

République Algérienne Démocratique et Populaire

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE
FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL

N° D'ordre :

Série :

THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences en Génie Civil
Option : Matériaux.

**Analyse de l'influence de l'ajout de taux élevé de fillers
calcaires sur les propriétés physiques, mécaniques,
microstructurales, de transfert et de durabilité des mortiers**

Présentée par :

BENACHOUR Yacine

Soutenu le 21 / 04 / 2009 devant le jury composé de ;

Président : Professeur MIMOUNE Mostefa - Université Mentouri Constantine

Rapporteurs : Professeur HOUARI Hacène - Université Mentouri Constantine

Examineurs : Professeur BELACHIA Mouloud - Université de Skikda

: Professeur MIMOUNE Fatima Zohra - Université Mentouri Constantine

: M C Dr ZENIR Abdelimalek - Université de Jijel

Ce travail de recherche a été effectué au Laboratoire « Matériaux et Durabilité des Constructions de l'Université Mentouri Constantine (Algérie), Sous la direction du Professeur HOUARI Hacene

Et

En étroite collaboration avec le Laboratoire de Mécanique de Lille - l'Ecole Centrale de Lille (France) sous la direction du Professeur SKOCZYLAS Frédéric

Remerciements

Je souhaite remercier ici tous ceux qui, par leur aide et leurs encouragements, m'ont permis de réaliser cette étude.

Je tiens à remercier sincèrement et chaleureusement Monsieur le Professeur et Frederic, SKCOZYLAS pour l'accueil au sein de son laboratoire qui m'a intégré au même titre que ces thésards, tout en me faisant entièrement confiance. Aussi je le remercie pour la patience de guider dans ce travail, au point de m'assister aux essais compliqués, m'a communiqué son enthousiasme, donné des orientations, des avis déterminants et prodigué ses bons conseils pour l'acheminement ce mémoire

Mes remerciements les plus sincères vont à Monsieur le Professeur Houari Hacene, qui a dirigé et orienté avec patience cette thèse. Il a su guider mes choix, me faire profiter de ses connaissances et m'accorder sa confiance. La simplicité, sa disponibilité et la franchise de son contact, largement contribué à rendre ces années agréables

Je tiens également à remercier Madame C. A Davy collaboré en partie a ce travail et qui m'a fait profiter de son enthousiasme et ces critiques au moment des relectures de ce mémoire et d'articles publiés.

Je tiens également à remercier Monsieur le docteur Zoubair Lafhaj qui m'a toujours soutenue et m'a fait profiter de son enthousiasme et de la franchise, de ces critiques sur la façon de mener à terme ce travail.

Je remercie aussi Chaleureusement Monsieur le Professeur Issam Shahrour, qui m'a introduit à l'équipe du Génie Civil de l'EC Lille et m'a recommandé tout en me faisant confiance.

Mes plus vifs remerciements s'adressent :

à Monsieur le Pr MIMOUNE Mostefa qui a accepté d'être la présidente du jury, aux membres de Jury, Monsieur le Pr BELACHIA Mouloud, Madame Pr MIMOUNE Fatima Zohra , Monsieur le Dr ZENIR Abdelimalek Maître de conférence.

Je leur suis reconnaissant d'avoir accepté de juger ce travail en effectuant un examen attentif de ce mémoire ;

Je remercie chaleureusement toute l'équipe du laboratoire de Génie Civil de l'Ecole Centrale de Lille, thésards, ou personnel permanent : je pense à Alain Leblanc, Mazen Samara et Nadine Dessey, Flore.Brue, Jaouad Nadah, Fethi. Soltani, Pierre-Yves Scordia, Han Yixuan, Xiaoting Chen, Thomas. Rougelot. Enfin un très grand merci à Thierry Dubois, Franck Agoustni et Laurent Leconte : sans leurs connaissances, leur enthousiasme, leur bonnes humeurs et leurs disponibilités, mes travaux expérimentales seront plus difficiles à réaliser.

Un grand merci enfin à mon père, ma mère, mon épouse, et mes enfants, mes frères, ma famille, mes amis qui m'ont apporté leurs soutiens au présent travail le long de ces années.

ملخص :

لقد أصبح استخدام الإضافات في الخرسانة أساسياً وذلك لما تقوم به من تحسين خواص الخرسانة وإكسابها ميزات جديدة تتناسب مع الأغراض والمتطلبات. يتوقف اختيار مادة معينة في الصناعة على وفرتها وكلفتها، لهذا اتجهت الأبحاث حالياً نحو دراسة و استغلال مواد غير مكلفة. يتناول هذا الموضوع دراسة تأثير إضافة غبار الرمل المتوفر بكميات عالية في الجزائر على خواص الخرسانة وتحديد النسبة العظمى التي يمكن إضافتها دون التأثير على نوعية الخرسانة. في هذه الدراسة تم تحضير عدة عينات تضم نفس كمية الاسمنت ورمل يحتوي على نسب غبار مختلفة 0، 15، 25، 35 و 45%. أما نسبة كمية الماء المضافة فتتغير مع تغير نسبة غبار الرمل وهذا للحصول على عينات لها نفس خاصية الجريان. بينت النتائج المحصل عليها أن الإضافات كان لها تأثير على خواص العينات وأن هناك نسب إضافات محددة تمكن من الحصول على خواص جيدة. كما انه يمكن إضافة نسب عالية (35%) من غبار الرمل دون التأثير على خواص الخرسانة.

الكلمات الفاتحة: غبار الرمل, تأثير, الخرسانة , تئمين , خصائص, خواص جيدة

Résumé :

L'influence de l'ajout de fillers calcaires 0/100 µm sur les mortiers a été étudiée. Son but est de valoriser des sables contenant un taux élevé de fillers disponibles en grande quantité en Algérie et d'identifier les proportions maximales que l'on peut introduire sans compromettre la qualité du béton. L'étude consiste à confectionner des mortiers contenant des sables reconstitués de manière à avoir un taux de fillers de 0, 15, 25, 35 et 45 %. La variation a été étudiée en maintenant une maniabilité constante. Les propriétés physiques, mécaniques, Microstructural de la durabilité ont été étudiées. Les résultats obtenus ont montré que les mortiers sont très influencés par l'ajout de fillers et mettent en évidence l'existence d'un taux optimum de performances. L'ajout d'un pourcentage élevé de fines (jusqu'à 35%) ne semble pas affecter les caractéristiques mécaniques, le retrait, la résistance au gel dégel et les propriétés de transfert du mortier.

Mots-clés : fillers, mortiers, valorisation, propriétés, performances

Abstract :

The influence of limestone filler (0/100 µm) addition on mortar was studied. Its main goal is to utilize sands containing high rates of fillers available in large quantity in Algeria and to determine the maximum proportion to be introduced without altering the quality of concrete. The study consists in making mortars containing sands with a filler-to-sand ratio of 0, 15, 25, 35 and 45%, (dry weight basis). The variation was studied by maintaining a constant consistency. The physical, mechanical, properties and durability were studied. The results obtained showed that mortars are very influenced by the filler addition and these results highlight the existence of an optimum rate of performance. The addition of a high percentage of fines (up to 35%) seems to little affect the mechanical and hydraulic characteristics of mortar.

Keywords : fillers, mortar, valorisation, properties, performance

TABLE DES MATIERES

Remerciements.....	2
Résumé	3
Table des matières.....	4
Liste des figures	9
Listes des tableaux.....	13
Introduction générale.....	15
CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	19
1.1 Introduction Générale.....	20
1.2 La normalisation sur les additions.....	20
1.2.1 Définition des additions normalisées.....	20
1.2.1.1 Addition type I	20
1.2.1.2 Addition type II	20
1.2.2 Les additions non normalisées.....	21
1.3 Les additions et la normalisation du béton hydraulique.	23
1.4 Les additions et la normalisation des ciments.....	21
1.5. Caractérisation de l'activité d'une addition minérale	25
1.5.1. Indice d'activité.....	25
1.5.2. Concept du coefficient k	27
1.5.3 Concept de performance équivalente du béton.....	29
1.5.4 Définition de l'addition théoriquement inerte	29
1.6 L'action des additions dans les matériaux cimentaires.....	30

1.6.1 Les principaux effets	30
1.6.2 L'effet filler.....	31
1.6.3 L'effet physico-chimique et microstructural.....	32
1.6.4 L'effet chimique.....	33
1.6.4.1 Réaction pouzzolanique.....	34
1.6.4.2 Formation des carbo-aluminates..... ;	35
1.7 Les additions calcaires et leurs utilisations dans les bétons prêt à l'emplois BPE.....	36
1.8 Références bibliographiques.....	40

CHAPITRE 2 : METHODOLOGIE EXPERIMENTALE ET MATERIAUX UTILSES.44

2-1 Introduction	45
2-2 Principe de la méthodologie expérimentale	46
2-3 Caractéristiques des matériaux de l'étude.....	47
2.3.1 Le ciment utilisé.....	47
2.3.2 Caractéristiques des fillers calcaires.....	48
2.3.3 Caractéristiques des sables après incorporation des fillers.....	51
2.3.3.1 <i>Evolution de la granulométrie et module de finesse en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>51</i>
2.3.3.2 <i>Etude de la propreté du sable en fonction du taux de fillers</i>	<i>53</i>
2.4 Evolution de la fluidité du mortier en fonction du taux de fillers.....	54
2.4.1. <i>Essais d'affaissement au mini-cône.....</i>	<i>56</i>
2.4.2 <i>Essais de fluidité à la table à secousse.....</i>	<i>57</i>
2.4.3 <i>Essai de consistance de Vicat</i>	<i>58</i>
2.4.4 <i>Essai au maniabilimètre B.....</i>	<i>59</i>
2.2.5 <i>Résultats de variation de la fluidité en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>59</i>

2.5 Méthodologie expérimentale et protocole d'essai	60
2-5-1 Préparation d'échantillons et protocole d'essai	60
2-5-2 Gâchage.....	61
2-5-3 Démoulage et cure	62
2-5-4 Carottage, sciage et surfaçage.....	62
2.6 Références bibliographiques	64
CHAPITRE 3	
INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS CALCAIRES	
SUR LES PROPRIETES PHYSIQUE ET LA MICROSTRUCTURE DES	
MORTIERS	65
3.1 Introduction	66
3.2 Masse volumique et porosité à l'eau et à mercure	66
3.2.1 Procédure expérimentale.....	66
3.2.1.1 Masse volumique et porosité à l'eau.....	66
3.2.1.2 Porosité à mercure.....	67
3.2.2 Résultats.....	68
3.2.2.1 Masse volumique et porosité à l'eau.....	68
3.2.2.2 Porosité à mercure.....	68
3.3 Essais d'absorption capillaire	68
3.3.1 Procédure expérimentale.....	68
3.3.2 Résultats	72
3.4 Microscope électronique à balayage	74
3.4.1 Procédure expérimentale.....	74
3.4.2 Résultats	75
3.4 Thermogravimétrie	72
3.4.1 Analyse thermogravimétrique.....	72
3.4.1 Présentation de la thermo-balance.....	79
3.4.2 Etalonnage par simulation de perte de masse.....	83

3.4.3 Calcul des valeurs des essais.....	84
3.3 Résultats de la thermogravimétrie.....	85
3.5 Références bibliographiques.....	88

CHAPITRE 4
INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS
CALCAIRES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES MORTIERS ...90

4 .1 Introduction.....	91
4.2 Résistance à la traction par flexion et à la compression.....	91
4.2.1 Procédure expérimentale.....	91
4.2.2 Résultats et analyse.....	92
4.3 Mesure du module de Young	94
4.3.1 Dispositif utilisé.....	94
4.3.2 Réalisation de l'essai résultat et analyse.....	95
4.4 Essais poro-mécaniques.....	100
4.4.1 Propriétés poro-mécaniques	100
4.4.2 Protocole d'essais poro-mécaniques	101
4.5 Références bibliographiques	111

