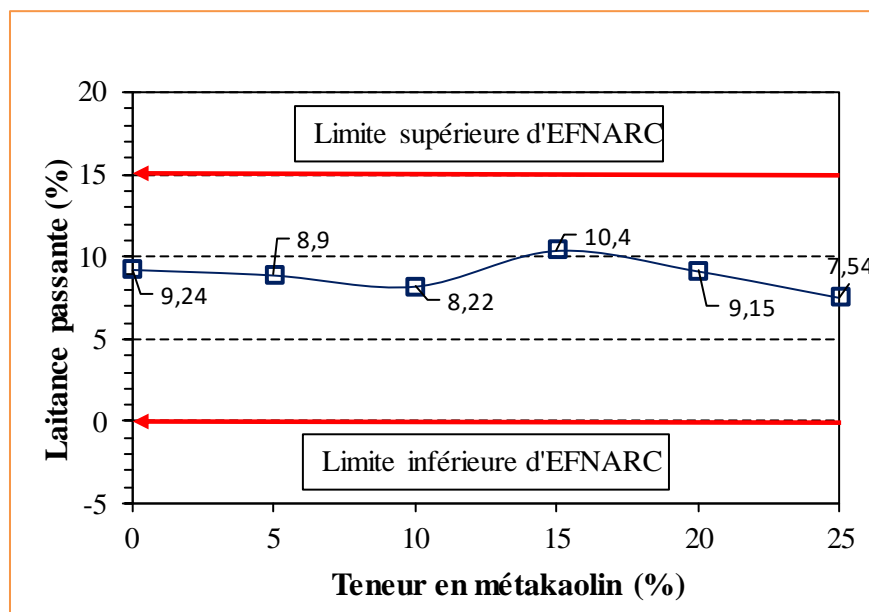


Figure 6.12 – Stabilité au tamis « SR » en fonction de la teneur en MK.

6. 3 – Effet du métakaolin sur les propriétés des BAP à l'état durci

6. 3.1 – Résistance à la compression

La figure 6.13 présente le développement de résistance à la compression des différents BAP formulés en fonction du temps de mûrissement. A l'âge de trois jours, la résistance à la compression de tous les mélanges est supérieure à la résistance mécanique minimale requise pour le démoulage et la manipulation des éléments produits au plus jeune âge et qui est généralement entre 15 et 20 MPa [164]. D'un autre côté, au fur et à mesure que la teneur en MK dans le BAP augmente, la résistance à la compression au jeune âge et à court terme (à trois et à sept jours respectivement) diminue. En outre, dès les premiers âges et jusqu'à 28 jours de mûrissement, le mélange du PLC présente les meilleures performances mécaniques que celles des BAP avec MK.

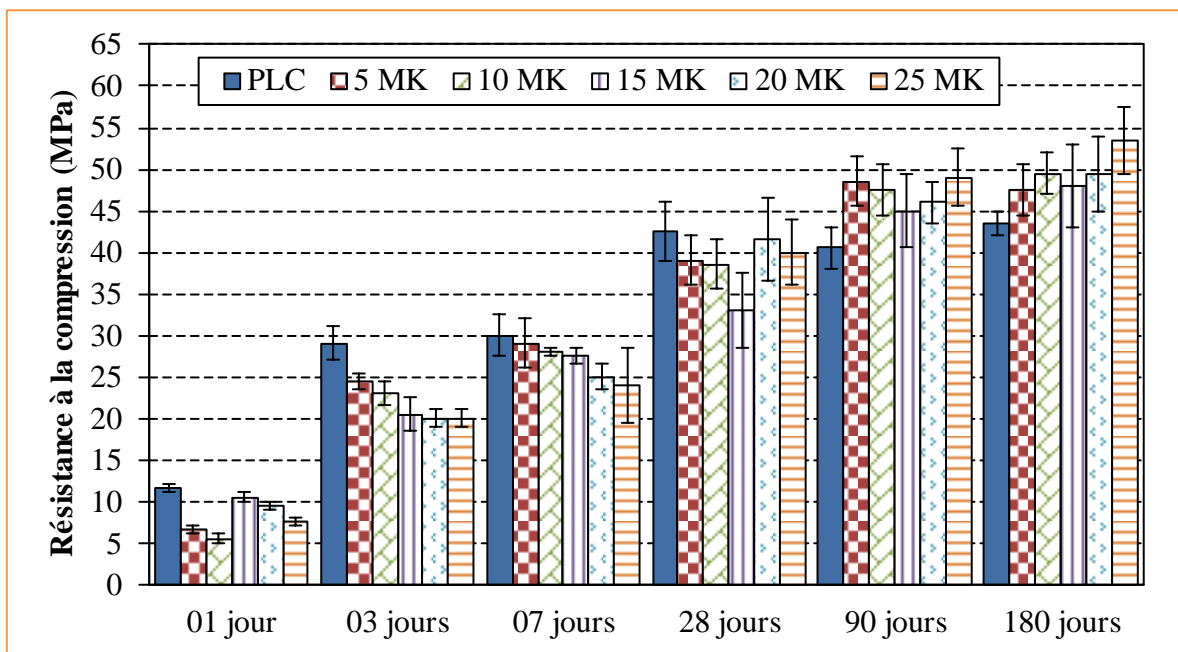


Figure 6.13 – Développement de résistance à la compression des BAP.

L'utilisation de ciment PLC et sa substitution par du MK ont une influence sur l'hydratation de la pâte qui peut être résumée en deux phénomènes contradictoires :

- Un effet accélérateur qui tend à accélérer la vitesse d'hydratation du ciment. De fait, la poudre de calcaire (CaCO_3) agit comme un accélérateur au début de l'hydratation du ciment [195] ce qui entraîne une augmentation de la résistance à la compression du béton dès le plus jeune âge [79]. Elle est utilisée couramment comme addition dans le

BAP pour qu'elle contribue de manière significative à la résistance à des âges précoces jusqu'à 28 jours [77]. Il a été montré, par calorimétrie, que l'hydratation du C_3S est plus rapide en présence de fines calcaires [8]. Selon Bessa-Badreddine [196] et Caré et al. [181], il semble également que la présence du calcaire accélérerait l'hydratation du C_3S dès les premiers instants et ceci d'autant plus que les particules sont fines et que la quantité de $CaCO_3$ est importante (jusqu'à 15 à 20% en masse) ainsi que notre ciment PLC. Les fillers calcaires accélèrent donc le degré d'hydratation du ciment au cours des sept premiers jours [67, 184]. En effet, les particules fines du filler, lorsqu'elles sont bien dispersées par les SP, favorisent l'hydratation du ciment, principalement par un effet physique, et conduisent à une matrice cimentaire d'une structure plus dense [59]. Toutefois, ces effets augmentent la résistance mécanique au début de l'âge jusqu'aux 28 jours puis deviennent moins significatifs par la suite [59, 196]. Kadri et Duval ont constaté que les résistances aux âges avancés peuvent être réduites en raison de l'absence de la réaction pouzzolanique, d'après [79] qui est une réaction lente et se manifeste, pour l'essentiel, après 28 jours, comme a été indiqué au § 1.1.7.

D'après [59, 70], Petersson a rapporté que cette augmentation de résistance est d'autant plus marquée que la finesse du filler est importante. C'est le cas de notre ciment PLC (CEM II / A-L 42.5 R) ; En plus de la présence de filler calcaire, le ciment Portland à durcissement rapide est généralement plus fin que le ciment Portland ordinaire [2].

- Un effet retardateur du MK (voir § 5.5) qui fait que ce dernier a tendance à diminuer la croissance des résistances au jeune âge. Comme une partie du ciment est substituée par le MK il y a un effet de dilution du ciment (puisque moins de C_3S ou C_2S) ce qui conduit à obtenir moins d'hydrates [54]. Au fur et à mesure par l'élévation de taux de la substitution, les hydrates deviennent de plus en plus moins et par conséquence, de plus en plus moins des résistances au jeune âge. Pour que le MK réagisse, il a besoin de Ca^{2+} issus de l'hydratation des C_3S et C_2S ou d' OH^- et de Ca^{2+} issus de la Portlandite ; or ces produits ne sont présents dans le système qu'après hydratation du ciment et que les premiers hydrates issus du MK sont formés après les premiers hydrates du ciment d'où le retard. Il en résulte une concentration plus faible en ions de calcium dans la solution interstitielle, une diminution de la quantité de Portlandite par rapport à une matrice formulée avec 100% de ciment et enfin une formation supplémentaire de gel silicates de calcium hydratés (C-S-H) [54] et par conséquent la croissance des résistances à long terme en présence du MK.

Saidat [44], a étudié l'effet du taux d'incorporation de MK dans la matrice cimentaire en utilisant le ciment AI (CEM I 52.5N). La figure 6.14 suivante présente les résistances relatives par rapport au témoin des mortiers contenant entre 10 et 30% de MK, pour des échéances de mûrissement entre 16h et 28 jours. Elle a constaté clairement le retard de développement des résistances des mortiers avec du MK lors des premières heures de l'hydratation (16h, 24h, 48h) et que ce retard est d'autant plus important que le taux du MK augmente. Ainsi, les chutes de résistances sont essentiellement proportionnelles à la quantité du MK utilisée en substitution du ciment. Cela confirme bien l'effet de dilution du ciment ainsi que le caractère pratiquement inerte du MK dans les premières heures d'hydratation du ciment. Toutefois, ce retard à partir de 24h commence à devenir moins apparent par les augmentations systématiques et continues au cours du temps des résistances relatives pour tous les taux de remplacement, pour atteindre la valeur du témoin à 28 jours. Seul le mortier avec 30% de MK reste en deçà du témoin et que les résistances relatives dépassent 90% dès 7 jours. D'un autre côté, elle a utilisé quatre ciments de type CEM I et CEM II, de classe 52,5 et 42,5 et à durcissement Normal ou Rapide, est arrivée à confirmer que les résistances à court et moyen terme sont pénalisées par l'incorporation du MK, à savoir que peu importe le type de ciment employé.

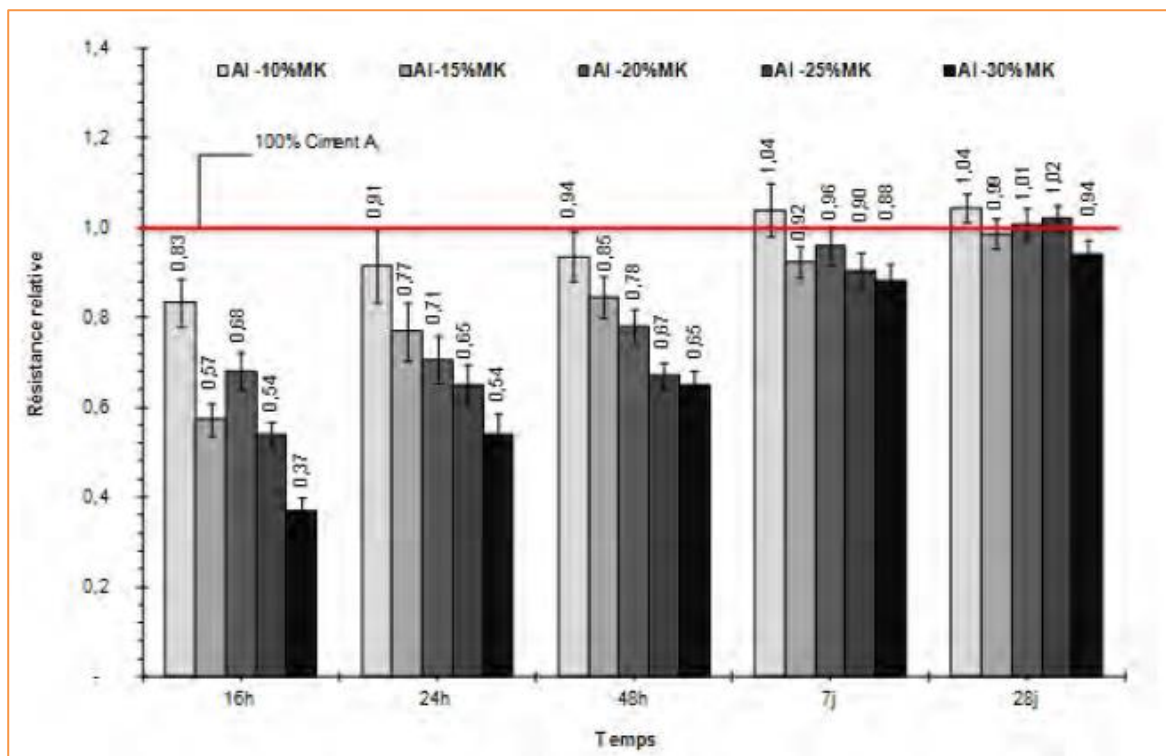


Figure 6.14 – Résistances relatives de mortiers binaires (ciment AI – MK) [44].

D'après la figure 6.13, à partir de 90 jours, les mélanges avec du MK révèlent des résistances à la compression supérieures à celles du PLC, dues à l'activité pouzzolanique tardive du MK à long terme (90 et 180 jours) et où le 25MK est le remplacement optimal. En présence de PLC, l'effet positif du MK sur les résistances commence à partir de 28 jours à des taux de substitution élevés et s'étend aux taux inférieurs à des âges plus avancés. Ainsi, la contribution du MK est bénéfique pour le développement ultérieur de la résistance du béton contenant du PLC. Ces résultats sont en contradiction avec ceux de la littérature [172, 197], qui ont montré que le MK avec une réactivité pouzzolanique élevée, en plus de son effet de remplissage, commence à réagir avec le CH à des stades d'hydratation très précoces en entraînant une résistance élevée aux jeunes âges.

Cette contradiction est alors due à la résistance précoce de ciment PLC utilisé et à l'activité pouzzolanique suffisante du notre MK qui réagit avec le CH à des âges plus avancés. Pour certains chercheurs [48], la haute réactivité initiale du MK est attribuée à la phase aluminat (Al_2O_3) qui favoriserait en combinaison avec CH la formation de gehlénite hydratée (C_2ASH_8) et une petite quantité de phase cristalline (C_4AH_{13}). Or, ce n'est pas le cas de notre MK qui n'est pas assez riche en alumine et renferme une teneur non négligeable d'impuretés avec la présence de fer structural, responsable de la réactivité à court terme moindre (voir § 3.3.1) et non plus le cas de MK utilisé par Saidat [44], qui est un MK impur en renfermant une faible quantité en Al_2O_3 avec une importante quantité de quartz. D'ailleurs, d'après [31], Andriolo et al. rapportent que la résistance mécanique des bétons incorporant des MK diminue quand le taux d'impuretés dans les MK augmente.

6. 3.2 – Relation entre la résistance en compression et la température initiale

La figure 6.15 représente la relation existante entre la résistance en compression à court terme et à long terme et la température maximale y afférente. Selon Baron et Ollivier [8], le développement de la résistance du béton dépend de l'évolution de sa température et la résistance à un âge donné ne dépend donc pas seulement de l'instant considéré. D'après, la figure 6.15 on constate clairement qu'il y a une relation linéaire est bonne entre les deux phénomènes, surtout pour les résistances à long terme de mûrissement qui est très bonne ($R^2 = 0,93$). Le mélange qui a affiché une température maximale (pic de la température) est celui du PLC (voir Tableau 5.9). D'ailleurs, autant le taux du MK augmente par substitution partielle du ciment PLC, autant la température des mélanges démunie (soit faible pour le mélange du 25MK) et autant la résistance à la compression

démunie à 7 jours et augmente à 180 jours de mûrissement. D'après [8], « Plus la température de fabrication et/ou de mûrissement est élevée, plus la résistance à court terme est élevée. Alors qu'à long terme, l'influence de la température est inversée, c'est-à-dire que plus la température initiale est élevée, moins bonnes sont les résistances ». Ainsi donc, le mélange du PLC affiche une température initiale élevée, alors sa résistance à la compression est élevée à court terme et est faible à long terme. Par contre, le mélange du 25MK présente une température initiale faible, alors sa résistance à la compression est faible à court terme et est élevée à long terme.

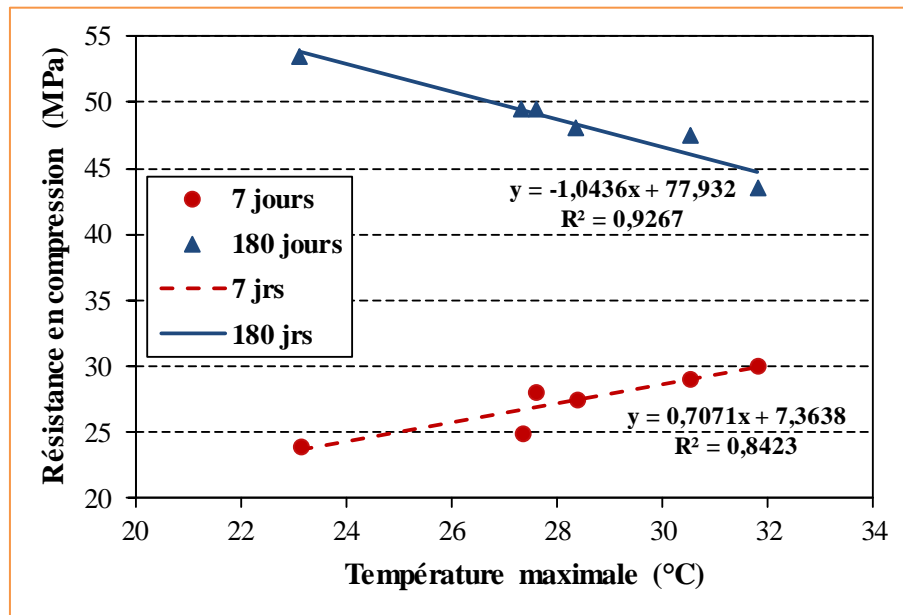


Figure 6.15 – Résistance à la compression en fonction de la température maximale.

6. 3.3 – Résistance à la traction par flexion

L'évolution de la résistance à la traction par flexion des différents BAP confectionnés est présentée par la figure 6.16 suivante. D'après la figure, on remarque que les résistances à la traction par flexion des différents mélanges ont des tendances similaires que celles de la résistance à la compression, comme a été observé par Güneyisi et al. [198]. La substitution du ciment PLC par du MK induit une diminution de la résistance mécanique pendant les premiers jours mais une résistance presque égale après 28 jours. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Courard et al. [199] et confirment l'effet retardateur du MK qui a la tendance à diminuer la croissance des résistances mécaniques au jeune âge, à savoir que peu importe le type de ciment utilisé.

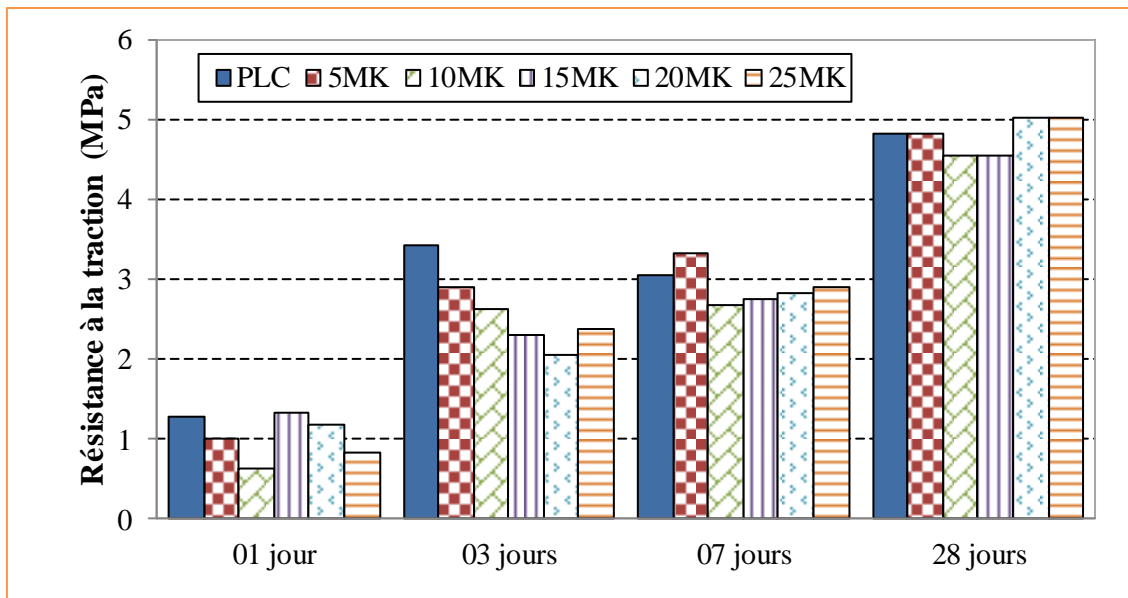


Figure 6.16 – Résistance à la traction par flexion des BAP.

En comparant les résistances à la traction et à la compression, on remarque que le rapport entre les deux résistances des BAP à l'âge de 28 jours (Tableau 6.3) est supérieur à ceux de la littérature (§ 2.8.2) et est plus prononcé pour les BAP avec le MK que pour celui du PLC seul. Ce comportement peut être attribué au fait que la résistance à la traction par flexion surestime la valeur réelle en traction [63] et est davantage affectée par l'amélioration de l'interface entre la pâte du PLC et le granulat et par le raffinement de la structure des pores des pâtes du PLC en présence du MK, en comparaison à la résistance à la compression. L'action pouzzolanique tardive du MK a conduit à une meilleure cohésion de la pâte et a entraîné une matrice du béton plus résistante. Selon Justice [45], d'après la littérature, il existe un bon accord sur le fait que le MK améliore la résistance à la flexion du béton. Il est arrivé à conclure que les augmentations de la résistance à la flexion des bétons avec le MK sont probablement liées à des raffinements de la structure des pores et à des zones de transition interfaciales plus denses et plus minces.

Tableau 6.3 – Résistances mécaniques à 28 jours des BAP

Résistance à 28 jours (en MPa)	PLC	5MK	10MK	15MK	20MK	25MK
Résistance à la compression (Rc)	42,5	38,5	38,5	33,0	41,5	40,0
Résistance à la traction (Rt)	4,8	4,8	4,6	4,6	5,0	5,0
Rt / Rc	0,113	0,125	0,120	0,139	0,121	0,125

6. 3.4 – Module d'élasticité dynamique

Les modules d'élasticité dynamiques (E_d) des BAP, déterminés par les vitesses de propagation du son à 18 mois de durcissement sont montrés sur la figure 6.17 suivante. L'incorporation du MK dans le BAP de référence a donné des E_d plus élevés que celui du PLC ; toutefois, l'élévation du taux de MK dans les mélanges n'a pas changé régulièrement la valeur de E_d , mais on peut remarquer que E_d a une tendance similaire à celle de la résistance à la compression aux âges plus avancés de mûrissement. L' E_d de 25MK affiche une valeur plus élevée que celles des autres BAP. D'après la littérature [45], le module d'élasticité semble généralement augmenté avec l'augmentation de la teneur en MK, bien que le taux d'augmentation soit inférieur à celui de la résistance à la compression.

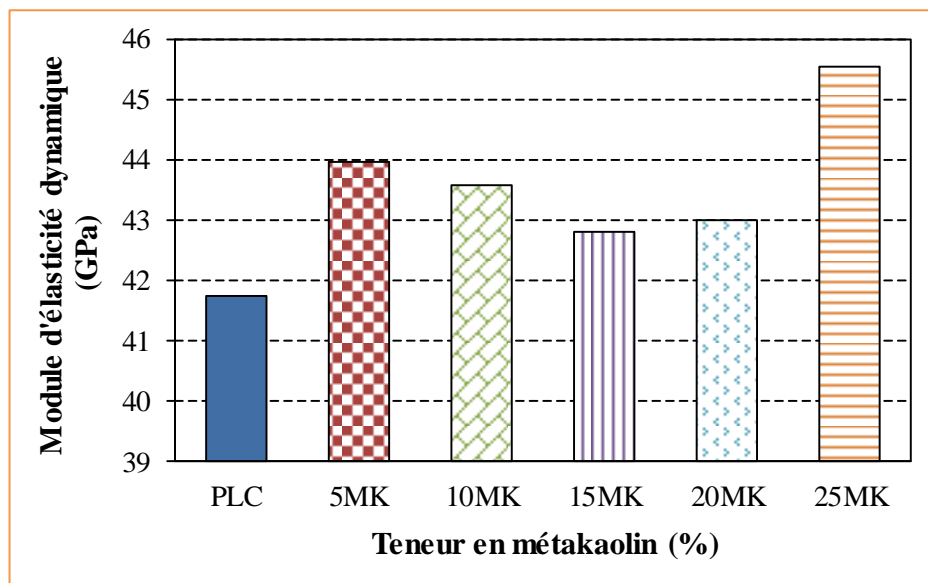


Figure 6.17 – Module d'élasticité dynamique en fonction de la teneur en MK.

6. 3.5 – Porosité accessible à l'eau

La porosité accessible à l'eau est l'un des paramètres qui permet de caractériser le réseau poreux des bétons testés. Plus le béton est compact, moins sa porosité est forte et donc moins les pores seront interconnectés, par exemple, plus lente est la vitesse de sa carbonatation [81]. De préférence la porosité sera étudiée à partir de 28 jours d'âge. D'après Frias et Cabrera [200], dès les premiers âges, il y a une réduction continue de la porosité avec un temps d'hydratation allant jusqu'à 28 jours. Au-delà de cet âge, la porosité totale est pratiquement constante et une différence nette entre les mélanges du PC et du

MK peut être observée. La figure 6.18 présente la porosité totale à 28 jours d'âge. Les BAP avec le MK avaient des porosités réduites. Des observations similaires ont également été faites par [201], en utilisant 10% du MK en remplacement partiel du ciment PC de Type 1. Selon Badogiannis et Tsvivilis [202], l'ajout du MK entraîne, dans la plupart des cas, une diminution de la porosité totale. Cela signifie que le MK a un meilleur effet de réduction de la porosité des BAP qui est attribué à la finesse élevée du MK. Ainsi, l'effet bénéfique du MK sur la réduction de l'absorption d'eau (WA) était en raison de l'effet de remplissage du MK ultrafine ainsi que de sa réaction pouzzolanique [167]. Selon Baron et Ollivier [8], les très faibles porosités obtenues résultent directement de l'augmentation de l'étendue granulaire due à l'utilisation de grains ultrafins comme ceux des fumées de silice.

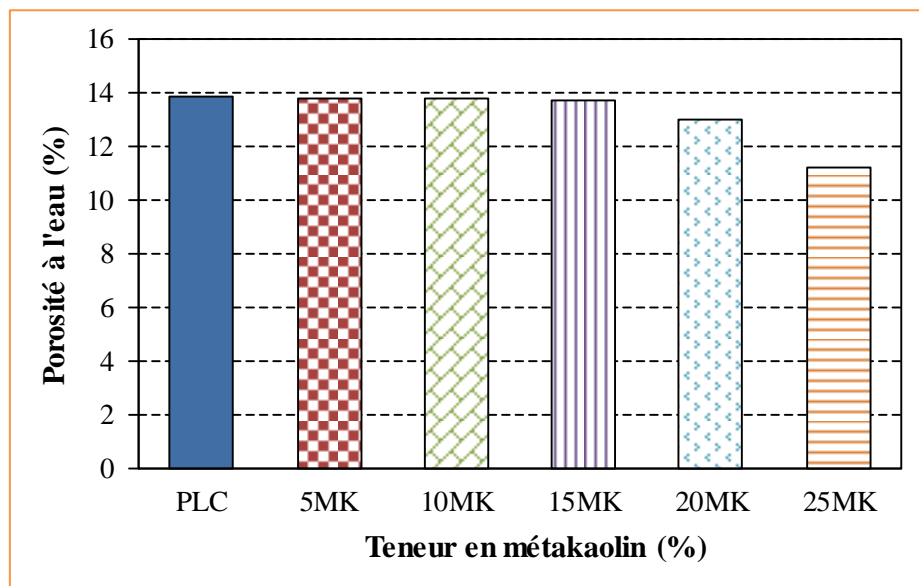


Figure 6.18 – Porosité totale en fonction de la teneur en MK.