CHAPITRE 5
INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS
CALCAIRES SUR LA DURABILITE DES MORTIERS.....112

5.1 Introduction.....	113
5.2 Perméabilité au gaz.....	113
5.2.1 Notion de perméabilité	113

5.2.2 Loi de Darcy.....	114
5.2.3 Phénomènes de glissement – Effet Klinkenberg.....	116
5.2.4 Protocole d'essais de perméabilité.....	118
5.2.5 Résultats d'essai de perméabilité et effet de Klinkenberg.....	120
5.3 Retrait et perte en poids	121
5.3.1 Protocole d'essais de retrait et perte en poids	123
5.3.2 Variation du retrait et perte en poids	125
5.4 Essai gel dégel.....	125
5.4 1 Procédure expérimentale gel dégel.....	125
5.4 2 Résultats des essais gel dégel et analyse.....	128
5.5 Conclusion Générale.....	137
5.6 Références bibliographiques.....	139
CONCLUSION GENERALE	138
PUBLICATIONS RELATIVES AUX TRAVAUX DE THESE	140
REFERENCES BILIOGRAPHIQUES.....	142

Liste des figures

Figure 1.1	<i>Schéma descriptif de l'action d'une addition minérale (Lawrence 2000).....</i>	<i>33</i>
Figure 2.1	<i>Schéma illustrant l'incorporation des fillers par substitution aux sables et dosage des autres constituants des mortiers étudiés.....</i>	<i>47</i>
Figure 2.2	<i>Résultats de Diffraction par Rayon X (DRX) des fillers on constate la Dominance surtout de la calcite CaCO_3 et la dolomie $\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$.....</i>	<i>49</i>
Figure 2.3	<i>Résultat d'analyse granulométrique laser du filler et du ciment.....</i>	<i>50</i>
Figure 2.4	<i>SEM micrograph of filler powder showing its grain roundness.....</i>	<i>50</i>
Figure 2.5	<i>Courbe granulométrique du sable à différent taux de fillers.....</i>	<i>51</i>
Figure 2.6	<i>Evolution du module de finesse en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>52</i>
Figure 2.7	<i>Evolution de l'équivalent de sable en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>55</i>
Figure 2.8	<i>Evolution de La valeur au bleu de méthylène en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>55</i>
Figure 2.9	<i>Différents dispositifs employés pour l'étude de la fluidité du mortier.....</i>	<i>56</i>
Figure 2.10	<i>Dimensions du mini-cône MBE par rapport au cône d'Abrams.....</i>	<i>57</i>
Figure 2.11	<i>Appareil de Vicat mini d'une sonde de consistance [EN 196-3].....</i>	<i>58</i>
Figure 2.12	<i>Dispositif de la table sous Table à secousses.....</i>	<i>58</i>
Figure 2.13	<i>Dispositif du maniabilimètre B.....</i>	<i>59</i>
Figure 2.14	<i>Photos de la préparation des mélanges et carottes.....</i>	<i>63</i>
Figure 3.1	<i>Photo des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et de hauteurs comprises entre 10 et 60 mm ayant servi à la porosité et masse volumique.....</i>	<i>66</i>
Figure 3.2.	<i>Evolution de la masse volumique en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>69</i>
Figure 3.3	<i>Evolution de la porosité en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>69</i>
Figure 3.4	<i>Variation du dosage pondéral entre pâte liante et sable en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>70</i>
Figure 3.5	<i>Variation du rapport E/C et E/ C+F en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>70</i>
Figure 3.6	<i>Conservation des éprouvettes à Hr = 50 ± 5 % et T° 20° Jusqu'à 7 Jours d'age.....</i>	<i>71</i>
Figure 3.7	<i>Conservation des échantillons dans le récipient contenant 2 cm de sable siliceux 0/0.5 gorgé d'eau (mesure d'absorption capillaire).....</i>	<i>72</i>

Figure 3.8	<i>Evolution de la porosité des mortiers à 07 jours d'âge élaborés en fonction du taux de fillers</i>	<i>73</i>
Figure 3.9	<i>Evolution de la porosité des mortiers à 90 jours d'âge élaborés en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>76</i>
Figure 3.10	<i>Photo Microscope électronique à balayage environnemental (Quanta 2000) de la FR 1818).....</i>	<i>76</i>
Figure 3.11	<i>Micrographie obtenue au MEB sur section sciée (G=300x) sur échantillon à 45 % de fillers. Mise en évidence de taille de pores plus petite à 45 % de fillers à celui à 15 % de fillers (a) le moins poreux et perméable (les pores sont de couleur noir).....</i>	<i>78</i>
Figure 3.12	<i>Les courbes typiques d'ATG et DTG d'un échantillon de mortier à 15 % De fillers (dérivée amplifiée 300x). Les pics de la dérivée de la perte de Masse correspondent à la décomposition des CSH, puis Ca (OH) 2, et enfin calcite CaCO3 avec l'augmentation de la température</i>	<i>81</i>
Figure 3.13	<i>Vue d'ensemble de la thermo balance et schéma de principe de Fonctionnement.....</i>	<i>81</i>
Figure 3.14	<i>Fléau avec les quatre masselottes et schéma de principe de fonctionnement ...</i>	<i>82</i>
Figure 3.15	<i>Masselottes (cercles métalliques d'épaisseur et de longueur variables).....</i>	<i>82</i>
Figure 3.16	<i>Vue du dispositif de compensation : l'aimant et la bobine avec la partie De l'optique d'image et schéma de principe du fonctionnement de la thermo balance.....</i>	<i>83</i>
Figure 3.17	<i>Centrale de mesure.....</i>	<i>83</i>
Figure 3.18	<i>Le thermocouple et l'éprouvette.....</i>	<i>83</i>
Figure 3.19	<i>Courbe typique de l'étalonnage [Han Y 2006].....</i>	<i>84</i>
Figure 3.20	<i>Les courbes typiques d'ATG et DTG des échantillons de mortier à 0 %, 15 %,25 %, 35 % et 45 % de fillers (dérivée amplifiée 300x). Les pics de la dérivée de la perte de masse correspondent à la décomposition des CSH, puis Ca (OH) 2, et enfin calcite CaCO3 avec l'augmentation de la température</i>	<i>87</i>
Figure 3.21	<i>Perte de masse (%) pour les gammes de température correspondant à la décomposition respective du CSH et de Ca (OH) 2 en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>87</i>
Figure 4.1	<i>Photos des dispositifs employés pour la flexion trois point sur cube 4x4x16 cm³ et compression sur cube 4x4x4 cm³.</i>	<i>92</i>
Figure 4.2	<i>Résistance à la compression des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>93</i>
Figure 4.3	<i>Résistance à la compression des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers.....</i>	<i>93</i>
Figure 4.4	<i>Photo du dispositif expérimental avec 4 LVDT maintenus entre 2 anneaux.</i>	<i>95</i>
Figure 4.5	<i>Vue générale de l'équipement d'essai mécanique.....</i>	<i>96</i>

Figure 4.6	<i>Schéma de principe du dispositif de mesure du module de Young [Agoustini 2006]</i>	96
Figure 4.7	<i>Calcul du module d'Young sur un mortier à 15 % de fillers à 28 jours (la pente de la courbe de recharge indique un Module d'Young de 34060 MPa)</i>	97
Figure 4.8	<i>Exemple de suivi sur écran l'évolution du module d'élasticité selon le cycle de chargement et déchargement imposé</i>	98
Figure 4.9	<i>Ecarts de mesure entre les LVDT dus aux défauts de parallélisme et de surfacage de l'échantillon (mesure effectuée sur mortier à 15 % de fillers à 28 jours)</i>	98
Figure 4.10	<i>Exemple de suivi des écarts sur écran des LVDT dus aux défauts de parallélisme et de surfacage de l'échantillon</i>	99
Figure 4.11	<i>Evolution du module de Young des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers</i>	100
Figure 4.12	<i>Description d'un milieu poreux saturé [Lion 2004]</i>	101
Figure 4.13	<i>Photo de la cellule hydrostatique</i>	103
Figure 4.14	<i>Photo du matériel à mesurer les déformations (pont à jauges)</i>	103
Figure 4.15	<i>Eprouvette instrumentée</i>	104
Figure 4.16	<i>Montage d'un échantillon dans la cellule [Lion 2004]</i>	105
Figure 4.17	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b</i>	105
Figure 4.18	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_s</i>	107
Figure 4.19	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b pour un mortier à 0 % de fillers</i>	108
Figure 4.20	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b pour un mortier à 15 % de fillers</i>	108
Figure 4.21	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b pour un mortier à 25 % de fillers</i>	109
Figure 4.22	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b pour un mortier à 35 % de fillers</i>	109
Figure 4.23	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_b pour un mortier à 45 % de fillers</i>	109
Figure 4.24	<i>Mesure du module d'incompressibilité K_s</i>	110
Figure 5.1	<i>Exemple de Profil des vitesses d'un fluide visqueux dans un tube capillaire [M. Lion 2004]</i>	115
Figure 5.2	<i>Profil des vitesses d'un gaz dans un tube capillaire [M. Lion 2004]</i>	117
Figure 5.3	<i>Principe de Klinkenberg [Lion 2004]</i>	118
Figure 5.4	<i>Photo du dispositif expérimental de perméabilité au gaz</i>	119

Figure 5.5. Schéma du dispositif expérimental de perméabilité au gaz.....	119
Figure 5.6. Evolution de la perméabilité apparente K_{app} en fonction de $(1/P_m)$ et pourcentage de fillers.....	121
Figure 5.7 Evolution de la perméabilité intrinsèque en fonction du pourcentage de fillers.....	122
Figure 5.8 Variation du coefficient de Klinkenberg β en fonction du pourcentage de fillers.....	122
Figure 5.9 Photos des moules ayant servi la confection des prismes $2x2x16\text{ cm}^3$	124
Figure 5.10 Appareils de mesure du retrait (rétractomètres) et dessiccateur ayant servi à la conservation des échantillons à hygrométrie contrôlée.....	124
Figure 5.11 Evolution du retrait total en fonction du pourcentage de fillers à différente hygrométrie .	126
Figure 5.12 Evolution de la perte de masse en fonction du pourcentage de fillers à différente hygrométrie.....	127
Figure 5.13 Photo de conservation des échantillons de mortier (Primes $2x2x16\text{ cm}^3$) dans le congélateur	129
Figure 5.14 Evolution des déformations (gonflement) en fonction du nombre de cycles pour chaque taux de fillers introduit dans le mortier.....	130
130	
Figure 5.15 Evolution de pertes de masses en fonction du nombre de cycles pour Chaque taux de fillers introduit dans le mortier.....	130
Figure 5.16 Photographie de la dégradation des mortiers (de référence "TEM", 15, 25, 35 et 45 % d'ajout de fillers) après 250 cycle de gel dégel.....	132

Liste des tableaux

Tableau 1.1 <i>Spécification sur la normalisation européenne et française des additions pour béton hydraulique.....</i>	12
Tableau 1.2 <i>Normalisation des additions dans la composition des ciments courants (selon NF P 15 301).....</i>	25
Tableau 1.3 <i>Valeur du coefficient k (selon la norme NF EN 206-1, septembre 2004).....</i>	28
Tableau 2.1 <i>Caractéristiques chimiques du ciment utilisé.</i>	
Tableau 2.2 <i>Caractéristiques physiques et mécaniques du CEM I 52.5 employé.....</i>	48
Tableau 2.3 <i>Caractéristiques complémentaires.....</i>	48
Tableau 2.4 <i>Caractéristiques physico-chimiques des fillers.....</i>	48
Tableau 2.5 <i>Composition des mortiers de la campagne de la mesure de la fluidité.....</i>	54
Tableau 2.6 <i>Résultats de la fluidité du mortier mesurée à l'aide de Consistance Vicat,.....</i> <i>Maniabilimètre B, mini cône d'Abrams et table à secousse</i>	59
Tableau 2.7 <i>composition des mortiers en fonction du taux de fillers incorporés.....</i>	61
Tableau 3.1 <i>Les principales réactions physico-chimiques dans le béton à haute</i> <i>Température [Mounajed 2001].....</i>	80
Tableau 5.1 <i>Correspondance dss solutions salines saturée utilisé et l'hygrométrie</i> <i>choisie pour la conservation des prismes dans les dessiccateurs</i> <i>étanches Maniabilimètre B, mini cône d'Abrams et table à secousse.....</i>	123

Introduction Générale

Introduction Générale

L'industrie des granulats issus de concassage génère des quantités importantes de déchets plus au moins fins, Ces fines constituent bien souvent un problème pour l'environnement. Elles présentent en effet, dans le cas d'une couche sous formes de poussières qui, de part leurs finesses sont aisément transportées par le courant d'air et entraînent une pollution physique et esthétique de l'environnement. C'est pourquoi nous nous sommes penchées sur la valorisations de ces fines industrielles solides.

Le travail présenté dans cette thèse se situe sous l'orientation de l'équipe « ingénierie des matériaux » du Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions de l'université Mentouri Constantine sous la Direction du Professeur Houari Hacene, en étroite collaboration avec le Laboratoire de Mécanique de Lille, Ecole Centrale de Lille (France) sous la direction du Professeur Skcozylas, qui depuis quelques années s'attache à étudier les potentialités de valorisation des déchets minéraux solides (comme les Sédiments marins). Plusieurs études ont été menées dans ce sens, que ce soit par des doctorants ou des élèves ingénieurs de l'Ecole Centrale de Lille dans le cadre de projets intégrés à leurs cursus. L'objectif est de valoriser les produits traités dans le génie civil sous diverses formes : blocs compressés, béton, mortier, briques cuites ou encore matières premières pour les couches de fondation de chaussées. Aussi les efforts se sont concentrés sur l'incorporation des fillers calcaires dans les mortiers et bétons composés de sédiments granulés (après traitement) ou encore les bétons auto plaçant. .

L'objectif de cette thèse est de prolonger ces travaux en utilisant les matériaux cimentaires à base de sable fillérisé (à teneur en fillers élevé) et connaître les éventuels effets bénéfiques et les taux d'incorporations idéales sur le plan technico-économique.

Nous souhaitons élaborer des matériaux performant par utilisation de fillers calcaires ; Il s'agira ensuite de les caractériser vis-à-vis des sollicitations et de l'environnement agressive aux quelles, ils peuvent être soumis dans la réalité et lever ainsi les réticences quant à l'utilisation des taux élevés de fillers calcaires dans les mortiers et béton.

Les co-produits industriels tels que les cendres volantes, les fumées de silice, les laitiers de haut-fourneau, ont été d'un apport positif grâce à leurs caractères hydraulique et pouzzolanique. Leur utilisation a été généralisée comme additif dans les bétons durables et les bétons à hautes performances (**De Larard, 1988., Yogendran et al, 1987., Pala et al, 2007**). Cependant, le prix de ces additifs est relativement élevé ce qui n'est pas le cas des fillers calcaires et siliceux. La Norme ENV 206 les définit comme matériaux à minéraux finement divisés et pouvant être ajoutés au béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés. Selon le pays, on a accordé des taux variables et modérés (voir tableau -1-).

Tableau 1. Spécifications des fillers issus de produits de concassage dans différents pays (en % de masse de sable)

Allemagne DIN 44 226 1971	Canada CSA A231 1973	Italie Uni 7 163	Belgique NBN 589-102 1969	U,S,A ASTM C33 1986	France NF P 18 541, 18 301 NF XP18 540- 1994-1983-1997	Algérie DTR BE 2-1 RETAB 1991- 1998	Grande. Bretagne BS 822 1992
< 4 %	< 3,5 %	<3,5%	< 3- 5 %	< 3-7 %	12 à 18 %	4 à 10 %	< 16 %

Par prudence, les tolérances des spécifications dans la plupart des pays sont faibles par rapport aux normes européennes actuellement en vigueur où le taux accordé est plus élevé, (EN 933, ENV 1971, EN 12680 2002). Cela provient du fait que les éléments nocifs les plus courants se trouvent dans les matériaux fins. Les éléments de pollutions peuvent être assez divers, mais les plus redoutés sont surtout les argiles. Leur présence dans un mélange de béton peut empêcher l'adhérence ciment-granulat et l'hydratation du ciment. En outre, l'argile peut gonfler et provoquer des fissurations et par conséquent des chutes de résistance. Actuellement la présence d'argile nocive dans les matériaux fins est appréciée par l'essai au bleu de méthylène [EN 933-9], qui permet de faire la distinction entre les fines nocives et celles qui sont inertes (**Trang, 1980 ., Le Roux et Unikowski, 1980**). Avec l'évolution du contexte normatif (ENV 206) l'utilisation des additions calcaires est plutôt recommandée, mais les méthodes de formulation actuelle ne permettent pas d'appréhender leurs effets pour optimiser le mélange granulaire. La plupart des études (**Moosberg-Bustnes et al, 2004, Donza et al 2002**) s'intéressent surtout aux additions minérales par substitution au ciment afin d'optimiser leur utilisation. Très peu d'études (**Celik et Mamer, 1996., Topçu, 2003**) ont été faites par substitution au sable. Par souci de maintenir tous les facteurs constants, la comparaison est généralement faite à quantité d'eau constante (E/C= constante). Or,

avec l'ajout d'additions minérales, le besoin en eau dépend de la finesse et de la morphologie des additifs introduits et peut varier de 1 à 4 (**Kara, 2001**). L'effet filler (**Baron, 1996**) est favorable surtout si les additions permettent une diminution de la demande d'eau et par conséquent du rapport E/C pour une même consistance. La substitution au sable entraîne un effet granulaire, du moment que le module de finesse du sable varie avec l'ajout de fillers, ce qui contribue à modifier les performances des mélanges cimentaires (**Dreux 1969**). Dans cette étude on s'intéresse aux additions 0 /100 μm issues de produit de concassage par substitution du sable et en maintenant une maniabilité constante. Il s'agit de valoriser des sables de carrières présentant un taux élevé de fillers calcaires, disponibles en grande quantité dans la région de Constantine. (**Benachour 1992., Koutchoukali et al 1991**). Au vu des normes ces sables sont considérés comme non conformes alors que leur introduction dans les mélanges cimentaires a donné des bétons performants (**Benachour 1996, Guemmadi et al 1999**). L'objectif de cette étude est d'identifier les proportions maximales que l'on peut introduire sans compromettre la qualité, en optimisant le mélange granulaire et de mettre en évidence d'éventuels effets bénéfiques.

Ce mémoire s'articule en cinq chapitres :

Le premier chapitre constitue une mise au point des concepts utilisés tout au long du mémoire. Il tente de faire le point des connaissances actuelles sur les l'actions des additions minérales dans le matériaux cimentaires afin d'éclairer en particulier la façon dont elles contribuent à l'activité liante du ciment. Cette recherche bibliographique sera ensuite accentuée sur l'effet des additions calcaires (fillers calcaires) introduits dans la matrice cimentaire. Elle s'appuie sur les études les plus récentes dans le domaine ainsi que la normalisation en vigueur notamment la normalisation européenne.

Le second chapitre détaille les matériaux employés et les compositions de mortiers utilisés pour la réalisation de la banque de données expérimentales. Le principe de la méthodologie expérimentale adoptée à l'ensemble de l'investigation (caractéristique microstructurales, performances mécaniques et de durabilité). La méthodologie s'appuie sur les normes Européennes, Française Afnor et américaine ASTM. Des études préliminaires sur la maniabilité, l'influence des additions de fillers calcaires

sur la propreté du sable (Equivalent de sable, valeur au bleu de méthylène) et granulométrie en déterminant le module de finesse ont été réalisés.

Le troisième chapitre est consacré à l'effet de la microstructure (densité, porosité, porosité à l'eau, porosité à mercure, l'absorption capillaire, ATG, MEB), La contribution de ce chapitre consiste principalement à mettre en lumière l'effet de l'influence des additions calcaires sur la microstructure des mortiers. Tous les résultats sont commentés et font l'objet d'une première interprétation.

Le quatrième chapitre rend compte de l'ajout de taux élevé de fillers calcaires sur les caractéristiques mécaniques (module d'Young, résistance à la compression et résistance par flexion, comportement poromécanique, K_b et K_s), Nous décrivons également en détail les définitions et les concepts des méthodologies expérimentales adoptés pour le module de Young et la promécanique.

Le cinquième chapitre présente des résultats expérimentaux de durabilité des mortiers (perméabilité au gaz (K_{app} , K_{int}), effet de Klinkenberg, retrait, perte de masse et gel dégel). Le principe et les méthodologies de la perméabilité au gaz et l'effet Klinkenberg seront également décrits en détail.

Au terme de cet exposé, nous tirerons quelques conclusions, recommandations et nous indiquerons les voies qui nous semblent possibles, pour le développement futures.

CHAPITRE 1

ETUDE BILIOGRAPHIQUE

1.1 Introduction.....	20
1.2 La normalisation sur les additions.....	20
1.2.1 Définition des additions normalisées.....	20
1.2.1.1 Addition type I	20
1.2.1.2 Addition type II	20
1.2.2 Les additions non normalisées.....	21
1.3 Les additions et la normalisation du béton hydraulique.	23
1.4 Les additions et la normalisation des ciments.....	21
1.5. Caractérisation de l'activité d'une addition minérale	25
1.5.1. Indice d'activité.....	25
1.5.2. Concept du coefficient k	27
1.5.3 Concept de performance équivalente du béton.....	29
1.5.4 Définition de l'addition théoriquement inerte	29
1.6 L'action des additions dans les matériaux cimentaires.....	30
1.6.1 Les principaux effets	30
1.6.2 L'effet filler.....	31
1.6.3 L'effet physico-chimique et microstructural.....	32
1.6.4 L'effet chimique.....	33
1.6.4.1 Réaction pouzzolanique.....	34
1.6.4.2 Formation des carbo-aluminates..... ;.....	35
1.7 Les additions calcaires et leurs utilisations dans les bétons prêt à l'emplois BPE.....	36
1.8 Synthèse et conclusion.....	39
1.9 Références bibliographiques.....	40

1.1 Introduction

L'objectif de cette étude bibliographique est de faire le point des connaissances actuelles sur les l'action des additions minérales dans le matériaux cimentaires afin d'éclairer en particulier la façon dont elles contribuent à l'activité liante du ciment. Elle s'appuie sur les études les plus récentes dans le domaine ainsi que la normalisation en vigueur notamment la normalisation européenne.

Ce chapitre fait une mise au point sur les définitions des addition les concepts d'indice et de coefficient d'activité et sur les modalités pratiques de prise en compte. Les principaux effets (l'effet filler, l'effet physico-chimique et microstructural, l'effet chimique) Cette recherche bibliographique sera ensuite accentuée sur l'effet des additions calcaires (fillers calcaire) introduits dans la matrice cimentaire. Une étude détaillée sera présentée sur les additions calcaires et leurs utilisations dans les bétons prêts à l'emploi BPE.

1.2 La normalisation sur les additions

1.2.1 Définition des additions normalisées.

Dans le domaine du génie civil, le terme « Addition » désigne, à partir des années 1990, une catégorie de produits minéraux utilisés dans la confection des bétons et des mortiers. La plus récente norme européenne EN 206 -1 (septembre 2004), définit, les additions comme matériaux minéraux finement divisés et pouvant être ajoutés au béton pour améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières.

Elle spécifié également qu'il existe deux types d'additions:

- les additions quasiment inertes (type I)
- et les pouzzolanes ou additions à caractère hydraulique latent (type II).

1.2.1.1 Addition type II

- Les cendres volantes de houille conforme à la norme EN 450 , puis à la norme européenne EN 450-1, (ancienne norme NF P 18 505) qui les définis comme

produits pulvérulents provenant de la combustion de la houille pulvérisée captée des dépoussiéreurs électrostatiques.

- La fumée de silice conforme à la norme NF P 18 502, puis la norme européenne EN 13263-1 obtenue dans l'électrométallurgie du silicium et de ses alliages par condensation et filtration des fumées
- Le laitier vitrifié moulu de haut fourneau de classe B conforme à la norme NF P 18 506 provenant du broyage du laitier vitrifié de haut fourneau granulé ou bouleté coproduit de la fabrication de la fonte obtenue par trempe en fusion.