D'autre part, la résistance à la compression est approximativement liée à la porosité du béton qui est à son tour liée au E/C et au degré d'hydratation [79]. Selon Cassagnabère et al. [203], la variation du E/L affecte la porosité totale. Lorsque le MK est utilisé dans des pâtes de ciment avec un E/L plus élevé (par exemple E/L = 0,55), le MK donne des tailles de pores plus petites, mais une porosité totale plus élevée. Néanmoins, lorsqu'il est utilisé dans des pâtes de ciment à hautes performances (faible E/L), il réduit à la fois la taille des pores et la porosité totale [204]. En effet, Frias et Cabrera [200], ont trouvé que les teneurs en MK n'ont pas d'effet important sur la porosité totale et les mélanges du MK présentent une plus grande porosité totale que la pâte du PC et une

élévation d'environ 16% est obtenue. Ils ont également rapporté que ce fait peut probablement être lié au rapport (E/L = 0,55) élevé utilisé. Courard et al. [199] ont indiqué que la WA des mortiers normalisés (E/L = 0,50) augmente avec l'élévation du taux du MK après 28 jours et 14 mois d'âge (Tableau 6.4). Khatib et Clay [205], ont également signalé l'augmentation de la WA des bétons, du rapport (E/L = 0,45), avec l'élévation des teneurs en MK à tous les âges (Figure 6.19). Ils ont rapporté que le volume total des pores des pâtes avec le MK est légèrement supérieur à celui de la pâte témoin. Ces résultats, peu importe le type de ciment utilisé, confirment l'effet de la variation du E/L sur la porosité totale et les teneurs en MK n'ont pas d'effet important. Il est clair, qu'avec l'élévation des teneurs en MK, la porosité totale augmente au E/L élevé et diminue au E/L faible.

Tableau 6.4 – Absorption d'eau des mortiers après 28 jours et 14 mois d'âge [199]

Matériau	Absorption d'eau (% massique)		Rapport de diminution
	Après 28 jours	Après 14 mois	
CEM I 42.5	8,16	7,82	4,1
5% Métakaolin	8,39	8,04	4,1
10% Métakaolin	8,78	8,44	3,9
15% Métakaolin	9,71	8,77	9,7
20% Métakaolin	9,70	8,97	7,5
10% Kaolin	9,51	7,90	16,9

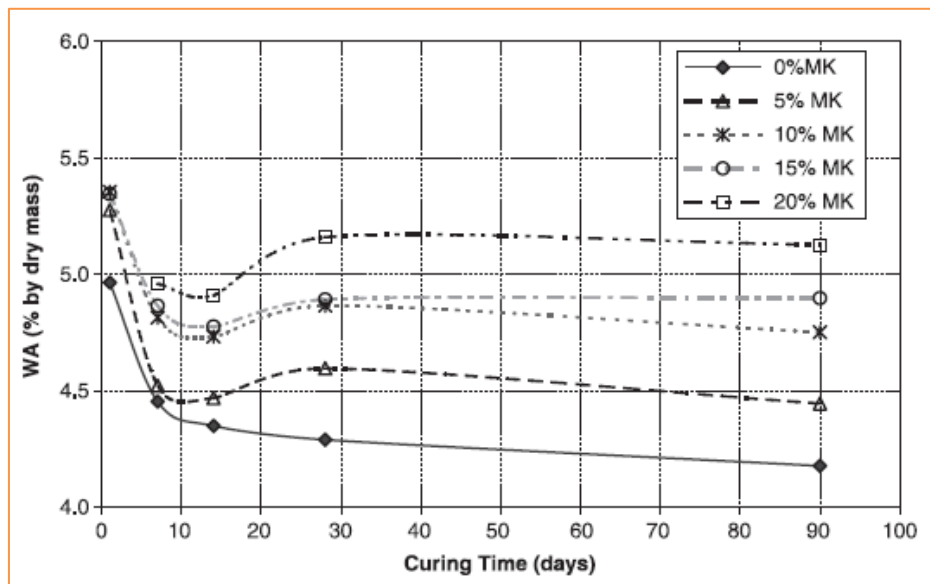


Figure 6.19 – Variation de WA en fonction de l'âge du béton avec MK [205].

Ainsi, le MK contribue mieux au raffinement de la structure des pores des pâtes de ciment au E/L faible qu'au E/L plus élevé [48]. Cependant, selon Perlot et Rougeau [31], quel que soit le E/L, les MK diminuent la taille des pores. Nos BAP avec le MK ont montré une faible WA (- 2%) par rapport à celle du PLC. Cette valeur a été diminuée de 6% et 19% pour le 20MK et le 25MK, respectivement. Cette grande réduction de la porosité remarquée est due à l'efficacité de la réaction pouzzolanique du MK, à teneurs élevées, à partir de 28 jours de mûrissement. Plus la teneur en MK est élevée, plus la porosité du béton est faible [204] et plus le béton est durable du fait que la durabilité est corrélée avec la porosité [66]. Cependant, pour des taux de substitution en MK élevés, une attention particulière devra être portée pour éviter leur agglomération qui pourrait alors augmenter la porosité totale du matériau [31].

En outre, l'addition d'ultrafine permet d'accroître les résistances mécaniques du matériau, grâce à l'augmentation de la compacité et à la diminution de la quantité d'eau de gâchage, sous réserve d'utiliser le taux optimum de substitution (ou un taux plus proche) [31]. D'après la classification de Gorisse [157], le BAP de 25MK peut être qualifié comme un excellent béton (porosité entre 10 à 11%). Par contre, les autres sont des BAP de bonne qualité (porosité entre 12 et 15%). Par ailleurs, d'après [66], selon Hearn et al. et Nokken et Hooton, la porosité totale doit être inférieure à 15% pour améliorer la durabilité du béton. En outre, la compacité des BAP formulés (Figure 6.20) varie dans les limites de 0,75 à 0,90 du coefficient de compacité [157].

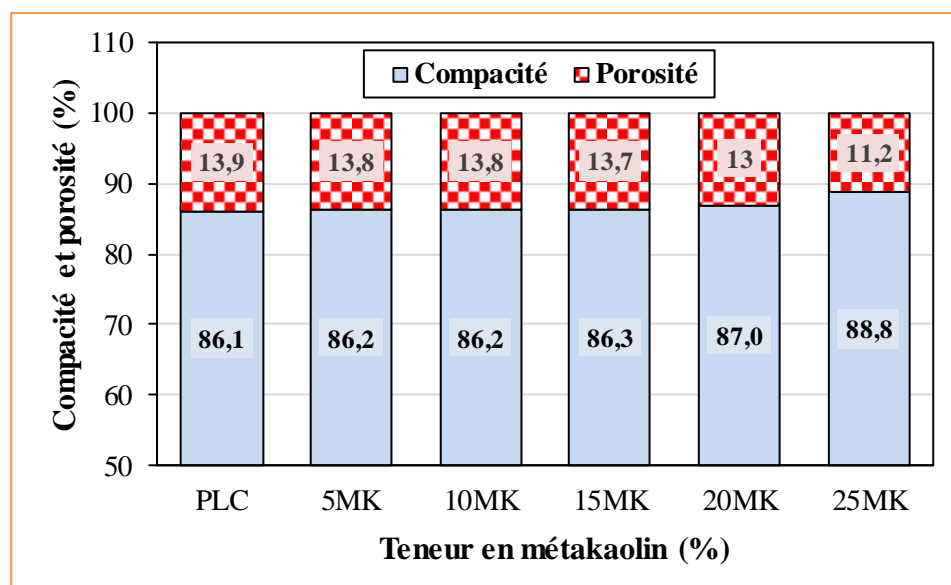


Figure 6.20 – Compacité et porosité des BAP.

6. 3.6 – Densité

La densité est directement liée à la résistance du béton et dépend également du degré de compactage [206]. La figure 6.21 montre que les densités des BAP à 28 jours suivent les mêmes tendances que les résistances de compression à 28 jours et les BAP avec le MK présentaient des densités plus faibles que le BAP de référence en raison de faible poids unitaire du MK (2,60) comparé à celui du PLC (3,03) ; toutefois, le BAP de 25MK est plus dense que l'ensemble des mélanges, du fait de son degré de compactage élevé et il a été qualifié comme un excellent béton (§ 6.3.5). D'ailleurs, la présence de fillers calcaires augmente la densité de la pâte, ce qui est notamment important pour améliorer la résistance et les propriétés de transport dans la zone de transition interfaciale [79].

En outre, la densité du béton a été diminuée lorsque le MK a été élevé jusqu'au 15% ; néanmoins, elle a commencé à augmenter aux taux du MK plus élevés grâce à la compacité plus élevée aux 20% et 25% (Figure 6.20), de sorte qu'elle devenait supérieure pour le 25MK. La raison de ceci pourrait être due à l'effet de la distribution de taille des particules et de la porosité intrinsèque du MK sur l'élévation de la densité du béton qui dépend de la nature du MK et de sa tendance réduite à absorber l'eau par rapport au ciment, augmentant ainsi la quantité d'eau confinée dans les pores intérieurs du mélange au taux du MK le plus élevé (25%) et entraînant ainsi une augmentation de la densité du béton. Un résultat contradictoire a été trouvé par Lenka et Panda [206] en raison d'un MK ultrafin utilisé avec d_{50} de 1 μm , diminuant ainsi la quantité d'eau confinée dans les pores intérieurs du mélange au taux élevé du MK et entraînant ainsi une diminution de la densité du béton.

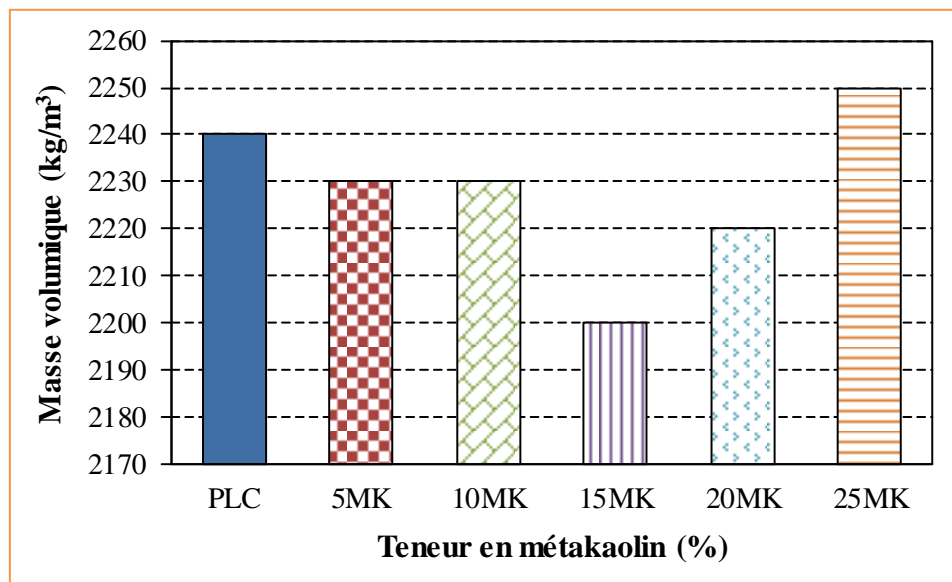


Figure 6.21 – Masse volumique en fonction de la teneur en MK.

6. 3.7 – Absorption capillaire

Les figures 6.22 et 6.23 représentent l'absorption capillaire d'eau pendant les premières 24 heures des BAP conservés respectivement pendant 7 jours et 90 jours. Ces périodes de conservation correspondent au début et à la fin de la réaction pouzzolanique du MK [200]. D'après les résultats, il apparaît que le MK diminue l'absorption d'eau par capillarité des BAP. Des résultats similaires ont été trouvés, indiquant que la présence du MK dans les mélanges diminue l'absorption d'eau par remontée capillaire [205]. Cela signifie le MK a un effet positif sur les valeurs d'absorption d'eau du BAP en raison de sa finesse, d'une distribution des pores plus appropriée avec la majorité des pores de moins de $0,05 \mu\text{m}$ et d'une très faible quantité de pores capillaires [167]. Les micropores ou pores de gel sont essentiellement dus aux C-S-H ; par contre, les pores capillaires dépendent du rapport E/C et de l'âge du matériau considéré (§ 2.8.4).

D'après [167], selon Güneyisi et al., l'effet bénéfique du MK dans la réduction de l'absorption d'eau est appréciable en raison de l'effet de remplissage du MK ultrafin ainsi que de sa réaction pouzzolanique. Les taux de substitution optimaux sont 5% (Figure 6.22) et 20% (Figure 6.23) des BAP conservés respectivement pendant 7 jours et 90 jours. Cela peut être attribué au fait que ces mélanges contenaient moins de pores interconnectés que d'autres mélanges [207].

Ainsi, on observe une faible absorption capillaire pour les mélanges avec le MK par rapport au mélange témoin PLC, en exception le 10MK à 90 jours de durcissement, qui présente une absorption capillaire plus élevée que les autres mélanges. On peut noter alors que l'effet négatif du MK sur l'absorption capillaire commence aux âges avancés de mûrissement (90 jours) et pour uniquement les deux substitutions 10MK et 25MK qui affichent respectivement des absorptions capillaires élevées ; néanmoins, l'absorption capillaire du 25MK devient moins significative que celle du PLC à la fin de la période d'absorption. Selon Frias et Cabrera [200], l'effet positif de l'incorporation du MK dans la formulation des pâtes est que la taille poreuse est inférieure à $0,01 \mu\text{m}$; néanmoins, une augmentation progressive des pores très fins est observée avec l'âge.

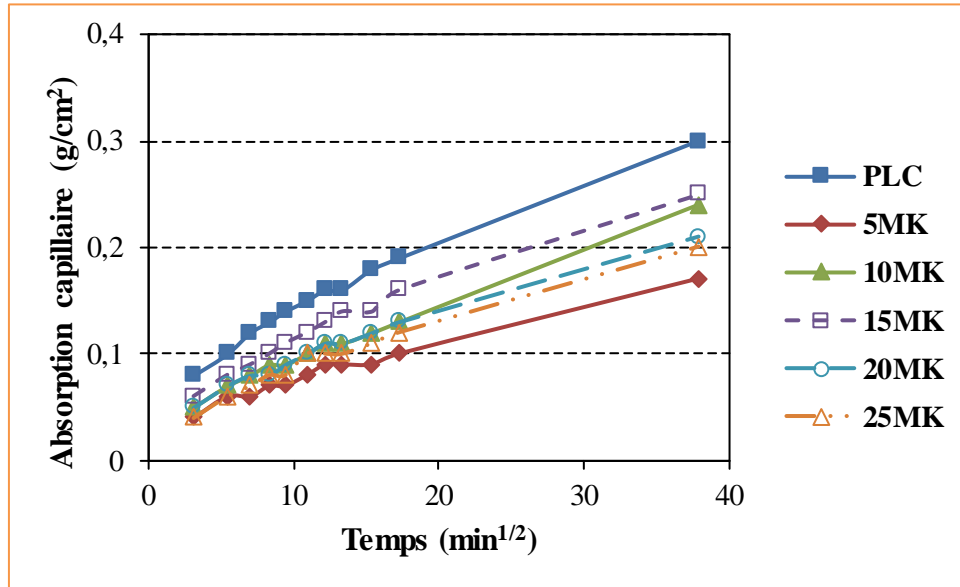


Figure 6.22 – Absorption capillaire des premières 24 heures des BAP à 7 jours de mûrissement.