1.2.1.2 Addition type I

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

La norme spécifie que dans le cas d'utilisation d'ajouts, la composition du béton avec et sans ajout doit être comme différente et il y a lieu de réaliser des essais initiaux.

Avant 1994 les additions sont plutôt désignées par le terme « ajout ». Ce terme était beaucoup plus utilisé pour les ciments et les ajouts étaient introduits en substitution partielle du clinker lors de la fabrication du ciment. Par contre le terme « additions » était utilisé pour désigné un apport ou une substitution du ciment par des ajouts lors de la formulation de béton au même titre que les autres constituants du béton (granulats, eau). Seules les additions utilisées dans la fabrication des ciments trouvent une définition qualitative générale dans les normes spécifiques aux ciments (NF P 15-301 1981)

Actuellement le terme addition selon la plus récentes norme européenne EN 206 -1 (2004), seulement les additions de type I et certaines additions de type II, sont répertoriées et font l'objet d'ajout au ciment ou au béton.

Le terme addition était beaucoup plus associé à l'adjectif ajouts minérales. Plusieurs produits qui correspondent à la désignation « additions » pour béton peuvent être considérés comme fines, poudres minérales ou encore récemment fillers.

Les fillers (NF P 18 501) sont produits par broyage et / ou sélection de roches massives ou de gisements alluvionnaires. Les fillers calcaires ou siliceuses qui sont classés comme une addition de type I, selon la nouvelle norme EN 206-1 (2004),

sont définie comme des granulat dont la plupart des grains passent au tamis de 0,063 mm et qui peuvent être ajoutés aux matériaux de construction pour leurs conférer certaines propriétés.

L'utilisation des additions de types été généralisée comme addition dans les ciments et bétons durables et les bétons à hautes performances [De Larard, 1988; Yogendran et all, 1987], grâce à leurs caractères hydraulique et pouzzolanique.. Ce qui n'est pas le cas des additions quasiment inertes de type I (fillers calcaires et siliceuses).

La normalisation déterminant des critères spécifiques concernant les principales caractéristiques granulaires physiques et chimiques de ces additions sont synthétisé dans tableau 1.1 qui donne un aperçu global des principales caractéristiques demandées.

Tableau 1.1 Spécification sur la normalisation européenne et française des additions pour béton hydraulique

Addition et norme	Type (selon EN 206)	Caractéristiques physiques et chimiques	Valeurs spécifiées
Laitier Vitrifié de Haut Fourneau NFP 18-506	II	-Etendue granulaire (um) -Passant à 315um -Passant à 80 um -Surface spécifique Blaine (en m ² /kg) -Masse volumique absolue (en kg/m ³) -Module chimique I(teneur en Ca O en %x teneur en Al ₂ O ₃ EN %) -Indice d'efficacité hydraulique h à 7 jours à 28 jours	315/0 100% Catégorie A ≥ 70% Catégorie B ≥ 90% Catégorie 255 à 325 catégorie B > 325 De 2700 à 3000 I ₁ < 425 425 ≤ I ₂ ≤ 550 I ₃ > 550 H ₂ ≥ 0.6; h ₃ ≥ 0.7h h ₁ ≥ 0.6; h ₂ ≥ 0.75; h ₃ ≥ 0.85
Cendres Volantes NF P 18-505 NF EN 450	II	-Etendue granulaire(um) -Passant à 45 um -Passant à 315 um -Masse volumique absolue (en kg/m ³) -Teneur en Si O ₂ -Perte au feu -Teneur en Cl ⁻ -Teneur en SO ₃ -Teneur en Ca O libre -Indice d'activité I 28 jours 90 jours	315/0 >60% 100% De 2000à 3000 >25% >5% <3% <0.1 <1% I ₂₈ > 75% I ₉₀ > 85%

<p>Fumée de silice NF P 18-502</p>	<p>II</p>	<p>-Masse volumique absolue (en kg/m³) -Masse volumique apparente (en kg/m³). -Surface spécifique BET (en m²/kg) -Teneur en Si O₂ .Teneur en Cl⁻ -Teneur en SO₃ -Teneur en Ca O libre</p>	<p>Classe A 2100 à 2300 Classe B 2100 à 2400 De 150 à 900 Classe A20000 à 35000 Classe A 20000 à 35000 Classe A>85% Classe B 70 à 80 <0.2% <2.5% <4%</p>
<p>Additions calcaires NFP 18-508</p>	<p>I</p>	<p>-Passant à 63 um -Surface spécifique Blaine (en m²/kg) -Teneur en carbonates totaux. -Teneur en Ca CO₃ -Teneur en Cl⁻ -Tendice d'activité *limite spécifiée inférieure *limite absolue inférieure</p>	<p>>65 >220 >90% >65% <0.1% <0.15% 0.71% 0.68%</p>
<p>Additions Siliceuses NFP 18-509</p>	<p>I</p>	<p>-Passant à 63um -Masse volumique absolue (en kg/m³) Type A Type B -Surface spécifique Blaine (en m²/kg) Toutes additions Additions hautes finesse -Teneur en Quartz -Teneur en SiO₂ -Teneur en Cl⁻ -Indice d'activité à 28 jours *Limite spécifiée inférieure Toutes additions Additions de haute finesse *Limite absolue inférieure Toutes additions Additions de haute finesse</p>	<p>>55% MV_a≤27002600≥ 2500≤MVA≤2450 >150 >550 >95% >96% >0.1% 0.70 0.80 0.68 0.75</p>
<p>Fillers NF P 18-501</p>	<p>I</p>	<p>-Etendue granulaire (um) -Passant à 80 um -Surface massique Blaine (en m²/kg) -Teneur en Cl⁻ -Teneur en SO₃</p>	<p>0/315 85% A:<200; B:200à 400 C:400 à 600; D:>600 <0.1% <1%</p>

1.2.2 Les additions non normalisées

Bien que on assiste à une évolution spectaculaire des textes normatifs notamment européens, il est important de souligner que plusieurs produits minéraux qui ne sont pas pris en compte par la normalisation spécifique sur les additions ont fait objet

d'études plus ou moins approfondies quant à leur potentiel d'utilisation comme additions dans le béton sans vouloir dresser une liste exhaustive nous signalons ici quelques exemples caractéristiques :

le méta kaolin [**Murta, 1983, Oriol 1995, Oliveira 2005**].

- les oxydes de titane [**Cyr, 1999**].
- les oxydes de zirconium [**Orlans 1987**].

1.3 Les additions et la normalisation du béton hydraulique.

La normalisation spécifique des additions pour béton hydraulique tolère maintenant l'utilisation des additions de type I et II dans le béton hydraulique au même titre que les autres constituants du béton. La norme NF 18-305 sur les BPE (béton prêt à l'emploi, par exemple permet l'utilisation des additions en substitution partielle du ciment CPA-CEM I classe 42.5 et supérieure.

Dans ce cas la quantité du liant équivalent du béton L_{eq} (kg/m^3) prenant compte l'apport des additions au même titre que le ciment est définie par la formule :

$$L_{eq} = C + k F \quad (\text{Eq 1.1})$$

Ou :

C est la quantité du ciment dans le béton (en kg/m^3)

F est la quantité d'addition dans le béton (en kg/m^3)

k est un coefficient forfaitaire de prise en compte des additions dans le liant en fonction de la nature du dosage et de l'indice d'activité ou de l'indice d'efficacité hydraulique de l'addition déterminé dans la normalisation spécifique .

L'indice d'activité à un âge donné est défini par le rapport de la résistance en compression de mortier normalisés avec et sans substitution de 25 % de la masse du ciment CPA-CEM I par l'addition concernée en conservant constante les masses de sable et de l'eau. L'indice d'activité hydraulique est défini par le rapport de la résistance en compression de mortiers normalisés avec et sans substitution de 50% de la masse du ciment CPA-CEM I par exemple le laitier dans des conditions analogues.

1.4 Les additions et la normalisation des ciments.

Rappelons qu'à l'exception des fillers siliceux les additions pour béton hydraulique ont été depuis plusieurs décennies utilisées comme constituants des ciments.

La normalisation actuelle sur les ciments courants (NF P 15-301 et EN 197) est cependant beaucoup moins exigeante vis-à-vis des caractéristiques requises pour ces constituants principaux par rapport à la normalisation spécifique des additions pour béton. En effet les principaux critères concernent essentiellement la composition chimique des additions afin de garantir leur caractère hydraulique latent ou pouzzolanique (tableau 1.2). En revanche la normalisation sur les ciments précise les caractéristiques des schistes calcinés qui ne disposent pas de normalisation entre cendres volantes siliceuses et calcique que la normalisation spécifique ne mentionne pas.

1.5. Caractérisation de l'activité d'une addition minérale

1.5.1. Indice d'activité

Conformément à la norme NF EN 196-1 un mortier normalisé est constitué, en masse, d'une partie de ciment, de 3 parties de sable et d'une demi-partie d'eau. Les mortiers avec additions sont obtenus dans les mêmes conditions en remplaçant une fraction massique p (taux de substitution) de ciment par l'addition minérale, les quantités de sable et d'eau restant inchangées. Les paramètres de compositions satisfont la relation (Eq. 1.2).

Tableau 1.3. Normalisation des additions participant dans la composition des ciments courants (selon NF P 15-301)

Type de l'addition	Caractère principal	Caractéristiques spécifiques
Laitier granulé de haut fourneau (S)	Matériau hydraulique latent (présentant des propriétés hydrauliques lorsqu'il a subi une activation convenable)	Teneur en laitier vitreux > 67% Teneur en $(Ca + MgO + SiO_2) > 67\%$ Rapport $(CaO + MgO) / SiO_2 > 1$

Cendres volantes Siliceuses (V)	Matériau composé de particules sphériques vitrifiées ayant des propriétés pouzzolaniques	Perte au feu <7% Teneur en SiO ₂ >25% Teneur en Ca O réactive<5%
Cendres volantes Calciques (W)	Matériau composé de particules sphériques vitrifiées ayant des propriétés hydrauliques et/ ou pouzzolaniques	Perte au feu <7% Teneur en CaO réactive:≥5% Si 5≤CaO réactive ≤15% Alors SiO ₂ >25% Si CaO réactive>25% Alors résistance en compression ≥10 MP _a à 28 jours
Fumées de silice (FS)	Matériau composé de particules sphériques siliceuses inférieures au micromètre ayant des propriétés pouzzolaniques	Teneur en Ca O réactive: Classe A < 1.2% Classe B:20% Teneur en SiO ₂ Classe A>85% Classe B:70à 85%
Schistes calcinés (T)	Roche sédimentaire de structure feuilletée	Pas de spécification
Additions calcaires(L)	Matériau composé de particules provenant du broyage des roches calcaires(massives ou meubles)	Teneur en carbonates totaux >90% Teneur en Ca CO ₃ >65%

$$\frac{E}{C_0} = \frac{E}{C+A} = 0,5$$

(Eq 1.2)

- C₀** est la masse de ciment dans le mortier témoin
C est la masse de ciment dans le mortier avec addition,
A est la masse d'addition
E est la masse d'eau.

Les normes NF EN 450 « Cendres volantes pour béton » et NF P 18-508 « Additions calcaires » définissent une valeur conventionnelle de l'indice d'activité lorsque le taux de substitution est fixé à 25%.

Cet indice, noté i , est défini comme le rapport des résistances mécaniques en compression d'éprouvettes confectionnées selon la norme NF EN 196-1 « Méthodes d'essais des ciments » de mortier au même âge, préparées les unes avec le ciment d'essai, les autres en remplaçant une fraction p du ciment par une même masse de l'addition considérée.

Dans le cas général d'une addition quelconque, nous écrivons :

$$i(p) = \frac{f_p(t)}{f_0(t)} \quad (\text{Eq 1.3})$$

Où $f_p(t)$ est la résistance du mortier contenant une fraction p d'addition et $f_0(t)$ est la résistance du mortier témoin (sans addition).

Les cendres volantes (NF EN 450) par exemple doivent avoir un indice d'activité normalisé ($p = 25\%$) supérieur ou égal à 0,75 à 28 jours et 0,85 à 90 jours. Les fillers calcaires doivent présenter un indice d'activité à 28 jours supérieur ou égal à 0,71 pour satisfaire à la norme NF P 18-508.