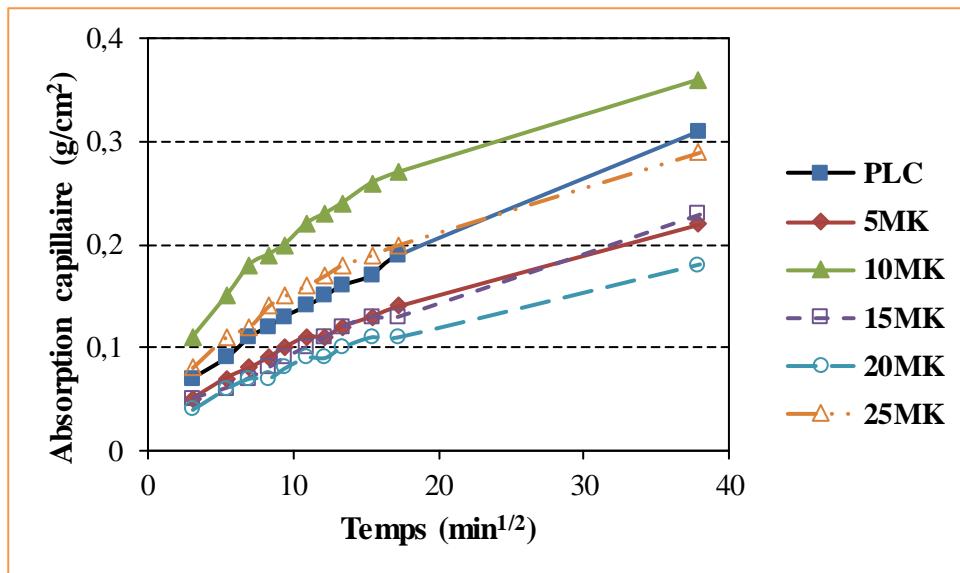


Figure 6.23 – Absorption capillaire des premières 24 heures des BAP à 90 jours de mûrissement.

6. 4 – Conclusion

Les conclusions suivantes peuvent être tirées des résultats de ces travaux :

1. Les composants des BAP formulés sont dans les gammes typiques des constituants des BAP proposées par RILEM et EFNARC ;
2. Les critères d'acceptation des BAP recommandés par EFNARC sont convenablement remplis par les différents BAP formulés et les MAP des étalements compris entre 275 et 335 mm, peuvent produire des BAP avec des étalements entre 550 et 850 mm, suggérés par la norme européenne NF EN 206-9 ;
3. Une bonne relation existe entre les étalements des MAP et ceux des BAP y afférents. Les étalements des MAP inférieurs à 300 mm ont des étalements des BAP supérieurs et le niveau du taux du MK n'a aucun effet sur l'ouvrabilité des BAP ;
4. L'élévation du taux du MK augmente la viscosité plastique du mortier, sans avoir recouru à un agent de viscosité et diminue également le seuil de cisaillement du mortier qui est donc nécessaire à la fluidité des mélanges.
5. Du fait de son effet sur la rhéologie (augmentation de la viscosité), le MK tend à limiter les risques de ressuage et de ségrégation [31] ;
6. La fluidité des mélanges est relativement constante (étalement est de 750 ± 20 mm), c'est-à-dire à seuil constant et le temps d'écoulement a la tendance à augmenter (béton plus visqueux) ce qui effectivement rend le béton plus stable ;
7. Des meilleures propriétés du BAP à base du MK à l'état frais sont obtenues (augmentations simultanées de la capacité de remplissage, de la capacité de passage et de la résistance à la ségrégation), synonymes d'un béton plus stable qui peut être destiné aux applications verticales et aux structures trop ferrillées ;
8. Les résistances mécaniques du BAP en présence du MK sont faibles au court terme et élevées à long terme, en particulier, aux taux de substitution élevés en MK ;
9. Le MK peut être utilisé dans des BAP destinés à la réparation d'ouvrage mais surtout à la préfabrication de produits, malgré son caractère pouzzolanique tardif ;
10. L'incorporation du MK améliore le module d'élasticité dynamique et réduit la porosité et l'absorption capillaire des mélanges.

**CONCLUSION GÉNÉRALE
ET RECOMMANDATIONS**

CONCLUSION GENERALE ET RECOMMANDATIONS

1. Conclusion générale

L'étude menée a permis en premier lieu de conclure que l'approche japonaise proposée par OKAMURA et désignée par « la méthode générale » pouvait être utilisée dans la formulation des BAP, sans agent de viscosité, à la fois avec l'utilisation des matériaux locaux et avec quelques modifications concernant notamment l'optimisation de la teneur en sable, en eau et en SP. Il s'agissait, au début de fixer tous les paramètres afin de pouvoir étudier l'effet du MK sur les propriétés des BAP aux deux états, frais et durci.

Des différents essais effectués, les conclusions suivantes peuvent être dressées :

- ❑ Un sable alluvionnaire, d'une majorité d'éléments fins à très fins, peut être employé dans la composition des BAP, en ajustant le rapport G/S à la hausse ;
- ❑ Le kaolin KT2 est un kaolin primaire à qualité moyenne, de teneur élevée en illite et convenant pour la fabrication des additions pouzzolaniques ;
- ❑ Le MK produit est un métakaolin impur, à fer structurel, caractérisé par une population de grandes plaquettes et une réactivité à court terme moindre ;
- ❑ Le MK produit est un métakaolin de type B, présentant une activité pouzzolanique moyenne, d'une grande finesse et d'une demande en eau élevée. Il peut avoir une désignation normalisée comme suit : « Métakaolin (NF P 18-513) – B – F_H – W_H » ;
- ❑ Le comportement rhéologique du MAP résultant de référence, démontre que les BAP à très satisfaisante rétention d'ouvrabilité, peuvent être formulés avec le ciment PLC à durcissement rapide ;
- ❑ La demande en eau augmente progressivement avec l'augmentation de la teneur en MK à population de grandes plaquettes, et devient plus prononcée à des teneurs élevées ;

- ❑ A ouvrabilité constante, lorsque le pourcentage du MK dans les mélanges passe de 0% à 25%, le besoin en SP augmente d'environ 82%. En outre, le dosage en SP est directement proportionnel au dosage du MK ;
- ❑ Des BAP en ciment PLC contenant jusqu'à 25% de MK peuvent être facilement développés ;
- ❑ L'emploi du MK diminue le seuil de cisaillement et augmente la viscosité plastique et le MAP du 25MK a un comportement rhéologique des BHP (fluide et visqueux) ;
- ❑ Le seuil de cisaillement et l'étalement du 25MK présentent des valeurs plus faibles, ce qui indique que le MAP du 25MK est relativement plus stable que les autres MAP ;
- ❑ L'élévation du taux du MK produit une augmentation dans le temps nécessaire pour atteindre le pic de température maximale. Ceci indique l'existence d'une retardation de la réaction d'hydratation en présence du MK ;
- ❑ Les MAP des étalements compris entre 275 et 335 mm, peuvent produire des BAP avec des étalements compris entre 550 et 850 mm, suggérés par la norme européenne NF EN 206-9 ;
- ❑ Une bonne relation existe entre les étalements des MAP et ceux des BAP y afférents. Les étalements des MAP inférieurs à 300 mm ont des étalements des BAP supérieurs et le niveau du taux de substitution par du MK n'a aucun effet sur l'ouvrabilité des BAP ;
- ❑ Des augmentations simultanées de la capacité de remplissage, de la capacité de passage et de la résistance à la ségrégation du BAP à base du MK, synonymes d'un béton plus stable qui peut être destiné aux applications verticales et aux structures trop ferrillées ;
- ❑ Les résistances mécaniques du BAP en présence du MK sont faibles au court terme et élevées à long terme, en particulier, aux taux de substitution élevés en MK ;
- ❑ Le MK peut être utilisé dans des BAP destinés à la réparation d'ouvrages mais surtout à la préfabrication des produits, malgré son caractère pouzzolanique tardif ;
- ❑ L'incorporation du MK améliore le module d'élasticité dynamique et réduit la porosité et l'absorption capillaire des mélanges.

Enfin, en réponse aux questions de l'objectif de ce présent travail, on peut conclure qu'on peut produire un BAP de son MAP, qui peut être performant avec un comportement rhéologique des BHP en présence d'un MK à activité pouzzolanique moyenne et peut être considéré comme un béton à faible impact environnemental, par l'emploi à la fois d'un ciment PLC et d'un ajout minéral MK, qui sont produits avec des faibles émissions du gaz à effet de serre (type CO₂). Toutefois, pour enrichir ces travaux de recherche, des recommandations doivent être mise en perspectives.

2. Recommandations

Les travaux dans le cadre de cette thèse ont été limités à l'étude de l'effet du MK sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et certaines propriétés physiques de durabilité des BAP. Par conséquent, nous recommandons, pour des futurs travaux, ce qui suit :

- Valoriser le MK algérien, comme addition à activité pouzzolanique élevée, par élimination des phases kaoliniques à fer structural ;
- Etudier la relation existante entre les MAP et leurs BAP y afférents ;
- Etudier la rétention d'ouvrabilité des BAP en présence du MK ;
- Etudier les cas d'emploi du MK avec un taux supérieur à 25% et du SP au-delà de 2% ;
- Etudier le cout du BAP à base des éco-matériaux (PLC – MK), étant donné que le MK améliore la viscosité et est en grande partie proportionnel à la quantité élevée en SP ;
- Elargir l'étude aux autres propriétés du BAP à l'état durci telles que :
 - Les déformations différées : le retrait et le fluage ;
 - La porosité à mercure ;
 - Les perméabilités à l'eau, aux gaz et aux ions chlore ;
 - Les résistances aux attaques chimiques et aux cycles de gel-dégel.

RÉFÉRENCES

REFERENCES

- [1] Norme Française NF P 18-513, Mars 2010, “Métakaolin, Addition Pouzzolanique pour Bétons – Définitions, Spécifications, Critères de Conformité”, Éditions AFNOR, (2010).
- [2] Neville Adam M., “Propriétés des Bétons”, Traduction CRIB, Sherbrooke, Canada, Editions Eyrolles, Paris, (2000), pp. 86 – 725.
- [3] Aïtcin, P.-C., “Bétons Haute Performance”, Editions Eyrolles, Paris, 2001.
- [4] Tagnit Hamou A., et Nkinamubanzi, C., “Les Ajouts Cimentaires et le Développement Durable ”, Info CETIM / CDI, N° 08, (Oct. 2002), [en ligne], (2007), Disponible sur : [http:// www.cetim-dz.com/bul/bulletin%2008.pdf](http://www.cetim-dz.com/bul/bulletin%2008.pdf), (consulté en 2007).
- [5] Norme Européenne NF EN 206-1, Fév. 2002, “Béton – Partie 1 : Spécification Performances, Production et Conformité”, Éditions AFNOR, Paris, 2002.
- [6] Ghernouti, Y., “ Effets des Ajouts Cimentaires Ultrafins sur les Propriétés Physico – Mécaniques et la Durabilité des Bétons”, Mémoire de Magister en Génie des Matériaux, Université de Boumerdes, (2002).
- [7] Merghoub, M., “Etude Physico – Mécanique et Durabilité du Mortier de Ciment au Calcaire”, Mémoire de Magister en Génie Civil, Université Amar Telidji Laghouat, (2005).
- [8] Baron, J. et Ollivier, J.-P., “Les Bétons, Bases et Données pour leur Formulation”, Éditions Eyrolles, 2ème Tirage, Paris, 1997, pp. 47 – 367.
- [9] “Guide Pratique : Concevoir et Mettre en Œuvre des Bétons Durables”, Une Publication de Holcim (Belgique) S.A., (2007), [en ligne], (2011), Disponible sur : [http:// www.holcim.be/holcimcms/uploads/BE/Holcim-Guide-Pratique-Be.pdf](http://www.holcim.be/holcimcms/uploads/BE/Holcim-Guide-Pratique-Be.pdf) , (consulté en 2011).
- [10] Amouri, C., “Contribution à l’Etude de l’Influence des Différents Ajouts sur les Propriétés des Matrices Cimentaires (Caractérisation, Performances, Durabilité) ”, Thèse de Doctorat en Sciences, Université Mentouri Constantine, (2009), 158 p.
- [11] Hyvert, N., “Application de l’Approche Probabiliste à la Durabilité des Produits Préfabriqués en Béton”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université Paul Sabatier Toulouse III, (2009).

- [12] Nicolas, E., “Compatibilités et Incompatibilités – Liants Cimentaires / Superplastifiants”, Thèse de Doctorat en Chimie du Solide de l’Université de Henri Poincaré et en Sciences de l’Ingénieur de l’Université du Luxembourg, Luxembourg, (2010), 208 p.
- [13] Bich, C., “Contribution à l’Étude de l’Activation Thermique du Kaolin : Evolution de la Structure Cristallographie et Activité Pouzzolanique”, Thèse Doctorale en Génie Civil – INSA Lyon, (2005), 264 p.
- [14] Camps, G., “Etude des Interactions Chemo – Mécaniques pour la Simulation du Cycle de Vie d’un Élément de Stockage en Béton”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université Paul Sabatier Toulouse III, (2008).
- [15] Perlot, C., “Influence de la Décalcification de Matériaux Cimentaires sur les Propriétés de Transfert : Application au Stockage Profond de Déchets Radioactifs”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université Paul Sabatier de Toulouse, (2005).
- [16] Norme Européenne NF EN 197–1, Avril 2012, “Ciment – Partie 1 : Composition, Spécifications et Critères de Conformité des Ciments Courants”, Éditions AFNOR, Paris, (2012).
- [17] Idir, R., “Mécanismes d’Action des Fines et des Granulats de Verre sur la Réaction Alkali-silice et la Réaction Pouzzolanique”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, INSA de Toulouse, (2009).
- [18] Millrath, K., “Modifying Concrete Matrices with Beneficiated Dredged Material or Other Clayey Constituents”, Ph. D. Thesis, Columbia University, (2003).
- [19] Oueslati, O., “Durabilité des Matériaux Cimentaires Soumis aux Acides Organiques – Résistance Chimique, Mécanique et de Corrosion”, Thèse de Doctorat en Sciences de la Terre, Université de Laval, Québec, (2011), 372 p.
- [20] Tremblay, S., “Méthodes de Formulation de Bétons Compactés au Rouleau et Effet des Agents Entraîneur d’Air sur la Maniabilité”, Mémoire de Maître Es Sciences (M.Sc.) en Génie Civil, Université Laval, (1997).
- [21] WITHEMUD, “MK101”, WITHEMUD Ressources INC., [en ligne], (2010), Disponible sur : [http://www.whitemudresources.com/dmdocuments/MK%20101%20\(FR\).pdf](http://www.whitemudresources.com/dmdocuments/MK%20101%20(FR).pdf), (consulté en 2010).
- [22] Aklouche, N., “Préparation et Etude des Composés Cordiérite et Anorthite”, Thèse de Doctorat en Sciences, Université Mentouri Constantine, (2009).
- [23] Bouzidi, N., “Influence des Impuretés des Kaolins sur les Propriétés des Produits de Cuisson”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l’Université de Bejaia – Algérie et l’École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne – France, Bejaia, (2012), 135 p.