1.5.2. Concept du coefficient k

Selon la norme européenne la plus récente EN 206-1, le concept du coefficient et de liant autorise la prise en compte additions de type II et de certaines additions de type I (voir 2.1.1) :

- en remplaçant le terme « rapport eau/ciment » par celui de « rapport eau / (ciment + $k \times$ addition) », l'eau étant par définition l'eau efficace.
- en remplaçant l'exigence relative au dosage minimal en ciment par la même exigence appliquée au liant équivalent.

Selon cette même norme, le liant équivalent est constitué de ciment de type CEM I 42.5 N ou CEM I 42.5 R ou CEM I 52.5 N ou CEM I 52.5 R et des additions normalisées (voir 1.2.1).

Pour tenir compte des apports respectifs des constituants vis-à-vis de la durabilité, la qualité de liant équivalent est définie par la formule :

$$\text{Liant équivalent} = C + kA \quad (\text{Eq 1.4})$$

Où :

C est la quantité de ciment par mètre cube de béton (en Kg/m³)

A est la quantité d'addition par mètre cube de béton prise en compte dans le liant équivalent (en kg/m³) et dont la valeur maximale est définie par le rapport A/(A+C) pour les différentes classes d'expositions (tableau NA F1 norme NF EN 206-1 2004). Si une plus grande quantité d'addition est utilisée l'excédent, ne doit pas être pris en compte ni pour le calcul du rapport eau / (ciment + k x addition), ni pour le dosage minimal en liant équivalent.

k est le coefficient de prise en compte de l'addition considérée (voir tableau 1.3).

Le tableau 1.3, synthétise l'aptitude générale de prise en compte du coefficient k à l'emploi pour béton.

Tableau 1.3 Valeur du coefficient k (selon la norme NF EN 206-1, septembre 2004)

Dénomination de l'addition	Valeur du coefficient k	Condition supplémentaire à remplir
Addition de type II		
Cendre volante pour béton	0.60	Si $i_{28} \geq 0.83$ et $i_{90} \geq 0.95$
	0.50	Si $i_{28} \geq 0.80$ et $i_{90} \geq 0.90$
	0.40	Si $i_{28} \geq 0.75$ et $i_{90} \geq 0.85$
Fumées de silice.	2.0	Si dans l'exposition XA E/C ≤ 0.45 et $C \geq 295 \text{ Kg/m}^3$
	1.0	Si dans l'exposition différente E/C ≤ 0.45 et $C \geq 280 \text{ kg/m}^3$
		Dans les autres cas ou sur prescription particulier
Laitiers vérifiés moulus de haut fourneau de classe B	0.90	$h_{3/7} \geq 0.70$ $h_{3/28} \geq 0.85$
Addition de type I		
Additions calcaires	0.25	$i_{28} \geq 0.71$
Additions siliceuses de classe A	0.25	$i_{28} \geq 0.71$
Toutes additions		
Pour les quantités d'additions dépassant les valeurs indiquées (NAF1 et NA F2 Norme NF EN 206-1) et pour les autres additions que celles mentionnées dans 1.5.1	0.00	
NOTE i_{28} i_{90} $h_{3/7}$ $h_{3/28}$ sont des indices d'activité ou de pouvoir hydraulique déterminés selon les normes d'essais de l'addition considérée.		

1.5.3 Concept de performance équivalente du béton.

Le concept de performance équivalente du béton permet de modifier les exigences énoncées dans la Norme EN 206-1 (2004), en ce qui concerne le dosage minimale en ciment et le rapport maximale eau/ciment dans le cas où une addition spécifique est utilisée avec un ciment spécifique dont l'origine et les caractéristiques de chacun sont clairement définies et consignées

Conformément aux exigences de cette même norme, il doit être prouvé que le béton à une équivalence de performance avec celle du béton de référence en particulier pour ce qui concerne son comportement vis-à-vis des agressions de l'environnement et sa durabilité, conformément aux exigences pour la classe d'exposition. La norme exige aussi que les essais doivent être effectués au même moment et dans le même laboratoire accrédité pour les essais correspondant et expérimenté dans leur conduite. Il convient que le mode opératoire des essais assure un degré de confiance similaire dans les performances du béton conforme aux exigences des normes, et contenant du ciment conforme à la norme EN 197-1

1.5.4 Définition de l'addition théoriquement inerte

Une addition est théoriquement inerte si elle ne manifeste aucune propriété liante, ni ne modifie les propriétés du ciment. L'addition inerte ne développe donc pas de réaction chimique avec les autres composants du mortier. Elle est aussi théoriquement inerte d'un point de vue physique et ne modifie pas la cinétique d'hydratation du ciment.

Une addition peut être inerte d'un point de vue chimique sans pour autant l'être d'un point de vue physique. Le calcaire par exemple ne peut pas être considéré comme une addition inerte dans la mesure où il donne lieu à des réactions chimiques avec le ciment qui favorise la formation des aluminates et des carboaluminates du moment qu'il y a réaction chimique entre le carbonate de calcium et l'aluminate tricalcique [**Soroka et Stern, 1976, Baron 1996**).

Le quartz peut être considéré comme inerte s'il est constitué à plus de 98% de silice cristallisée (données Sifracco et tableau 2.4). Néanmoins, Benezet et Benhassaine montrent à partir d'un essai chapelle que le quartz peut réagir en présence de chaux et sous certaines conditions expérimentales et donne lieu à une réaction pouzzolanique [Benzet et Benhassaine 1999]. Même si le quartz peut réagir sous certaines conditions, il n'est pas prouvé qu'il en serait de même lorsque le quartz est incorporé dans un mortier ou un béton. Selon Chapelle, il n'y a « pas de corrélation entre la quantité de chaux fixée dans cet essai et l'intensité de l'action pouzzolanique constatée par les essais *mécaniques* » [Lawrence et all 2005, Chapelle 1958].

1.6 L'action des additions dans les matériaux cimentaires

1.6.1 Les principaux effets

De part leur réactivité en présence de ciment et leur finesse les additions minérales provoquent des modifications significatives dans les propriétés des matériaux cimentaires. Les mécanismes à l'origine de ces modifications sont particulièrement complexes cependant plusieurs études récentes dans ce domaine [Baron 1996, Lawrence et all, 2005 Notat 1994, Uchikawa et Hamhara, 1996] s'accordent pour distinguer trois principaux effets des additions dans un matériau cimentaire :

- un effet granulaire agissant sur les propriétés rhéologique et la compacité de la structure granulaire des matériaux cimentaires à l'état frais et durci.
- un effet physico-chimique et microstructural agissant sur l'évolution du processus d'hydratation du ciment au cours de la prise et le durcissement
- un effet chimique dû à l'activité chimique propre à certaines additions en milieu cimentaire Cet effet agit également au cours de l'hydratation du ciment et interagissant fortement avec l'effet physico-chimique et microstructural.

Il est important de souligner que ces différents effets peuvent intervenir simultanément voire une superposition de ces effets influençant les propriétés à l'état frais et durci du matériau cimentaire. Ce qui complique l'évaluation de la contribution des additions minérale aux performances des matériaux cimentaire.

1.6.2 L'effet filler

L'effet « filler » appelé aussi effet « granulaire » est par définition l'incorporation d'addition minérale dans un matériaux cimentaire en mesure de modifier le squelette granulaire du mélange. L'incorporation d'une addition minérale peut avoir des conséquences favorables et compenser un déficit en particules fines dans la mesure où les particules parviennent à remplir d'une partie du volume des vides du squelette granulaire et libérer l'eau contenue dans les pores. Si la quantité d'eau est réduite pour conserver la même maniabilité, alors la résistance mécanique peut s'améliorer. Cet accroissement de la résistance est appelé « l'effet filler ».

La réduction progressive du dosage en eau pour une même consistance en incorporant les additions a été démontrée par **Lewandowski, 1983**, en remplaçant une partie du ciment par des cendres volantes dans une formulation de béton. De même, **Yogendran 1987, Pala, 2007 et De Larrard et al 1999** en introduisant les fumées de silice et les laitiers de haut fourneau. Ces études révèlent l'existence d'une optimisation des propriétés du squelette granulaire par incorporation d'additions minérales selon la finesse, la morphologie, la nature et la quantité choisies. Il a été démontré que l'effet de la finesse est bénéfique pour les surfaces spécifiques en dessous de $500 \text{ m}^2/\text{kg}$ [**Lawrence et al, 2005**]. L'influence de la morphologie des additions selon qu'ils sont de forme irrégulieres, angulaires ou arrondies. Il a été prouvé [**Kara-Ali 2002**] que l'effet était significatif.

Malgré une multitude de résultats expérimentaux disponibles relatifs à l'effet granulaire des additions dans les mélanges cimentaires, nous ne disposons pas actuellement d'une approche suffisamment construite et approfondie, capable de prévoir si une addition donnée peut ou non produire un effet granulaire favorable dans une formulation. A fortiori nous ignorons sur quel critère nous devons appuyer le choix des additions, notamment les additions à faible activité de type II (additions calcaires et siliceuses), capables d'améliorer les propriétés mécaniques en optimisant le mélange granulaire.

1.6.3 L'effet physico-chimique et microstructurale

L'effet physico-chimique et microstructural appelé aussi effet physique de surface [Lawrence et al, 2005] concerne les modifications induites par les multiples interactions entre les particules d'additions minérales et le processus d'hydratation du ciment et sur la structuration des produits hydratés. Il n'est plus à démontrer [Soroka et Stern 1976, Takemoto et Uchikawa 1980, Costa et Masazza 1981, Mohan et Taylor 1981, Melland 1983, Hanna 1987, Monoux 1994, Notat 1994, Jiang et Van damme 1996, Baron 1996, Maltais et Marchand 1997, Lawrence 2000, Agarwal, et. Gulati 2006] que les additions jouent le rôle de site de nucléation hétérogène au cours des réactions d'hydratation du ciment, permettant une meilleure répartition des produits hydratés. D'après Baron (1996) l'introduction des additions notamment calcaires produisent même un excès d'hydrates formés ce qui contribue à l'amélioration des performances de la matrice cimentaire. Pour les additions calcaires la présence de carbonate de calcium (CaCO_3) favorise l'hydratation du C_3S dès le premier instant, d'autant plus que la quantité de CaCO_3 est grande (Jusqu'à 20 % en masse du ciment. Aussi la présence des additions accentue les réactions d'hydratation surtout si les particules. Lawrence (2000), Jiang et Van Damme (1996), en étudiant l'action des additions et calcaires sur le processus d'hydrations de C_3S pur, ont pu montrer que la quantité de chaleur dégagée est modifiée par l'incorporation d'additions.

Plusieurs hypothèses ont été émises pour expliquer l'action des additions sur le processus d'hydratation du ciment certains auteurs [Lawrence 2000 Baron 1996], considèrent que L'hydratation du ciment n'est généralement pas totale, même pour les grandes échéances. Les hydrates nouvellement formés s'opposent à l'hydratation complète du ciment. Pour les mortiers normalisés qui sont fortement dosés en ciment, l'agglomération (floculation) de grains de ciment est inévitable. L'hydratation totale du ciment au coeur du flocculat est alors quasiment impossible.

Dans le mortier avec addition, une fraction du ciment est remplacée par une addition minérale de finesse variable. Le dosage du ciment dans la composition est alors réduit. Les grains d'addition, sous l'effet du malaxage, dispersent les grains de ciment et s'opposent à la formation de flocculat de ciment. Comme l'illustre le schéma de principe de la figure 1.1, la dispersion des grains de ciment est facilitée si l'addition minérale est finement divisée (Lawrence 2000).