- [24] Huat, O.C., “Performance of Concrete Containing Metakaolin as Cement Replacement Material”, Master of Engineering (Civil – Structure), Universiti Teknologi Malaysia, (2006), 103 p.
- [25] Soro, N.S., “Influence des Ions Fer sur les Transformations Thermiques de la Kaolinite”, Thèse doctorale, Université de Limoges, (2003), 176 p.
- [26] Koneshloo, M., “Caractérisation, Estimation et Valorisation de Gisements d'Argiles Kaoliniques du Bassin des Charentes”, Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2007), 334 p.
- [27] Kurtis, K., “Metakaolin”, Lauren McCormick, CEE 8813 – Material Science of Concrete, 2007, [en ligne], 2010, Disponible sur : <http://www.people.ce.getech.edu> , (consulté en 2010).
- [28] Zibouche, F., “Phénomènes Physico – Chimiques Liés aux Transformations des Kaolins”, Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Université de Boumerdès, (2009), 215 p.
- [29] Garcia-Diaz, E., “Réactivité Pouzzolanique des Métakaolins : Corrélations avec les Caractéristiques Minéralo-Gitologiques des Kaolinites”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne et l'Institut National Polytechnique de Grenoble, Alès, (1995), 250 p.
- [30] Gridi-Bennadji, F., “ Matériaux de Mullite à Microstructure Organisée Composés d'Assemblages Muscovite – Kaolinite”, Thèse de Doctorat de l'Université de Limoges, (2007), 181 p.
- [31] Perlot, C. et Rougeau, P., “Intérêt des Métakaolins dans les Bétons – Monographie”, Les Éditions du CERIB, Épernon, France, (2007).
- [32] Rebiai, L., “Etude Thermodynamique de Matériaux Frittés à Base du Kaolin Tamazert”, Mémoire de Magister en Sciences des Matériaux, Université Mentouri Constantine, (2006), 147 p.
- [33] Esharghawi, A., “Elaboration de Matériaux Poreux à Base de Mullite par Procédé SHS”, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, (2009), 109 p.
- [34] Rashad, A.M., “Metakaolin as Cementitious Material: History, Scours, Production and Composition – A Comprehensive Overview”, Construction and Building Materials, V. 41, (2013), 303 – 318.
- [35] Koumtoudji, N., “Transformations Thermiques, Organisation Structurale et Frittage des Composés Kaolinite-Muscovite”, Thèse doctorale, Université de Limoges, (2004), 214 p.
- [36] Boudchicha, M.R., “Etude de la Cristallisation et des Propriétés Mécaniques et Diélectriques de Céramiques Préparés à Partir de Kaolin – Dolomite”, Thèse Doctorale en Physique des Matériaux, Université El-Hadj Lakhder Batna, (2010), 155 p.

- [37] Wetshondo Osomba, D., “Caractérisation et Valorisation des Matériaux Argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo)”, Thèse de Doctorat en Sciences de l’Ingénieur, Université de Liège, (2012), 341 p.
- [38] Gámiz, E., Melgosab, M., Sánchez-Marañón, M., Martín-Garcíad, J.M. et Delgado, R., “Relationships between Chémico-Mineralogical Composition and Color Properties in Selected Natural and Calcined Spanish Kaolins”, *Applied Clay Science*, V. 28, (2005), 269 – 282.
- [39] Colin, J.-P., “Dictionnaire des Difficultés du Français”, Éditions Le Robert, Les Usuels du Robert, Paris, (1980), 858 p.
- [40] PowerPozz™ High Reactivity Metakaolin (HRM) : Engineered Mineral Admixture for Use with Portland Cement, “Metakaolin Description”, Advanced Cement Technologies, LLC, [en ligne], (2011), Disponible sur : <http://www.bigfreshcontrol.com/.../MetakaolinDescripti...>, (consulté en Oct. 2011).
- [41] Norme Française NF P 18–513, Août 2012, “Additions pour Béton Hydraulique, Métakaolin – Spécifications et Critères de Conformité”, Éditions AFNOR, (2012).
- [42] AGS, “ARGICAL – M 1200S”, AGS Minéraux – Une Société du Groupe IMERYS, 2008, [en ligne], (2010), Disponible sur : http://www.oilfieldminerals.imerys.com/Library/PDS/AGS_Argical-1200S.pdf, (consulté en 2010).
- [43] Deteuf, C. et Tardy, J.-P., “Connaissances Fondamentales – les Métakaolins”, AGS – Imerys – Laboratoire de la Matière, 2009, [en ligne], (2010), Disponible sur : <http://betons-lemagazine.fr/documents/BLM24-p55-Labo-Metakaolins.pdf>, (consulté en 2010).
- [44] Saidat, F., “Activation Chimique du Métakaolin dans une Matrice Cimentaire”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Toulouse III, (2013), 209 p.
- [45] Justice, J.M., “Evaluation of Metakaolins for Use as Supplementary Cementitious Materials” Master of Science Thesis, Georgia Institute of Technology, (April 2005), 149 p.
- [46] Cassagnabere, F., “Produits Préfabriqués en Béton File : Vers l’Amélioration des Performances du Matériau pour Mieux Gérer le Procédé de Production”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Toulouse III, (2007), 297 p.
- [47] Tafraoui, A., “Contribution à la Valorisation de Sable de Dune de l’Erg Occidental (Algérie)”, Thèse doctorale en Génie Civil – INSA Toulouse, (2009), 231 p.
- [48] Poon, C.-S., Lam, L., Kou, S.C., Wong, Y.-L. and Wong, R., “Rate of Pozzolanic Reaction of Metakaolin in High-Performance Cement Pastes”, *Cement and Concrete Research*, V. 31, (2001), 1301 – 1306.

- [49] Sabir, B.B., Wild, S. et Bai, J., “Metakaolin and Calcined Clays as Pozzolans for Concrete: a Review”, *Cement and Concrete Composites*, V. 23, (2001), 441 – 454.
- [50] Said-Mansour, M., Kadri, E.H., Kenai, S., Ghrici, M. and Bennacer, R., “Influence of Calcined Kaolin on Mortar Properties”, *Construction and Building Materials*, V. 25, (2011), 2275 – 2282.
- [51] Cyr, M. et Escadeillas, G., “Normalisation du Métakaolin : Pourquoi, Comment ?”, *XXIXème Rencontres Universitaires de Génie Civil*, Tlemcen, Algérie, (Mai 2011), 138 – 147.
- [52] Bourlon, A., “Physico – Chimie et Rhéologie de Géopolymères Frais pour la Cimentation des Puits Pétroliers”, Thèse de Doctorat de l’Université Pierre et Marie Curie, (2010), 203 p.
- [53] Bohac, M., Palou, M., Novotny, R., Masilko, J., Všiansky, D. et Stanek, T., “Investigation on Early Hydration of Ternary Portland Cement-Blast-Furnace Slag–Metakaolin Blends”, *Construction and Building Materials*, V. 64, (2014), 333 – 341.
- [54] San Nicolas, R., “Approche Performantielle des Bétons avec Métakaolins Obtenus par Calcination Flash”, Thèse doctorale de l’université de Toulouse III – Paul Sabatier, Toulouse, (2011), 340 p.
- [55] Delair, S., “Etude de l’Atténuation des Efflorescences sur les Matériaux Cimentaires au Moyen de Produits Pouzzolaniques”, Thèse de Doctorat de l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, (2008), 318 p.
- [56] Sedran, T., “Rhéologie et Rhéométrie des Bétons. Application aux Bétons Autonivelants”, Thèse doctorale de l’école nationale des ponts et chaussées, Paris, (1999), 224 p.
- [57] Okamura, H. et Ouchi, M., “Self-Compacting Concrete”, *Journal of advanced Concrete Technology*, Japan Concrete Institute, V. 1, n°1, (April 2003), 5–15.
- [58] Okamura, H., Ozawa, K. et Ouchi, M., “Self-Compacting Concrete”, *Structural Concrete*, V. 1, n°1, (March 2000), 3–17.
- [59] Assié, S., “Durabilité des Bétons Autoplaçants”, Thèse de Doctorat, INSA Toulouse, (2004), 254 p.
- [60] Norme Européenne NF EN 206–9, Juin 2010, “Béton – Partie 9 : Règles Complémentaires pour le Béton Auto-plaçant”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [61] EFNARC, “Specification and Guidelines for Self-Compacting Concrete”, Norfolk (UK), European federation for specialist construction chemicals and concrete systems, (2002) [English ed.].

- [62] Phan, T.-H., “Rhéologie et Stabilité des Pâtes de Ciments Utilisées dans la Formulation des Bétons Fluides”, Thèse doctorale de l’école normale supérieure de Cachan, (2007), 187 p.
- [63] Turcry, P., “Retrait et Fissuration des Betons Autoplaçants – Influence de la Formulation”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l’Ecole Centrale de Nantes et l’Université de Nantes, Ecole Centrale de Nantes, (2004), 230 p.
- [64] Association Française de Génie Civil (AFGC), “Recommandations pour l’Emploi des Bétons Autoplaçants”, Documents Scientifiques et Techniques, Paris, (Janvier 2008), 64 p.
- [65] Bethmont, S., “Mécanismes de Ségrégation dans les Bétons Autoplaçants (BAP) : Etude Expérimentale des Interactions Granulaires”, Thèse Doctorale en Structures et Matériaux, l’Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, (2005), 166 p.
- [66] Safiuddin, Md., “Development of Self-Consolidating High Performance Concrete Incorporating Rice Husk Ash”, PhD thesis, University of Waterloo, Ontario, Canada, (2008), 359 p.
- [67] Diederich, P., “Contribution à l’Etude de l’Influence des Propriétés des Fillers Calcaires sur le Comportement Autoplaçant du Béton”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Toulouse III, (2010), 253 p.
- [68] Norme Européenne NF EN 934-2+A1, Août 2012, “Adjuvants pour Béton, Mortier et Coulis – Partie 2 : Adjuvants pour Béton – Définitions, Exigences, Conformité, Marquage et Etiquetage”, Éditions AFNOR, Paris, (2012).
- [69] Mohamed, M.A.S., “Influence de la Valorisation des Microfibres Végétales sur la Formulation et la Résistance aux Cycles de Gel–Dégel de BAP”, Thèse de Doctorat de l’Université de Cergy – Pontoise, Neuville sur Oise, (2011), 272 p.
- [70] Fares, H., “Propriétés Mécaniques et Physico–Chimiques de Bétons Autoplaçants Exposés à une Température Elevée”, Thèse de Doctorat, Université de Cergy–Pontoise, (2009), 206 p.
- [71] Boukendakdji, O., “Etude de l’Influence des Paramètres de Formulation sur les Propriétés d’un Béton Autoplaçant : Optimisation des Conditions Opératoires”, Thèse de Doctorat d’Etat, Université Saad Dahleb de Blida, (2010), 198 p.
- [72] Lacombe, P., “Rhéologie et Durabilité au Gel des Bétons Autonivelants”, Mémoire de Maître ès Sciences de l’Université de Laval, Canada, (1997).
- [73] Jin, J., “Properties of Mortar for Self-Compacting Concrete” PhD thesis, University College London, (January 2002), 398 p.

- [74] Khaleel, O.R. et Abdul Razak, H., “Mix Design Method for Self-Compacting metakaolin Concrete with Different Properties of Coarse Aggregate”, *Materials and Design*, V. 53, (2014), 691 – 700.
- [75] Khaleel, O.R., Al-Mishhadani, S.A. et Abdul Razak, H., “The Effect of Coarse Aggregate on Fresh and Hardened Properties of Self-Compacting Concrete (SCC)”, *Procedia Engineering*, V. 14, (2011), 805–813.
- [76] Chai, H-W, “Design and Testing of Self-Compacting Concrete” PhD thesis, University of London, (April 1998), 314 p.
- [77] Domone, P.L., “A Review of the Hardened Mechanical Properties of Self-Compacting Concrete”, *Cement & Concrete Composites*, V. 29, (2007), 1 – 12.
- [78] El Barrak, M., “Contribution à l’Etude de l’Aptitude à l’Ecoulement des Bétons Autoplaçants à l’Etat Frais”, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Toulouse III, (2005), 232 p.
- [79] Koehler, E.P., “Aggregates in Self-Consolidating Concrete”, Thèse de doctorat, The University of Texas at Austin, 2007.
- [80] RILEM Report 23, “Self-Compacting Concrete – State-of-the-Art report of RILEM Technical Committee 174-SCC”, by RILEM publications, (2000), 154 p.
- [81] Dreux, G. et Festa, J., “Nouveau Guide du Béton et de ses Constituants”, Éditions Eyrolles, 8ème Edition, 3ème Tirage, Paris, 2007, pp. 25 – 31.
- [82] EFNARC, “European Guidelines for Self-Compacting Concrete: Specification, Production and Use”, Self-compacting Concrete European Project Group, (2005).
- [83] Haddad, O., “Contribution au Développement d’Outils d’Aide à la Formulation des BAP relatifs à la Rhéologie à l’Etat Frais et à la Résistance au Jeune Age”, Thèse de Doctorat, Université de Cergy–Pontoise, France, (2007), 249 p.
- [84] Bensebti, S.-E., “Formulation et Propriétés des Bétons Autoplaçants à Base de Matériaux Locaux”, Thèse de Doctorat en Sciences, Université Mentouri de Constantine, (2008), 157 p.
- [85] Mechaymech, A., “Optimisation et Performance de Bétons Autoplaçants Economiques à base de Différentes Combinaisons d’Adjuvants et de Liants Composés”, Mémoire de Maître ès Sciences appliquées de l’Université Sherbrooke, Canada, (2005), 193 p.
- [86] Domone, P., “Mortar Tests for Self-Consolidating Concrete – Simple Evaluation of Materials and Mixture Proportions”, A contribution from ACI Committee 236, *Concrete International*, (April 2006), 39 – 45.

- [87] Oucief, H., “Les Bétons Autoplaçants à Fibrage Mixte : leur Réponse Mécanique et Bases de leur Optimisation”, Thèse de doctorat d'état de l'Université Badji Mokhtar Annaba, (2006), 172 p.
- [88] Hu, C., “Rhéologie des Bétons Fluides”, Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, (1995), 206 p.
- [89] Domone, P. et Jin, J., “Properties of Mortar for Self-Compacting Concrete”, PRO 7: 1st International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Stockholm, Sweden, (September 1999), 109 – 120.
- [90] Adjoudj, M., “Effet des Additions Minérales et Organiques sur le Comportement Rhéologique du Béton”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l'Université de Hassiba Benbouali Chlef – Algérie et l'Université de Cergy-Pontoise – France, Chlef, (2015), 162 p.
- [91] Cyr, M., “Contribution à la Caractérisation des Fines Minérales et à la Compréhension de leur Rôle Joué dans le Comportement Rhéologique des Matrices Cimentaires”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l'INSA de Toulouse – France et l'Université de Sherbrooke – Canada, Toulouse, (1999), 273 p.
- [92] Helnan-Moussa, B., “Influence de la Température sur la Thixotropie des Bétons Autoplaçants”, Thèse de Doctorat, Université d'Artois, France, (2009), 273 p.
- [93] Soualhi, H., “Optimisation de la Viscosité des Bétons à Faible Impact Environnemental”, Thèse doctorale, Université de Cergy-Pontoise, France, (2014), 166 p.
- [94] Andriamanantsilavo, N.R., “Comportement des Matériaux Cimentaires dans un Coffrage : Expérimentation, Modélisation et Simulation de la Poussée et du Processus de Maturation”, Thèse de Doctorat de l'Université de Bretagne Sud, France, (2003), 140 p.
- [95] Jarny, S., “Thixotropie des Pâtes Cimentaires” Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, (2004), 243 p.
- [96] Luu, T.K., “Approche par Changement d'Echelle des Caractéristiques Rhéologiques d'une Suspension de Particules dans un Fluide à Seuil.” Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, (2009).
- [97] Chouinard, B., “Etude des Relations entre la Rhéologie du Béton et sa Pompabilité”, Mémoire de Maître ès Sciences de l'Université de Laval, Canada, (1999), 228 p.
- [98] El-Hilali, A., “Etude Expérimentale de la Rhéologie et du Comportement des Bétons Autoplaçants (BAP) : Influence des Fines Calcaires et des Fibres Végétales”, Thèse de Doctorat, Université de Cergy-Pontoise, (2009), 200 p.

- [99] Ferraris, C.F., et de Larrard F., “Testing and Modelling of Fresh Concrete Rheology”, NISTIR 6094, NIST, (February 1998), 71 p.
- [100] de Larrard, F., Ferraris, C.F. et Sedran, T., “Fresh Concrete: A Herschel-Bulkley Material”, *Materials and Structures*, V. 31, (August-September 1998), 494 – 498.
- [101] de Larrard, F., “Structures Granulaires et Formulation des Bétons”, Traduit de l’Anglais par Lecomte, A., *Etudes et Recherches de LPC, Série « ouvrages d’art »*, N° 34, (2000), 414 p.
- [102] Feys, D., Verhoeven, R. et De Schutter, G., “Fresh Self Compacting Concrete, a Shear Thickening Material”, *Cement and Concrete Research*, V. 38, (2008), 920 – 929.
- [103] Yahia, A. et Khayat, K.H., “Analytical Models for Estimating Yield Stress of High-Performance Pseudoplastic Grout”, *Cement and Concrete Research*, V. 31, (2001), 731 – 738.
- [104] Banfill, P.F.G., “The Rheology of Fresh Cement and Concrete – A Review”, *Proceeding 11th International Cement Chemistry Congress*, Durban, (May 2003).
- [105] Gibbs, J.C. et Zhu, W., “Strength of Hardened Self-Compacting Concrete”, *Proceedings of First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete (PRO 7)*, Stockholm, Suède, (13-15 Septembre 1999), 199 – 209.
- [106] Koliass, S. et Georgiou, C., “The Effect of Paste Volume and of Water Content on the Strength and Water Absorption of Concrete”, *Cement & Concrete Composites*, V. 27, (2005), 211–216.
- [107] Felekoğlu, B., Türkel, S. et Baradan, B., “Effect of Water/Cement Ratio on the Fresh and Hardened Properties of Self-Compacting Concrete”, *Building and Environment*, V. 42, (2007), 1795 – 1802.
- [108] Norme Française NF P 18-459, Mars 2010, “Essai pour Béton Durci – Essai de Porosité et de Masse Volumique”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [109] Zhu, W., Quinn, J. et Bartos, P.J.M., “Aspects of Durability of Self Compacting Concrete”, *9th International Conference on Durability of Building Materials and Components*, Rotterdam, Netherlands, (2002), 731 – 738.
- [110] M.E.M., “Le Kaolin”, Ministère de l’Energie et des Mines, Algérie, [en ligne], (2014), Disponible sur : <http://www.mem-algeria.org/francais/index.php?page=le-kaolin>, (consulté en 2014).
- [111] “Bilan des Activités Minières – Année 2009”, Ministère de l’Energie et des Mines – Direction Générale des Mines, Édition 2010, Alger, 104 p.

- [112] SOALKA, [en ligne], (2013), Disponible sur : <http://www.soalka.com>, (consulté en 2013).
- [113] Norme Française XP P 18–303, Août 1999, “Eau de Gâchage pour Béton”, Éditions AFNOR, Paris, (1999).
- [114] Norme Européenne NF EN 1008, Juill. 2003, “Eau de Gâchage pour Bétons – Spécifications d’Échantillonnage, d’Essai et d’Évaluation de l’Aptitude à l’Emploi, y Compris les Eaux des Processus de l’Industrie du Béton, telle que l’Eau de Gâchage pour Béton”, Éditions AFNOR, Paris, (2003).
- [115] Ilić, B., Radonjanin, V., Malešev, M., Zdujić, M. et Mitrović, A., “Effects of Mechanical and Thermal Activation on Pozzolanic Activity of Kaolin Containing Mica”, *Applied Clay Science*, V. 123, (2016), 173 – 181.
- [116] Aras, A., Albayrak, M., Arikan, M. et Sobolev, K., “Evaluation of Selected Kaolins as a Raw Material for the Turkish Cement and Concrete Industry”, *Clay Miner*, V. 42, (2007), 233 – 244.
- [117] Vizcayno, C., de Gutiérrez, R.M., Castello, R., Rodriguez, E. et Guerrero, C.E., “Pozzolan Obtained by Mechanochemical and Thermal Treatments of Kaolin”, *Applied Clay Science*, V. 49, (2010), 405 – 413.
- [118] Fabbri, B., Gualtieri, S. et Leonardi, C., “Modifications Induced by the Thermal Treatment of Kaolin and Determination of Reactivity of Métakaolin”, *Applied Clay Science*, V. 73, (2013), 2 – 10.
- [119] Souri, A., Golestani-Fard, F., Naghizadeh, R. et Veisheh, S., “An Investigation on Pozzolanic Activity of Iranian Kaolins Obtained by Thermal Treatment”, *Applied Clay Science*, V. 103, (2015), 34 – 39.
- [120] Lietard, O., “Contribution à l’Etude des Propriétés Physico–Chimiques, Cristallographiques et Morphologiques des Kaolins”, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de de Lorraine, (1977).
- [121] Bich, Ch., Ambroise, J. et Péra, J., “Influence of Degree of Dehydroxylation on the Pozzolanic Activity of Metakaolin”, *Applied Clay Science*, V. 44, (2009), 194 – 200.
- [122] Tironi, A., Trezza, M.A., Irassar, E.F. et Scian, A.N., “Thermal Treatment of Kaolin: Effect on the Pozzolanic Activity”, *Procedia Materials Science*, V. 1, (2012), 343 – 350.
- [123] Boussak, H., “Effet de la Température sur les Performances des Céramiques Contenant la Bentonite de Maghnia”, Thèse de Doctorat en Génie des Procédés, Université M’hamed Bougara Boumerdès, (2015), 175 p.
- [124] Galan, E., Aparicio, P., Miras, A., Michailidis, K. et Tsirambides, A., “Technical Properties of Compounded Kaolin Sample from Griva (Macedonia, Greece)”, *Applied Clay Science*, V. 10, (1996), 477 – 490.

- [125] Galan, E., Aparicio, P., Gonzalez, I. et Miras, A., “Contribution of Multivariate Analysis to the Correlation of Some Properties of Kaolin with its Mineralogical and Chemical Composition”, *Clay Minerals*, V. 33, (1998), 65 – 75.
- [126] Maynard, R.N., Millman, N. et Iannicelli, J., “A Method for Removing Titanium Dioxide Impurities from Kaolin”, *Clays and Clay Minerals*, V. 17, (1969), 59 – 62.
- [127] Balaguer Pascual, A., “Elaboration de Nouveaux Liants Minéraux pour la Formulation de Bétons Ecologiques et Durables”, *Mémoire de Maîtrise en Génie Civil, Université de Sherbrooke*, (2014), 158 p.
- [128] Sonebi, M., Lachemi, M. et Hossain, K.M.A., “Optimisation of Rheological Parameters and Mechanical Properties of Superplasticised Cement Grouts Containing Metakaolin and Viscosity Modifying Admixture”, *Construction and Building Materials*, V. 38, (2013), 126 – 138.
- [129] Shafiq, N., Nuruddin, M.F., Khan, S.U. et Ayub, T., “Calcined Kaolin as Cement Replacing Material and its Use in High Strength Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 81, (2015), 313 – 323.
- [130] Ambroise, A., Maximilien, S. et Pera, J., “Properties of Métakaolin Blended Cements”, *Advn Cem Bas Mater*, V. 1, (1994), 161–168.
- [131] Kengne, E., “Effets de l’Ajout de la Bauxite et de la Coquille d’Huitre sur les Propriétés de Ciments Géopolymères à Base de Métakaolin”, *Mémoire de Master en Chimie, Université de Yaoundé I, Cameroun*, (2013), 82 p.
- [132] Souri, A., Kazemi-Kamyab, H., Snellings, R., Naghizadeh, R. et Golestani-Fard, F., “Pozzolanic Activity of Mechanochemically and thermally activated Kaolins in Cement” *Cement and Concrete Research*, V. 77, (2015), 47 – 59.
- [133] Badogiannis, E., Kakali, G., Dimopoulou, G., Chaniotakis, E. et Tsvivilis, S., “Metakaolin as a Main Cement Constituent. Exploitation of Poor Greek Kaolins”, *Cement & Concrete Composites*, V. 27, (2005), 197 – 203.
- [134] Siddique, R. et Klaus, J., “Influence of Metakaolin on the Properties of Mortar and Concrete: A Review”, *Applied Clay Science*, V. 43, (2009), 392 – 400.
- [135] Mounanga, P., “Etude Expérimentale du Comportement de Pâtes de Ciment au Très Jeune Age : Hydratation, Retraits, Propriétés Thermophysiques”, *Thèse de Doctorat en Génie Civil, Université de Nantes*, (2003), 245 p.
- [136] Hassan, A.A.A., Ismail, M.K. et Mayo, J., “Mechanical Properties of Self-Consolidating Concrete Containing Lightweight Recycled Aggregate in Different Mixture Compositions”, *Journal of Building Engineering*, V. 4, (2015), 113–126.

- [137] Turk, K., “Viscosity and Hardened Properties of Self-Compacting Mortars with Binary and Ternary Cementitious Blends of Fly Ash and Silica Fume”, *Construction and Building Materials*, V. 37, (2012), 326 – 334.
- [138] Brouwers, H.J.H. et Radix, H.J., “Self-Compacting Concrete: Theoretical and Experimental Study”, *Cement and Concrete Research*, V. 35, (2005), 2116 – 2136.
- [139] Aiad, I., Abd El-Aleem, S. et El-Didamony, H., “Effect of Delaying Addition of Some Concrete Admixtures on the Rheological Properties of Cement Pastes”, *Cement and Concrete Research*, V. 32, (2002), 1839–1843.
- [140] Belaidi, A.S-E., “Contribution à l’Etude Rhéologique et Durabilité de Béton Autoplaçant : Apport des Ajouts Cimentaires Ternaires et des Fillers Locaux et Industriels”, Thèse de Doctorat en Sciences, Université Saad Dahleb de Blida, (2013), 192 p.
- [141] de Larrard, F., Cazacliu, B., Chopin, D. et Château, E., “Production of Self-Compacting Concrete”, 3rd International Symposium on Self Compacting Concrete, Reykjavik, Iceland, (2003), 481 – 494.
- [142] Nunes, S., Oliveira, P.M., Coutinho, J.S. et Figueiras, J., “Rheological Characterization of SCC Mortars and Pastes With Changes Induced by Cement delivery”, *Cement & Concrete Composites*, V. 33, (2011), 103 – 115.
- [143] Soualhi, H., Kadri, E.H., Ngo, T.T., Bouvet, A., Cussigh, F. et Kenai, S., “A Vane Rheometer for Fresh Mortar: Development and Validation”, *Applied Rheology*, V. 24, (2014), 22594.
- [144] Said Mansour, M., “Influence du Métakaolin sur le Comportement Rhéologique et Mécanique des Bétons à Hautes Performances”, Thèse de Doctorat en Cotutelle entre l’Université de Saad Dahlab Blida – Algérie et l’Université de Cergy-Pontoise – France, Blida, (2010), 163 p.
- [145] Norme Européenne NF EN 196-9, Décembre 2010, “ Méthodes d'Essais des Ciments – Partie 9 : Chaleur d'Hydratation — Méthode Semi-Adiabatique ”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [146] Norme Européenne NF EN 12350–8, Nov. 2010, “Essai pour Béton Frais – Partie 8 : Béton Auto-plaçant – Essai d’Etalement au Cône d’Abrams”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [147] De Schutter, G., “Guidelines for Testing Fresh Self-Compacting Concrete”, European Research Project: Measurement of Properties of Fresh Self-Compacting Concrete, TESTING-SCC, (September 2005), 24 p.
- [148] Ozawa, K., Sakata, N. et Okamura, H., “Evaluation of Self-Compactability of Fresh Concrete Using the Funnel Test”, *Concrete Library of JSCE*, V. 25, (June 1995), 59–75.