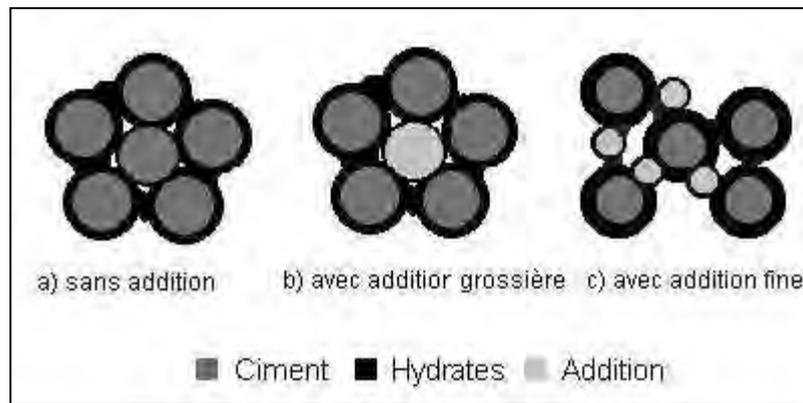


Figure 1.1 : schéma descriptif de l'action d'une addition minérale (Lawrence 2000]

Quelle que soit l'origine de l'effet physico-chimique et microstructural les propriétés des matériaux durcis (et en premier lieu les résistances mécaniques) sont sensiblement favorisées aux jeunes âges par la présence d'additions, cependant cet effet favorable semble s'estomper avec le temps. **Hunsson (1991)** a montré qu'à long terme les additions utilisées dans certaines proportions pouvaient avoir un effet retardateur (cas des cendre volante ou les fumées de silice) plus important que l'effet accélérateur aux jeunes ages.

1.6.4 L'effet chimique

L'effet chimique concerne la capacité des additions, caractérisées par des propriétés pouzzlaniques et/ou hydrauliques, à réagir avec l'eau et les constituants anhydres ou hydratés du ciment pour former de nouvelles phases minérales qui contribuent à la résistance mécanique au même titre que les produits hydratés du ciment

La normalisation européenne actuelle définit les additions chimiquement actives comme étant de type II en prenant en compte soit leur activité hydraulique latente (c'est le cas du laitier de haut fourneau), soit leur activité pouzzolanique (c'est le cas de la fumée de silice et des cendres volantes, parmi les additions disposant d'une normalisation spécifique). Cette activité chimique se traduit en premier lieu (comme nous l'avons signalé) par un gain de résistances mécaniques.

D'autres additions qui ne sont toujours pas normalisées présentent également une activité pouzzolanique en raison de leur teneur en phases siliceuses actives dans leur composition qui réagissent avec la portlandite comme les schistes calcinés et les métras kaolins [**Murat, 1983, et Cabrera et Nwaubani, 2001**].

Par ailleurs plusieurs auteurs s'accordent à soutenir l'idée selon laquelle les additions calcaires présentent aussi une réactivité en présence des produits hydratés du ciment et forment des carboaluminates de calcium hydratés [**Baron 1996, Ollivier 1981**]. L'activité chimique des additions calcaires est toutefois significativement plus faible que celle des additions siliceuses à caractère pouzzolanique. Ceci peut être appréhendé en particulier si on tient compte de ces effets à longue échéance, **CYR et al (2000)** l'ont confirmé en comparant l'évolution des résistances mécaniques des mortiers confectionnés avec deux cendres volantes et une addition calcaire.

.

1.6.4.1 Réaction pouzzolanique

La réaction pouzzolanique concerne principalement les fumées de silices, les cendres volantes siliceuses (Classe F), les pouzzolanes naturelles ou les schistes calcinés. La silice amorphe présente dans ces différentes additions réagit, en présence d'eau, avec ce que l'on appelle dans le monde de l'industrie cimentière « portlandite » qui est produite par l'hydratation du ciment pour former les silicates de calcium hydratés C-H-S suivant la réaction chimique ;



En pratique : $x \leq 1,15$ [**Waller 1999**]

L'accroissement de résistance qu'elle provoque prend toute son ampleur pour les longues échéances [**Carles-Gibergues 1961, Torben et Hansen 1990, Appa Rao 2001**], par exemple a pu montrer que pour un rapport E/C = 0.5 maintenu constant l'incorporation d'une fumée de silice jusqu'à 30 % par substitution au ciment favorise une augmentation des résistances en compression avec la quantité de l'addition indépendamment de l'âge du mortier. Egalement **Kwan 2000** a montré que quelque soit le rapport eau / liant, la résistance en compression des mortiers augmente avec la teneur en fumée de silice dans la limite de 15% de substitution du ciment par l'addition.

Même pour le quartz (considère à priori comme inerte en milieu cimentaire), **Benezet et al 1999**, ont également montré que les particules de quartz cristallisés et finement broyé dont le diamètre est inférieur à 5 μm peuvent également réagir avec la portlandite. Aussi **Hunsson 1981** a montré que le zircon pouvait apparaître chimiquement plus actif que les additions calcaires malgré sa totale inertie chimique en milieu basique.

Il ressort de cette étude que l'effet chimique lorsqu'il est favorable, est complémentaire à l'effet physico-chimique et microstructural. Son action sur les propriétés des matériaux cimentaires durcis se mesure par modification du volume et de la nature des produits hydratés formés. Néanmoins leur forte synergie empêche toute distinction claire entre ces effets qui restent complexes [**Baron 1996**].

1.4.6.2 Formation des carbo-aluminates

Plusieurs auteurs [**Bessey 1938, Regourd 1980, Soroka et Stern 1976, 1977, Ollivier 1981, Ramachandran 1986, Esacadeillas 1988**] se sont penchés sur l'hydratation du ciment en présence de filler calcaire. Plus récemment **Chloup-Bondant 1996** a étudié les mécanismes réactionnels de l'hydratation du C_3S et du C_3A en présence d'un filler calcaire. Il a été prouvé que les additions calcaires, la calcite réagit avec les aluminates du ciment (C_3A , C_4AH_{13}) en présence d'eau pour former un mono carbonate de calcium hydraté du type $\text{C}_3\text{A} \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$, cristallisant en fines plaquettes hexagonales.

L'utilisation des fillers calcaires est généralement favorable à l'amélioration de la maniabilité d'un mortier ou d'un béton. Il est alors possible de réduire la quantité d'eau du mélange, entraînant en répercussion une hausse de la résistance : c'est l'effet filler (voir paragraphe 1.4.2). Le Besoin en eau dépend de la finesse et de la morphologie des additifs introduits et peut varier de 1 à 4 [**Kara, 2002**].

Néanmoins, il n'est pas prouvé que la formation des carbo-aluminates conduise à un accroissement de la résistance par effet chimique [**Soroka et Stern 1976, 1977**] dans les bétons ou les mortiers, même si cela a pu être mis en évidence sur des pâtes pures de C_3A [**Budnikov 1960 et Spohn 1965**], cités dans [**Soroka et Sterne, 1976**].

1.7 Les additions calcaires et leurs utilisations dans les bétons prés à l'emplois BEP.

Les fillers calcaires qui sont actuellement classés comme additions de type I par la nouvelle norme européenne EN 206 -1 (septembre 2004) sont généralement obtenus par broyage de roche au niveau des stations de concassage. Ils sont souvent produits avec le sable à des taux variables dépassant par fois les 25 % (par rapport au poids du sable) [Benachour 1992].

Les fillers comme de nombreux produits peuvent être utilisés comme addition dans le béton, mais très souvent on leurs attribuent une influence néfaste sur les propriétés du béton. Ce qui n'est pas le cas des co-produits industriels tels que les cendres volantes, les fumés de silices et les laitiers de haut fourneau qui ont été d'un apport positif grâce à leur caractère hydraulique et pouzzolanique. Leurs utilisations a été généralisés comme additions dans les bétons et les bétons à haute performances [De Larard, 1988, Pala, et all 2007, Yogendran et all, 1987]. Cependant, le prix de ces additions est relativement élevé comparativement aux additions calcaires et siliceuses. D'autant plus que dans les granulats et notamment le sable produits par concassage, les fillers peuvent déjà existé.

D'un pays à un autre ont accordaient des taux variables et modérés. En Grande Bretagne leur utilisation a été récemment autorisée. En France même pour les ciments le taux de fillers autorisé ne dépassait pas 5 % (NF 15 301 1995). Par méfiance les tolérances des spécifications dans la plupart des pays, étaient faibles par rapport aux normes européennes actuellement en vigueur ou le taux accordé est plus élevé,[EN 206-1, EN 933, ENV 1971, EN 12680 2002].

Cette réticence provenait du fait que les éléments nocifs les plus courants se trouvent dans les matériaux fins. Les éléments de pollutions peuvent être assez divers, mais les plus couramment redoutés sont les matières organiques, sels minéraux (essentiellement sulfates et sulfures) et surtout les argiles. Dans un grand nombre de pays l'essai calorimétrique [NFP 18 598-1979] permet d'identifier la présence des matières organiques. Les sels minéraux sont détectés et quantifiés par des essais classiques de chimie minérale (actuellement EN 1744- 1998). Pour la

nocivité des argiles, il faut reconnaître que dans les années soixante dix, le seul essai qui permettait d'apprécier la propreté d'un matériau est l'essai d'équivalent de sable [NFP 18 598, 1979. EN 933-8]. Cet essai imaginé par le laboratoire routier de Californie initialement destiné au sol peu plastique est très souvent mal interprété du moment qu'il ne permet pas de faire la distinction entre les fillers nécessaires pour le béton et les colloïdes nocifs. En effet un sable limoneux à un ES = 80 % est plus nocif qu'un sable présentant des fines inertes dont l'ES n'est que 30 % [Rabot et al, 1972]. Le principe de l'essai d'Equivalent de sable consiste à mesurer la surface spécifique totale [EN 933-9] et il est extrêmement sensible à la présence d'argile nocif, des matières organiques et les hydroxydes de fer [Dupain et al, 2000]. La norme la plus récente [NF EN 12620, 2003] tolère plutôt un équivalent de sable supérieur à 50 % accompagné d'une valeur au bleu de méthylène, alors que dans les années quatre vingt pour un sable propre la valeur de l'ES exigée doit être supérieur à 75 %, 65 % [Dreux, 1964., Dreux 1990, NF 18 301]. Certaines études ont montré que des sables de différentes carrières dont l'ES est de 85 % (à 0% de fillers) est d'autant propre qu'un dont l'ES est de 50 (à 25% de fillers) tant que la valeur de bleu de méthylène est la même [Benachour 1992]. Il en résulte donc que ce n'était pas lié au taux d'addition de fillers à admettre mais plutôt à leur qualité.

Les producteurs de granulats ont vu leur produit rejeté à cause de la présence de fillers du moment qu'ils ne répondent pas aux exigences des normes. Puisque les fillers calcaires et siliceux sont susceptibles de contenir des pollutions argileuses. Pour surmonter cette difficulté, les carrières étaient obligés de s'équiper d'avantage et sans cesse de matériels permettant le lavage ou la récupération par defilirisation des fines de concassage pour atténuer leur excès. Cela engendre des surcoûts alors qu'il serait raisonnable et moins coûteux de chercher d'utiliser des sables contenant déjà des fillers du moment que maintenant les additions calcaires sont plutôt recommandé et contribuent plutôt à lui conférer des caractéristiques particulières

Les récentes études expérimentales considèrent que les additions minérales incorporées dans les mélanges cimentaires ne conduisent pas systématiquement à améliorer la rhéologie du béton [Kara, 2001] et contribuent d'une manière significative à l'augmentation de résistances (Topçu, 2003]. La plupart des

chercheurs [**Moosberg-Bustnes et al 2004, Lawrence, et al 2005 Tsivilis, et al 1999, Bonavetti et al, 2003 Boel et al 2007**], se préoccupent à optimiser les additions inertes par substitution au ciment en maintenant un rapport E/C constant et d'optimiser ces ajouts. Très peu d'études ont été faite par substitution de sable [**Celik et Mamer 1996, Uchikawa et al, 1996, Topçu, et Ugulru 2003**]. La difficulté réside dans le fait de maintenir tous les facteurs constants de formulation pour pouvoir faire une bonne comparaison. Or, selon que l'on fixe un E/C constant ou une consistance constante cela se répercute sur les performances du matériau [**Baron 1996**]. La démarche et les données sont différentes lorsqu'on utilise les additions par substitution aux ciments ou par substitution aux sables. Pour les sables, la substitution entraîne l'effet granulaire du moment que l'influence du module de finesse est prépondérante [**Dreux 1969**]. Or, la plupart des études ont été faite sur des additions minérales par substitution au ciment et la manière d'aborder le sujet est différente et de ce fait les résultats doivent être interprété différemment.