- [149] Norme Européenne NF EN 12350–9, Nov. 2010, “Essai pour Béton Frais – Partie 9 : Béton Auto-plaçant – Essai d’Ecoulement à l’Entonnoir en V”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [150] Liu, M., “Wider Application of Additions in Self-Compacting Concrete”, PhD thesis, University College London, (2009), 392 p.
- [151] Norme Européenne NF EN 12350–10, Nov. 2010, “Essai pour Béton Frais – Partie 10 : Béton Auto-plaçant – Essai à la Boîte en L”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [152] Norme Européenne NF EN 12350–12, Nov. 2010, “Essai pour Béton Frais – Partie 12 : Béton Auto-plaçant – Essai d’Ecoulement à l’Anneau”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [153] Fiches Techniques : Tome 2, “Les Bétons : Formulation, Fabrication et Mise en Œuvre”, Collection Technique Cimbéton, Paris, (Octobre 2006), p. 117.
- [154] Norme Européenne NF EN 12350–11, Nov. 2010, “Essai pour Béton Frais – Partie 11 : Béton Auto-plaçant – Essai de Stabilité au Tamis”, Éditions AFNOR, Paris, (2010).
- [155] Norme Européenne NF EN 12390-3, Avril 2012, “Essai pour Béton Durci – Partie 3 : Résistance à la Compression des Éprouvettes”, Éditions AFNOR, Paris, (2012).
- [156] Norme Européenne NF EN 12390-5, Avril 2012, “Essai pour Béton Durci – Partie 5 : Résistance à la Flexion sur Eprouvettes”, Éditions AFNOR, Paris, (2012).
- [157] Gorisse, F., “Essais et Contrôle des Bétons”, Éditions Eyrolles, Paris, 1978.
- [158] Norme Française P 18-418, Déc. 1989, “Béton – Auscultation Sonique, Mesure du Temps de Propagation d’Ondes Soniques dans le Béton”, Éditions AFNOR, Paris, (1989).
- [159] Norme Européenne NF EN 480-5, Janvier 2006, “Adjuvants pour Béton, Mortier et Coulis – Méthodes d’Essai – Partie 5 : Détermination de l’Absorption Capillaire”, Éditions AFNOR, Paris, 2006.
- [160] Schwartzentruber, L.D., Le Roy, R. et Cordin, J., “Rheological Behaviour of Fresh Cement Pastes Formulated from a Self Compacting Concrete (SCC)”, *Cement and Concrete Research*, V. 36, (2006), 1203 – 1213.
- [161] Carro-López, D., González-Fonteboá, B., de Brito, J., Martínez-Abella, F., González-Taboada, I. et Silva, P., “Study of the Rheology of Self-Compacting Concrete with Fine Recycled Concrete Aggregates”, *Construction and Building Materials*, V. 96, (2015), 491 – 501.

- [162] Gołaszewski, J., “Influence of Cement Properties on New Generation Superplasticizers Performance”, *Construction and Building Materials*, V. 35, (2012), 586 – 596.
- [163] Sua-iam, G., Sokrai, P. et Makul, N., “Novel Ternary Blends of Type 1 Portland Cement, Residual Rice Husk Ash, and Limestone Powder to Improve the Properties of Self-Compacting Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 125, (2016), 1028 – 1034.
- [164] Perlot, C., Rougeau, P. et Dehaut, S., “Slurry of Metakaolin Combined with Limestone Addition for Self-Compacted Concrete. Application for Precast Industry”, *Cement & Concrete Composites*, V. 44, (2013), 50–57.
- [165] Sonebi, M. et Bartos P.J.M., “Hardened SCC and its Bond with Reinforcement”, *Proceeding of First International RILEM Symposium on SelfCompacting Concrete*, Stockholm, Sweden, (1999), 275 – 289.
- [166] Madandoust, R. et Mousavi, S.Y., “Fresh and Hardened Properties of Self-Compacting Concrete Containing Metakaolin”, *Construction and Building Materials*, V. 35, (2012), 752 – 760.
- [167] Karahan, O., Hossain, K.M.A., Ozbay, E., Lachemi, M. et Sancak, E., “Effect of Metakaolin Content on the Properties Self-Consolidating Lightweight Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 31, (2012), 320–325.
- [168] ACI 238.1R-08. “Report on Measurements of Workability and Rheology of Fresh Concrete”, Reported by ACI Committee 238, Farmington Hills, USA, (2008).
- [169] Hassan, A.A.A., Lachemi, M. et Hossain, K.M.A., “Effect of Metakaolin on the Rheology of Self-Consolidating Concrete”, *Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete*, RILEM Bookseries, V. 1, (2010), 103–112.
- [170] Tsivilis, S., Chaniotakis, E., Kakali, G. et Batis, G., “An Analysis of the Properties of Portland Limestone Cements and Concrete”, *Cement & Concrete Composites*, V. 24, (2002), 371–378.
- [171] Melo, K.A. et Carneiro, A.M.P., “Effect of Metakaolin’s Finesses and Content in Self-Consolidating Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 24, (2010), 1529–1535.
- [172] Wild, S., Khatib, J.M. et Jones, A., “Relative Strength, Pozzolanic Activity and Cement Hydration in Superplasticised Metakaolin Concrete”, *Cement and Concrete Research*, V. 26, N° 10, (1996), 1537–1544.
- [173] Banfill, P. et Frias, M., “Rheology and Conduction Calorimetry of Cement Modified with Calcined Paper Sludge”, *Cement and Concrete Research*, V. 37, (2007), 184–190.

- [174] Vance, K., Kumar, A., Sant, G. et Neithalath, N., “The Rheological Properties of Ternary Binders Containing Portland Cement, Limestone, and Metakaolin or Fly Ash”, *Cement and Concrete Research*, V. 52, (2013), 196–207.
- [175] Khayat, K.H., “Workability, Testing, and Performance of Self-Consolidating Concrete”, *ACI Materials Journal*, V. 96, No. 3, (1999), 346 – 354.
- [176] Banfill, P.F.G., “Rheological Methods for Assessing the Flow Properties of Mortar and Related Materials”, *Construction and Building Materials*, V. 8, (1994), 43–50.
- [177] Ferraris, C.F., Obla, K.H. et Hill, R., “The Influence of Mineral Admixtures on the Rheology of Cement Paste and Concrete”, *Cement and Concrete Research*, V. 31, (2001), 245–255.
- [178] Yahia, A., Tanimura, M., Shimabukuro, A. et Shimoyama, Y., “Effect of Rheological Parameters on Self-Compactability of Concrete Containing Various Mineral Admixtures”, *Proceedings of the First International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Stockholm, Sweden, (1999), 523 – 535.
- [179] Jau, W.-C. et Yang, C.-T., “Development of a Modified Concrete Rheometer to Measure the Rheological Behavior of Conventional and Self-Consolidating Concretes”, *Cement & Concrete Composites*, V. 32, (2010), 450–460.
- [180] El Barrak, M., Mouret, M. et Bascoul, A., “Self-Compacting Concrete Paste Constituents: Hierarchical Classification of their Influence on flow Properties of the Paste” , *Cement & Concrete Composites*, V. 31, (2009), 12–21.
- [181] Caré, S., Linder, R., Baroghel-Bouny, V., de Larrard, F. et Charonnat, Y., “Effet des Additions Minérales sur les Propriétés d’Usage des Bétons : Plan d’Expérience et Analyse Statistique”, *Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, (Février 2000).
- [182] Kadri, E.-H., Kenai, S., Ezziane, K., Siddique, R. et De Schutter, G., “Influence of Metakaolin and Silica Fume on the Heat of Hydration and Compressive Strength Development of Mortar”, *Applied Clay Science*, V. 53, (2011), 704–708.
- [183] Bai, J. et Wild, S., “Investigation of the Temperature Change and Heat Evolution of Mortar Incorporating PFA and Metakaolin”, *Cement & Concrete Composites*, V. 24, (2002), 201–209.
- [184] Hawkins, P., Tennis, P. et Detwiler, R., “The Use of Limestone in Portland Cement: A State-of-the-Art Review”, EB227, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, (2003), 44 p.

- [185] Pinto, R.C.A. et Hover, K.C., “Superplasticizer and Silica Fume Addition Effects on Heat of Hydration of Mortar Mixtures with Low Water-Cementitious Ratio”, *ACI Materials Journal*, V. 96, (5), (1999), 600–604.
- [186] Sonebi, M., “Développement des Bétons Autonivelants à Haute Performance pour des Travaux de Réparation sous l’Eau”, Thèse de Doctorat ès Sciences Appliquées, Spécialité : Génie Civil, Université de Sherbrooke, Canada, (1997), 301 p.
- [187] Domone, P.L, Chai, H.-W. et Jin, J., “Optimum Mix Proportioning of Self-Compacting Concrete”, *Proceedings on International Conference on “Innovation in Concrete Structures: Design and Construction”*, University of Dundee, (September 1999), ed Dhir R K and Jones M R, Thomas Telford, London, pp. 277 – 285.
- [188] Uysal, M., “The influence of coarse aggregate type on mechanical properties of fly ash additive self-compacting concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 37, (2012), 533–540.
- [189] Barbhuiya, S., “Effects of Fly Ash and Dolomite Powder on the Properties of Self-Compacting Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 25, (2011), 3301–3305.
- [190] Khayat, K.H. et Assaad, J., “Air-Void Stability in Self-Consolidating Concrete”, *ACI Materials Journal*, V. 99, No. 4, (2002), 408 – 416.
- [191] Sonebi, M., Grünewald, S. et Walraven, J., “Filling Ability and Passing Ability of Self-Consolidating Concrete”, *ACI Materials Journal*, V. 104, No 2, (March/April 2007), 162 – 170.
- [192] Pade, C., “Self-Compacting Concrete: Test Methods for SCC”, Danish Technological Institute, Denmark, (2005).
- [193] Jooste, J.P., “Approaches to Mix Design and Measurement of Workability for Self-Compacting Concrete”, PhD thesis, University of the Witwatersrand, Johannesburg, (2006), 187 p.
- [194] Wüstholtz, T., “Fresh Properties of Self-Compacting Concrete (SCC)”, *Otto-Graf-Journal*, V. 14, (2003), 179 – 188.
- [195] Ye, G., Liu, X., De Schutter, G., Poppe, A.-M. et Taerwe, L., “Influence of Limestone Powder Used as Filler in SCC on Hydration and Microstructure of Cement Pastes”, *Cement & Concrete Composites*, V. 29, (2007), 94 – 102.
- [196] Bessa-Badreddine, A., “Etude de la Contribution des Additions Minérales aux Propriétés Physiques, Mécaniques et de Durabilité des Mortiers”, Thèse de Doctorat, Université de Cergy–Pontoise, (2004), 236 p.
- [197] Khatib, J.M. et Hibbert, J.J., “Selected Engineering Properties of Concrete Incorporating Slag and Metakaolin”, *Construction and Building Materials*, V. 19, (2005), 460 – 472.

- [198] Güneyisi, E., Gesoğlu, M., Karaoğlu, S. et Mermerdas, K., “Strength, Permeability and Shrinkage Cracking of Silica Fume and Metakaolin Concretes”, *Construction and Building Materials*, V. 34, (2012), 120 – 130.
- [199] Courard, L., Darimont, A., Schouterden, M., Ferauche, F., Willem, X. et Degeimbre, R., “Durability of Mortars Modified with Metakaolin”, *Cement and Concrete Research*, V. 33, (2003), 1473 –1479.
- [200] Frías, M. et Cabrera, J., “Pore Size Distribution and Degree of Hydration of Metakaolin–Cement Pastes”, *Cement and Concrete Research*, V. 30, (2000), 561 – 569.
- [201] Abdul Razak, H., Chai, H.K. et Wong, H.S., “Near Surface Characteristics of Concrete Containing Supplementary Cementing Materials”, *Cement & Concrete Composites*, V. 26, (2004), 883 – 889.
- [202] Badogiannis, E. et Tsivilis, S., “Exploitation of Poor Greek Kaolins: Durability of Metakaolin Concrete”, *Cement & Concrete Composites*, V. 31, (2009), 128–133.
- [203] Cassagnabère, F., Mouret, M., Escadeillas, G., Broilliard, P. et Bertrand, A., “Metakaolin, a Solution for the Precast Industry to Limit the Clinker Content in Concrete: Mechanical Aspects”, *Construction and Building Materials*, V. 24, (2010), 1109 – 1118.
- [204] Poon, C.S., Kou, S.C. et Lam L., “Compressive Strength, Chloride diffusivity and Pore Structure of High Performance Metakaolin and Silica Fume Concrete”, *Construction and Building Materials*, V. 20, (2006), 858 – 865.
- [205] Khatib, J.M. et Clay, R.M., “Absorption Characteristics of Metakaolin Concrete”, *Cement and Concrete Research*, V. 34, (1), (2004), 19 – 29.
- [206] Lenka, S. et Panda, K.C., “Effect of Metakaolin on the Properties of Conventional and Self-Compacting Concrete”, *Advances in Concrete Construction*, 5 (1), (2017), 31 – 48.
- [207] Menadi, B., Kenai, S., Khatib, J. et Aït-Mokhtar, A., “Strength and Durability of Concrete Incorporating Crushed Limestone Sand”, *Construction and Building Materials*, V. 23, (2009), 625–633.