Aussi plusieurs études se sont tournées sur les modèles de prise en compte dans les formulations de bétons aux cours de ces dernières décennies, comme, **Kadri 1998** qui a proposé un modèle de prise en compte des fumées de silice, en se basant sur la modèle prédictif de Bolomey. Plus récemment **Lawrence (2000)** qui a proposé une approche générale prenant en compte l'effet physico-chimique des cendres volantes et des additions calcaires et siliceuses. Ils considèrent que l'extension de cette approche aux formulations de bétons demande une adaptation complémentaire. **Lawrence (2000)** a pu démontrer que l'usage désignant l'activité des additions de manière forfaitaire comme dans le cas de la normalisation sur le béton prêt à l'emploi BPE (NF P 18305) ne pouvait pas être utilisé dans les modèles prédictifs. Il trouve que la prise en compte des additions dans les modèles doivent s'appuyer sur plusieurs caractéristiques des aditions (Physiques, chimiques, minéralogiques, granulaires) et qu'un tel coefficient (k) est variable et dépend de l'age du béton, de la finesses des additions, du comportement avec le ciment de son dosage [**Cyr 1999, Gopalan 1995**]. Ce coefficient a été aussi contesté par Bertendy, Leroux, Baron qui considèrent que ce coefficient ne peut être attribué à l'effet fillers « puisque c'est une propriété à la consistance constante, de la granularité optimale du béton » [**Baron 1996**].

1. 8 Synthèse et conclusion

A travers notre recherche bibliographique, il apparaît qu'afin d'améliorer les performances mécaniques des pâtes, mortiers, bétons, certains chercheurs se sont penchés beaucoup plus sur l'effet positif des additions incorporées individuellement sur la matrice cimentaires (pâtes, mortiers bétons) ainsi que leur nature minéralogique et leurs dosages.

Dans ce contexte, les fillers calcaires sont apparus comme un substitut possible aux cendres volantes en tant qu'additif de type II, c'est-à-dire censé jouer un rôle dans le processus de durcissement. Les additions (de type I et II) les plus fréquemment utilisées actuellement sont des cendres volantes. On assiste actuellement à un élargissement des limitations (ex : la perte au feu supérieure a ce qui est autorisé) suite à ce manque de cendres volantes. Cet élargissement se fait au détriment de la durabilité du béton (risque de dégradations dues au gel).

Les fillers calcaires devraient constituer une alternative à ce produit. L'utilisation de ce produit est encore limitée dans les centrales à béton. Elles ne sont utilisées que rarement et uniquement comme additions de type I. En outre, leur caractère pouzzolanique ou hydraulique n'est pas pris en compte ainsi que l'optimisation de leurs granularités. Les fumées de silice, les laitiers de haut-fourneau, ont été d'un apport positif grâce à leur caractère hydraulique et pouzzolanique. Leur utilisation a été généralisée comme additif dans les bétons durables et les bétons à hautes performances. Cependant, le prix de ces additifs est relativement élevé ce qui n'est pas le cas des fillers calcaires et siliceux.

Pour augmenter l'utilisation de des fillers, il est nécessaire de mieux connaître les mécanismes d'interaction des fillers avec le ciment et de déterminer les caractéristiques requises par les fillers pour une utilisation dans les mortiers et bétons.

Notre travail de recherche consiste à étudier la contribution des fillers calcaires à taux élevé sur les propriétés, physiques, mécaniques, microstructurales de transfert et de durabilité des mortiers.

1.9 Références bibliographiques

[Agarwal et Gulati, 2006], Agarwal, S K, Gulati, D, 2006

Utilization of industrial wastes and unprocessed microfillers for making cost-effective mortars, Cons. Build. Mat. vol 20, pp 999–1004.

[Baron, 1996], Baron. J, 1996,

Les additions normalisées pour le Béton,

Les bétons - Bases et données pour leur formulation, Association technique - industrie des liants hydrauliques, Eyrolles Ed., Paris, pp. 47–57.

[Bessey, 1938] Bessey G. E. 1938,

Procd. Symp. Chem. Cements, Stockholm,186.

[Benachour 1992] Benachour. Y, 1992,

Analyse de l'influence du sable de mer et du sable de carrière sur les caractéristiques du béton,

Thèse de magister, université Mentouri Constantine Algérie, 1992

[] Benezet et Benhassaine, 1999] Benezet J. C., Benhassaine A. 1999,

Influence de la taille des particules sur la réactivité pouzzolannique de poudres de quartz,

Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées,n° 219, pp 17-28.

[Boel, et al 2007] Boel, V. Audenaert, K. De Schutter, G. Heirman, G. Vandewalle, L. Desmet, B.Vantomme J, 2007

Transport properties of self compacting concrete with limestone filleror fly ash,

Mat. Struct. vol 40, pp 507–516.

[Bonavetti, et al 2003] Bonavetti, V. Donza, H. Menendez, G. Cabrera, O. Irassar, E.F 2003

Limestone filler cement in low w/c concrete: a rational use of energy,

Cem. Concr. Res. vol 33, pp 865–871.

[Cabrea et Nwaunani, 2001] Cabrea J.G Nwaunani S.O., 2001

The microstructure and chloride ion diffusion characteristic of cements containing metakaolin and fly ash.

6th International Conference on fly ash fume, slag and natural pouzzlans in concrete Bangkok, vol 1 n°8 pp 385-400

[Carles-Gibergues, 1961] Carles-Gibergues A. 1961,

Contribution minéralogique à l'étude des propriétés pouzzolaniques des cendres volantes des principales centrales thermiques françaises,

Thèse de doctorat de spécialité, Université de Toulouse. France

[Celik et Mamer, 1996] Celik, T. Mamer, K, 1996

Effects of crushed stone dust on some properties for concrete,

Cem. Concr. Res. vol 26, pp 1121–1130.

[Chapelle, 1958] Chapelle J. 1958,

Attaque sulfo-calcique des laitiers et des pouzzolanes,

Doctorat Aix Marseille.

[Chloup-Bondant M. 1996] Chloup-Bondant M. 1996,

Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire,

Thèse de doctorat université Henry Poincaré, Nancy 1. France

[Cyr, 1999] Cyr M. 1999

“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 de l'INSA de Toulouse. France

[Costa et Masazza , 1981] Costa U., Masazza F. 1981,

Natural pozolanas and fly ashes, Boston, material research society, proceedings symposium n annual meeting, vol16-18, pp 134-144.

[De Larrard., 1988] De Larrard F., 1988

Formulation des bétons et propriétés des bétons à très haute performance, Rapport de recherche LCPC N° 149, France.

[Dreux, 1964] Dreux, G , 1964.,

Contribution à l'étude de l'influence de la propreté du sable sur les qualités du béton, Annales de l'ITBTP n°198 Juin 1964.

[Dreux 1969] Dreux G, 1969

Contribution à l'étude de l'influence de la finesse des sables sur diverses qualités des bétons, Annales de l'ITPB n.261,

[Dreux 1990] Dreux.G 1990

Nouveau Guide du béton
Edition Eyrolles, Paris 1990

[Dupain et al, 2000] Dupain, R., Lanchon. R., Saint Arroman. J.C., 2000

Granulats, sols, ciments et bétons – Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais en laboratoire.

2^{ème} édition conforme aux normes européennes. Editions Educalivre. ISBN : 2- 7135-2064-9.

[Escadeillas. 1988] Escadeillas G. 1988,

Les ciments aux fillers calcaires : contribution à leur optimisation par l'étude des propriétés mécaniques et physiques des bétons fillérisés,
UPS Toulouse. France

[Husson , 1991] Husson B. 1991,

utilisation des cendres volantes à sulfite de calcium dans les bétons hydrauliques.
Thèse doctorat INSA, France

[Gopalan, 1995] Gopalan M.K 1995

Efficiency, ski strength and sorptivity of flay ash concretes
Materials and structures vol é_ pp 235-240

[Jiang et Van Damme, 1996] Jiang S., Van Damme H. 1996,

influence de fillers de nature différente sur l'hydratation et la texture des pâtes de C3S, Université d'Orléan, CNRS, rapport CRMD-ATILH.

[Kadri, 1998] Kadri E.H 1998

Contribution à l'étude de l'influence de la fumée de silice sur les caractéristiques des bétons à très hautes performances

Thèse de doctorat de l'Université de Cergy Pontoise, France

[Kara, 2001] Kara, A.R. 2001.

Influence des additions minérales sur le besoin en eau et les résistances mécaniques des mélanges cimentaires,

Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, France,

[Kwan, 2000] Kwan, A.K.H. 2000

Use of condensed silica fume for making high-strength, self-consolidating concrete
Canadian Journal of Civil Engineering, vol 27, pp 620-627.

[Lawrence et al 2005] Lawrence. P, Cyr M., Ringot E., 2005

Mineral admixtures in mortars: effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength,

Cem. Concr. Res. 35 1092–1105.

[Lawrence, 2000] Lawrence. P, 2000

Sur l'activité des cendres volantes et des additions minérales chimiquement inertes dans les matériaux cimentaires,
Thèse Doctorat Université Paul Sabatier Toulouse, France..

[Lewandowski, 1983] Lewandowski. R 1983

Versuchreihe mit flugasche-Einfluss von Flugasche-staeuben unterchiedlicher Qualitaet auf die Betoneigenschaften
Baugewerbe, , PP 44-49

[Maltais et Marchand, 1997] Maltais Y., Marchand J. 1997,

Influence of curing temperature on cement hydration and mechanical strength development of fly ash mortars,
Cement and Concrete Research, vol 27, n°7, 1009-1020.

[Meland, 1983] Meland I. 1983,

Influence of condensed silica fume and fly ash on the heat evolution in cement pastes,
SP 79-34, in Fly Ash, Silica Fumes, Slag & other mineral by-products in concrete,665-676, Détroit.

[] Minoux M. A. 1994,

Cendres volantes et microcendres : procédés d'obtentions conséquences physiques et chimiques,
Thèse doctorat INSA.

[Mohan et Taylor, 1981] Mohan K., Taylor F. W. 1981,

Pastes of tricalcium silicate with fly ash analytical electron microscopy, triamphyl silication and other studies,
Boston : material research society : effects of fly ash incorporation in cement and concrete, vol 16-18, pp194-203.

[Moosberg-Bustnes et al, 2004] Moosberg-Bustnes, H. Lagerblad, B. Forssberg, E. 2004

The function of fillers in concrete,
Mat. Struct., vol 37, pp 74–81.

[Murat, 1983] Murat. M. 1983

Hydration reaction and hardening pf calcined clays and related minerals: I. preliminary investigations of metakaolin
Cement and concrete research, vol 13 n°2, pp :59-66

[Nonat, 1994] Notat. A, 1994

Interactions between chemical evolution (hydration) and physical evolution (setting) in the case of tricalcium silicate,
Mat. Struct, vo 27 (168), pp187–195.

[Oliveira et al 2005] Oliveira. A. P, Jalali S., Fernandes J. M. et Torres E., 2005

L'emploi de métakaolin dans la production de béton écologiquement efficace
Materials and Structures vol 38, n° 3, pp 403-410 April,

[Ollivier, 1981] Ollivier J.P., 1981

Contribution à l'étude de l'hydratation de la pâte de ciment Portland au voisinage des granulats
Thèse d'état, Université Paul Sabatier de Toulouse

[Oriol, 1995] Oriol. M., 1995 ,

Etude de la réaction pouzzolanique ciment-métakaolin par traitement micro-ondes. Application à l'élaboration de composites ciment-fibres
Thèse nouveau doctorat Institut national des sciences appliquées de Lyon, Villeurbanne, France.

[Orlans, 1989] Orlans. P., 1989

Etude physico-chimique des oxides de zirconium et de dispersoide allumine-zincone Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées 1989

[Pala et al, 2007] Pala. M., Özbay M., Öztaş A et Yuce I M., 2007

Appraisal of long-term effects of fly ash and silica fume on compressive strength of concrete by neural networks,
Construction and Building Materials, vol 21, Issue 2, pp 384-394.