ANNEXES

ANNEXE A – FICHES TECHNIQUES

Annexe A1 – Fiche technique de ciment CEM I 52,5 N

**Ciments Calcia**

Italcementi Group

 Direction Industrielle
 et Technique
 Les Technodes
 B.P. 01
 78931 Guerville cedex

 Direction Commerciale
 Assistance
 et Prescription Clients
 Tél. : 01 34 77 78 81
 Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 22/01/2007

N° certificat CE : 0333-CPD-5202

Fiche produit de

Villiers au Bouin
CEM I 52,5 N CE CP2 NF

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Retrait en $\mu\text{m/m}$ à 28j	eau pâte pure en %	Début de prise en mn	Chaleur en J/g à 41h	Surface Blaine en cm^2/g	Masse Volumique en g/cm^3	Stabilité en mm	Maniabilité sur mortier CEN en s
1j	2j	7j	28j								
18.1	31.7	48.5	61.3	580	27.9	165	351	3590	3.13	1.0	

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants		
				Nature	Caractéristiques	
Perte au feu	1.63	Principaux		Clinker (K) Villiers Laitier (S) Cendres (V) Calcaire (L) Fumées de silice (D)	CaO/SiO2	3.07
SiO2	20.23	Clinker (K) de	98.0		MgO (%)	4.15
Al2O3	4.29	<i>Villiers au Bouin</i>			Al2O3 (%)	4.78
Fe2O3	2.35	Laitier (S)			Insoluble (%)	nd
TiO2	0.25	Cendres (V)			C3S (%)	66.9
MnO	0.02	Calcaire (L)			C2S (%)	10.7
CaO	63.67	Calcaire (L)			C3A (%)	8.4
MgO	3.88	Fumées de silice (D)			C4AF (%)	7.6
SO3	2.80	Secondaires			Laitier vitreux (%)	
K2O	0.69	Calcaire (L)			(CAO+MgO)/SiO2	
Na2O	0.14	Fines de cru (F)	2.0		CAO+MgO+SiO2 (%)	
P2O5	0.31				PF (%)	
S-	< 0.02	Total	100.0		CaO réactive (%)	
Cl-	0.02	Sulfate de calcium			SiO2 réactive (%)	
		Gypse			CaCO3 (%)	
		Anhydrite	4.4		Adsorption bleu méthylène (g/100g)	
		Additifs			TOC (%)	
Insoluble CEN	0.39	Agent de mouture		SiO2 amorphe (%)		
Na2O éq. actif	0.58	<i>Cloter F5903 (AXIM)</i>	0.027	PF (%)		
		Agent réducteur		Aire massique BET (m^2/kg)		
Colorimétrie (L)	63.16	<i>Sulfate de fer</i>	0.30			

Mouture

Broyeur(s)

1

Stockage

Silo(s)

cf plan de silotage

Points de vente

Usine de Villiers au Bouir

Vrac

Oui

Sac

Oui

Valeurs moyennes année 2006 données à titre indicatif.

Annexe A2 – Fiche technique du kaolin trié KT1

Soalka Groupe ENOF	Fiche Technique Kaolin Trié (KT 1)	Complexe Des Kaolins d'El- milia
---	---	---

Kaolin Trié		KT 1	
Analyse Chimique	% En Poids	SiO ₂	67.90
		Al ₂ O ₃	18.60
		Fe ₂ O ₃	0.58 - 1.22
		TiO ₂	0.31
		CaO	0.07
		MgO	0.22
		K ₂ O	0.82 - 3.18
		Na ₂ O	0.39
		AUTRES	3.92
		P.A.F	5.68
Analyse Minéralogique	% En Poids	Kaolinite	20.4
		Mica	17.6
		Feldspath	10.0
		Quartz	50.0
		Autres	2.00
Analyse Granulométrique	% En Poids	> 0.991 mm	14.40
		0.495 - 0.991 mm	9.60
		0.104 - 0.495 mm	21.50
		0.043 - 0.104 mm	15.0
		0.01 - 0.043 mm	20.10
		0.002 - 0.01 mm	12.80
		< 0.002 mm	6.60
Propriétés Physiques		Densité Réelle	2.65
		Densité Apparente	1.0
		Blancheur %	60 - 70

Complexe des Kaolins d'El -milia BP N° 113 El -milia 18300 Algérie
 Tel / Fax : 00 213. 30 48. 09. 03 // 00 213. 30. 48. 08. 93

Annexe A3 – Fiche technique des kaolins traités (KT2) et (KT3)



LES PRODUITS DU COMPLEXE DES KAOLINS D'EL-MILIA

			K A O L I N S	
			KT2	KT3
ANALYSE CHIMIQUE	% en poids	SiO ₂	49,30	48,50
		Al ₂ O ₃	33,00	33,90
		Fe ₂ O ₃	2,25 - 2,50	2,25 - 2,50
		TiO ₂	0,24	0,21
		CaO	0,08	0,08
		MgO	0,40	0,39
		K ₂ O	2,75 - 3,10	2,75 - 3,10
		Na ₂	0,09	0,08
		Perte au feu	10,50	10,80 - 11,00
COMPOSITION Minéralogique	% en poids	Kaolinite	62 - 65	65 - 70
		Matières Micacées Dont Argile	16-22	15-22
		Quartz	8 - 11	6-10
		feldspath	3-4	3-4
ANALYSE GRANULOMETRIQUE	% en poids	> 40 μm	0,03	0,02
		< 15 μm	98 ± 1	99 ± 1
		< 10 μm	88 ± 3	95 ± 3
		< 5 μm	65 ± 3	74 ± 3
		< 2 μm	43 ± 3	47 ± 3
COHESION EN CRU	Séché à 110°C	KGF/CM ²	24,3	24,7
		PSI	-	-
PROPRIETE DE COULAGE	Concentration de coulage	% P/Solide	47,4	44,9
	% en poids de PSI	5 poises	0,50	0,55
	vitesse de cuisson	Mm ² /min	1,1	0,90
PROPRIETES DE CUISSON N.B blancheur KT3B en cru : 82 ± 1 indice de jaune 5 ± 1	% absorption	1180°C	7,4	7,3
		1280°C	2,2	1,7
		1410°C	0,0	0,0
	% blancheur	1180°C	75,0	76,4
		1280°C	83,5	84,1
		1410°C	-	-
	% retrait	1180°C	5,8	6,0
1280°C		8,3	8,5	
1410°C		9,2	9,5	
PROPRIETES PHYSIQUES		densité réelle	2,6	2,6
		densité apparente	1	1
		surface spécifique	25	25

Annexe A4 – Fiche technique de MEDAFLOW 30

NOTICE TECHNIQUE

2 1 1 9

MEDAFLOW 30Conforme à la norme EN 934-2: TAB 1, TAB 3.1
ET TAB 3.2 NA 774.**Super plastifiant
Haut réducteur d'eau****DESCRIPTION**

Le **MEDAFLOW 30** est un super plastifiant haut réducteur d'eau de la troisième génération. Il est conçu à base de polycarboxylates d'Ether qui améliorent considérablement les propriétés des bétons.

Le **MEDAFLOW 30** permet d'obtenir des bétons et mortiers de très haute qualité.

En plus de sa fonction principale de superplastifiant, il permet de diminuer la teneur en eau du béton d'une façon remarquable.

Le **MEDAFLOW 30** ne présente pas d'effet retardateur.

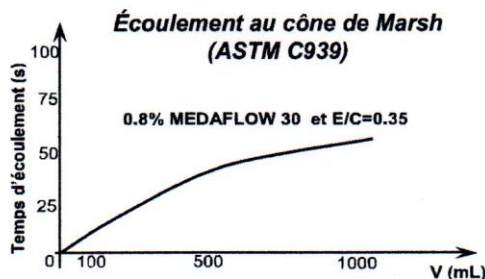
DOMAINES D'APPLICATION

- Bétons à hautes performances
- Bétons auto - plaçant
- Bétons pompés
- Bétons précontraints
- Bétons architecturaux.

PROPRIÉTÉS

Grâce à ses propriétés le **MEDAFLOW 30** permet :
Sur béton frais :

- Obtention d'un rapport E/C très faible
- Amélioration considérable de la fluidité
- Une très bonne maniabilité
- Éviter la ségrégation
- Faciliter la mise en œuvre du béton



Les renseignements donnés dans cette notice sont basés sur notre connaissance et notre expérience à ce jour. Il est recommandé de procéder à des essais de convenance pour déterminer la fourchette d'utilisation tenant compte des conditions réelles de chantier.

Sur béton durci :

- Augmenter les résistances mécaniques à jeune âge et à long terme (voir tableau).
- Diminuer la porosité
- Augmenter la durabilité
- Diminuer le retrait et le risque de fissuration

Désignation	Rc (MPa)		
	3J	7J	28J
MEDAFLOW 30 (1.4%)	39.2	54.7	62.2

CARACTÉRISTIQUES

- Aspect Liquide
- Couleur Brun clair
- pH 6 – 6,5
- Densité 1,07 ± 0,01
- Teneur en chlore < 0,1 g/l
- Extrait sec 30%

MODE D'EMPLOI

Le **MEDAFLOW 30** est introduit dans l'eau de gâchage.

Il est recommandé d'ajouter l'adjuvant dans le béton après que 50 à 70% de l'eau de gâchage ait déjà été introduite.

DOSAGE

Plage de dosage recommandée :

0,5 à 2,0 % du poids de ciment soit 0.46 à 1.85 litre pour 100 Kg de ciment.

Le dosage optimal doit être déterminé sur chantier en fonction du type de béton et des effets recherchés.

CONDITIONNEMENT ET STOCKAGE**Granitex**

Zone industrielle Oued Smar – BP85 Oued Smar – 16270 Alger

Tél : (213) 021 51 66 81 & 82

Fax : (213) 021 51 64 22 & 021 51 65 23

www.granitex-dz.com - E-mail: granitex@granitex-dz.com



ANNEXE B – EXEMPLE DE CALCUL DE LA COMPOSITION DU MORTIER

Feuille Excel donnant la composition du MAP de référence

Composition et résultats des essais sur mortier						
Essais sur Mortier : sans ajouts			Entré les données dans les cellules en rouge			
			Valeurs calculées dans cellules en noir			
Référence du mélange	Essai N°	CEM II/A 42,5 R	Date	12/08/2012		
		0	% de Métakaolin			
volume de mortier (litres)	1000,00					
sable/mortier vol	0,50					
E/P par vol.	1,2727	poudre vol (%)	22,000	Eau volume (%)	28,000	
composition Poudre(vol %)	type					
Ciment portland	100					
Métakaolin	0					
superplast - MEDAFLOW30	1,1	% (Sp/P)				
Densité relative	3,03					
teneur en eau du sable						
	humidité (%ab)	absorption(%)	correction (%)			
poids humide (gms)	500	0,00	0,65	-0,65		
poids sec (gms)	500					
Materiaux	Volume litres	Densité kg/m ³	Masse kg	Contenance d'eau % kg		poids mélange kg
poudre	220,003	3030	666,608			666,608
Ciment	220,003	3030	666,608			666,608
Métakaolin	0,000	2600	0,000			0,000
Eau	279,997	1000	280,0			283,418 W1 <u>198,393</u>
						W2 <u>85,026</u>
superplastifiant MEDAFLOW 30		1070	7,33	70	5,133	7,333
Sable	500,000	2632	1316,000	-0,65	-8,554	1316,000
Total	1000,000					2273,359
			E/P poids = 0,4200			

ANNEXE C – EXEMPLE DE CALCUL DE LA COMPOSITION DU BETON

Feuille Excel donnant la composition du BAP de référence

Composition du béton				Entrée des données en rouge			
Référence: BAP sans ajouts				Date 13/08/2012			
				Mesures d'humidité			
Densités relatives	Gravier	2,65	Absorptions (%)	Pds Humide		Pds sec	% Humidité
	Sable	2,63	Gravier 3/8	8/15	3000	2999,4	0,02
	Ciment	3,03	Gravier 8/15	3/8	1600	1598,3	0,11
Addition 1	Add1	2,6	Sable	Sable	500	500	0,00
Gravier							
Densité	1339	kg/m ³	% gravier	32,8	vol % de béton		
percent	65	%	Gravier	870,4	kg/m3		
8/15:3/8	2,00		8/15	580	kg/m3		
			3/8	290	kg/m3		
Air							
	1	vol % de béton					
Sable							
volume mortier	66,2	vol % de béton		% Sable	33,1	vol % de béton	
Sable	50	vol % de mortier		Sable	870,0	kg/m3	
				G/S	1,000		
Pate							
volume	33,1	vol % de béton		% Eau	18,5	vol % de béton	
E/P volume	1,2725			Eau	185	kg/m3	
Poudre	14,56	vol % de béton					
Ciment	100	vol % de poudre		Ciment	14,56	vol % de béton	
				Ciment	441	kg/m3	
Addition 1	0	vol % de poudre		% Fines 01	0,00	vol % de béton	
				Add1	0	kg/m3	
Densité relative poudre	3,03						
E/P Poids	0,4200			Poudre	441	kg/m3	
				E/C	0,4200		
Superplastifiant: MEDAFLOW 30							
dosage	1,1	% liquid de poudre		superplast	4,85	kg/m3	
Volume de Mélange (litres)							
	30	litres					
Densité Béton	2371	kg/m3		Poids Mélange	71,14	kg	
Poids Mélange							
		prop.mél	Pds mél	absorption	humidité	extra eau	Poids
		kg/m3	kg	%	%	kg	kg
Gravier 8/15		580	17,41	1,61	0,02	-0,28	17,13
GravierGravier 3/8		290	8,70	3,75	0,11	-0,32	8,39
Sable		870	26,10	0,65	0,00	-0,17	25,93
Ciment CEM II/A-L 42,5R		441	13,23				13,23
Addition 1		0	0,00				0,00
Eau		185	5,56				0,0
Superplastifiant		4,85	0,15		70	0,10	0,146
composition eau						6,22	Eau 1 70%
							4,353
							4352,9
							Eau 2 30%
							1,866
							1865,5
total		2371	71,1			-0,66	71,04

ANNEXE D – DONNEES RELATIVES A L'ESSAI DE LA CHALEUR D'HYDRATATION POUR MORTIER

Différents facteurs et coefficients permettant le calcul de la chaleur d'hydratation

L'équation 4.2 peut être simplifiée en équation suivante dont le premier terme « A », représente la chaleur accumulée dans le calorimètre, le second « B » représente la chaleur dissipée vers le milieu ambiant :

$$Q = \frac{C}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \sum_{i=1}^n \bar{\alpha}_i \cdot \bar{\theta}_i \cdot \Delta t_i$$

$$C = 0,8(m_c + m_s) + 3,8m_w + 0,5m_b + \mu$$

- Avec :
- m_s : la masse de sable (g) ;
 - m_w : la masse de l'eau (g) ;
 - m_b : la masse de la boîte à mortier vide avec le couvercle (g) ;
 - μ : la capacité thermique du calorimètre vide (J/K).

Δt_i : temps écoulé entre la mesure de température à l'instant t_{i-1} et la mesure suivante à l'instant t_i en heures.

$\bar{\theta}_i$: différence de température entre le calorimètre d'essais et le calorimètre de référence, entre les instants t_i et t_{i-1} en kelvins, donnée par l'équation :

$$\bar{\theta}_i = \frac{\theta_i + \theta_{(i-1)}}{2}$$

$\bar{\alpha}_i$: coefficient moyen de déperdition thermique totale du calorimètre au cours de l'intervalle Δt_i , en joules par heure et par kelvin, donné par l'équation :

$$\bar{\alpha}_i = a + b \cdot \bar{\theta}_i$$

Les calorimètres utilisés dans notre étude ont les coefficients suivants :

	Calorimètre N° 1	Calorimètre N° 2	Calorimètre N° 3
μ (J/K)	428	431	647
a (J/h/K)	53,8	55	62,7
b	0,216	0,23	0,167