[Rabot et al, 1972] Rabot R Coulon C, Hamel J, 1972

Contribution à l'amélioration de l'essai d'équivalent de sable
Bull des liaisons des LPC n°57 Jav- Fev 1972.

[Regourd et Gautier 1980] Regourd M., Gautier E. 1980,

Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré,
AITBTP 387.

[Soroka I et Stern, 1976] Soroka I., Stern N. 1976,

Calcareous fillers and the compressive strength of Portland cement,
Cement and Concrete Research, vol 6, pp 367-376.

[Takemoto et Uchikawa 1980] Takemoto K., Uchikawa H. 1980,

Hydration of pozzolanic cement,
Proceedings of the 7th international congress on the chemistry of cement, Vol 1, principals reports, S.IV.2/1-IV.2/29.

[Torben et Hansen 1990] Torben C. Hansen 1990,

Long term strength of high fly ash concretes,
Cement and Concrete Research, vol 20, 193-196.

[Topçu, et Ugulru, 2003] Topçu, I. Ugulru A, E, 2003

Effect of the use of mineral fillers in the properties of concrete,
Cem. Concr. Res. vol 33 pp 1071–1075.

[Tsvivilis et al 1999] Tsvivilis, E. Chaniotakis, G. Batis, C. Meletiou, V. Kasselouri, G. Kakali, A. Sakellariou, G. Pavlakis, C. Psimadas, C, 1999

The effect of clinker and limestone quality on the gas permeability, water absorption and pore structure of limestone cement concrete,
Cem. Concr. Res. vol 21, pp 139–146.

[Uchikawa et al 1996] Uchikawa, H. Hanehara, S. Hirao, H, 1996

Influence of microstructure on the physical properties of concrete prepared by substituting mineral powder for part of fine aggregate, Cem. Concr. Res. vol 26 (1) pp 101–111.

[Yogendran et al 1987] Yogendran, V. Langan, B.W. Haque, M.N. Ward, A 1987

Silica-fume in high-strength concrete,
ACI Mater. J. 124–129.

[Waller, 1999] Waller V. 1999,

Relations entre composition des bétons, exotherme en cours de prise et résistance en compression,
Thèse ENPC. Paris

CHAPITRE 2

METHODOLOGIE EXPERIMENTALE ET MATERIAUX UTILISES

2-1 Introduction	45
2-2 Principe de la méthodologie expérimentale	46
2-3 Caractéristiques des matériaux de l'étude	47
2.3.1 Le ciment utilisé.....	47
2.3.2 Caractéristiques des fillers calcaires.....	48
2.3.3 Caractéristiques des sables après incorporation des fillers.....	51
2.3.3.1 <i>Evolution de la granulométrie et module de finesse en fonction du taux de fillers</i>	51
2.3.3.2 <i>Etude de la propreté du sable en fonction du taux de fillers</i>	53
2.4 Evolution de la fluidité du mortier en fonction du taux de fillers	54
2.4.1. <i>Essais d'affaissement au mini-cône</i>	56
2.4.2 <i>Essais de fluidité à la table à secousse</i>	57
2.4.3 <i>Essai de consistance de Vicat</i>	58
2.4.4 <i>Essai au maniabilimètre B</i>	59
2.2.5 <i>Résultats de variation de la fluidité en fonction du taux de fillers</i>	59
2.5 Méthodologie expérimentale et protocole d'essai	60
2-5 1 <i>Préparation d'échantillons et protocole d'essai</i>	60
2-5-2 <i>Gâchage</i>	61
2-5-3 <i>Démoulage et cure</i>	62
2-5-4 <i>Carottage, sciage et surfaçage</i>	62
2.6 Références bibliographiques	64

2-1 Introduction :

La présence d'éléments très fins dans les granulats et notamment dans les sables de concassage est souvent inévitable car la fragmentation de roches s'accompagne systématiquement d'une production de fines (particules de taille $< 100 \mu\text{m}$) appelées fillers. Ils sont généralement calcaires et parfois pollués par les argiles. Dans un front de taille, les argiles qui sont en surface s'infiltreront à travers les fissures du massif rocheux et polluent ainsi les fillers se trouvant dans un sable. La présence de fines contaminées par la pollution argileuse en quantité non contrôlée dans une composition de béton peut compromettre la qualité du béton.

En Algérie la plupart des stations de concassage ne sont pas équipées d'installation de défilérisation permettant de maîtriser la teneur en fines. Aussi par manque d'eau, le sable ne peut être lavé systématiquement. Certaines carrières de la région de Constantine produisent des sables à forte teneur en fines qui dépassent les 25 %. L'analyse de ces sables a montré qu'ils présentent de bonnes caractéristiques, si ce n'est un excès de fines. Les normes en vigueur jugeraient sévèrement ces types de sable et les spécifications ne sont pas forcément compatibles avec les matériaux existants en Algérie.

Dans la plupart des pays les producteurs de granulats ont vu leurs produits rejetés à cause de la présence de taux élevés de fillers dans leurs sables. Cette contrainte oblige les carriers à s'équiper d'avantage en matériel permettant la récupération de fillers de concassage afin de les vendre séparément. A la limite les carriers s'arrangent pour produire des sables avec un minimum ou dépourvus de fillers. Cela engendre des surcoûts, alors qu'il revient moins cher de chercher à utiliser des sables contenant déjà des fillers et en tenir compte pour les considérer comme addition dans le béton. La nouvelle norme européenne ENV 206 définit les fillers comme matériaux à minéraux finement divisés et pouvant être ajoutés au béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés.

Notre contribution vise à connaître l'influence de l'ajout de fillers calcaires $0/100 \mu\text{m}$ sur les mortiers. Son but est de valoriser des sables contenant un taux élevé de fillers. L'étude consiste à confectionner des mortiers contenant des sables reconstitués de manière à avoir des taux de fillers de 0, 15, 25, 35 et 45 % (par rapport au poids du sable).

Les performances des mortiers ont été évaluées par le biais de diverses propriétés:

- 1- Microstructures (densité, porosité, porosité à l'eau, porosité à mercure, l'absorption capillaire, ATG, MEB),
- 2- Caractéristiques Mécaniques (du module d'Young, résistance à la compression et résistance par flexion, comportement poromécanique, K_b et K_s),
- 3- Durabilité des mortiers (perméabilité au gaz (K_{app} , K_{int}), effet de Klinkenberg, retrait, perte de masse et gel dégel).

Dans ce chapitre nous définissons la composition et la provenance des matériaux de base utilisée. Il sera présenté les principales techniques les plus récentes pour caractériser aux mieux les fines minérales et pour mesurer les propriétés des matériaux élaborés. , Nous précisons également leur mode opératoire et les références de leurs normes correspondantes. Les plus courantes sont simplement indiquée au début de chaque exposé de résultat. Enfin nous décrivons les différents mélanges étudiés.

2-2 Principe de la méthodologie expérimentale

L'objectif de notre contribution est de connaître les principaux mécanismes d'action des additions calcaires de type I (EN 206-1) dans les matrices cimentaire. Cette étude a aussi pour but d'identifier les proportions maximales que l'on peut introduire sans compromettre la qualité et la durabilité du béton, en optimisant le mélange granulaire et de mettre en évidence d'éventuels effets bénéfiques.

Le principe est de comparer différents mortiers en introduisant par substitution massique aux sables des ajouts de fillers calcaires à différentes proportions. Pour chaque série confectionnée des caractéristiques sur mortier frais et durci ont été mesurées. Il s'agit de valoriser des sables présentant un taux élevé de fillers. Cinq séries d'essais ont été confectionnées, d'une série à une autre, nous avons fait varié principalement la teneur en fillers de 0, 15, 25, 35 et 45 %. La variation a été étudiée comme l'a recommandé Baron [Baron 1996] en maintenant une maniabilité constante. Afin d'apprécier l'influence des ajouts de fillers sur les divers propriétés des mortiers, nous avons procédé de la manière suivante ;

- Le dosage en ciment de 450 Kg a été maintenu constant pour l'ensemble des séries réalisées. Le ciment choisi est de type CEM I 52.5 (dépourvu d'ajouts)
- La maniabilité a été maintenue constante plutôt que le rapport E/C pour l'ensemble des séries réalisées. Elle a été mesurée en utilisant le dispositif du maniabilimètre B afin d'assurer le même temps d'écoulement $25 \text{ s} \pm 1$. Des essais préliminaires ont été réalisés afin de fixer le besoin en eau nécessaire et d'avoir le même temps d'écoulement.

Exceptionnellement pour l'étude de la rhéologie, le rapport E/C était maintenu constant.

- Les différents mortiers ont été comparés en introduisant par substitution au sable normalisé des ajouts de fillers à différentes proportions massiques 0, 15, 25, 35 et 45 (voir Figure 2.1)

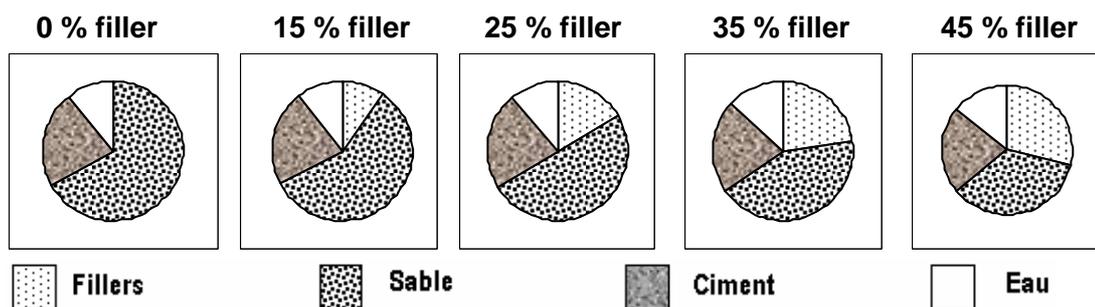


Figure 2.1 Schéma illustrant l'incorporation des fillers par substitution aux sables et dosage des autres constituants des mortiers étudiés.

2-3 Caractéristiques des matériaux de l'étude.

2.3.1 Le ciment utilisé

Le ciment utilisé est un Calcia TechnoCem de type CEM I-52.5, conforme à la norme EN 197-1. Ce ciment est de type ciment Portland Artificiel sans ajouts: il contient une quantité $\geq 95 \%$ de clinker. Les caractéristiques chimiques sont présentées dans le tableau 2.1. Les principales caractéristiques physiques et résistances à la compression ainsi que les caractéristiques complémentaires sont synthétisés dans les tableaux 2.2 et 2.3.

Tableau 2.1 *Caractéristiques chimiques du ciment utilisé.*

Constituants (%)	CEM I 52,5 N
clinker	≥ 95 %
C ₃ S	59.8 - 66.7
C ₂ S	12.8 – 15.8
C ₃ A	7.2 - 10.6
SO ₃	2.9-3.5
Na ₂ O	2.9-3.5
Equivalent Actif	

Tableau 2.2 *Caractéristiques physiques et mécaniques du CEM I 52.5 employé.*

Finesse		Résistances mécaniques mortier CEN en MPa			Début de prise	Eau pâte Pure (%)
Surface de Blaine (m ² /kg)	Refus (%) à 40 μm	1 jour	2 jours	28 jours		
350 - 457	3.13	22 -28	30 -30	60-69	2 h 00 - 3 h 25	27 - 31.2

Tableau 2.3 *Caractéristiques complémentaires.*

Teinte W*	Chaleur d'hydratation à 41 h en J/g	Maniabilité mortier E/C : 0,50 en seconde	Début de prise sur mortier		
			Température 5 °C	Température 20 ° C	Température 30 °C
55 – 62.5	330 à 390	4 à 10	6 h00 à 11h00	2h15 à 4h00	1h50 à 2h45

2.3.2 Caractéristiques des fillers calcaires.

Dans cette étude, on s'intéresse aux additions de type 1 (EN 206-1 2004). Il s'agit de fillers calcaires 0/100 μm issue de concassage de la carrière du Boulonnais, Rinxent, France. Les principales caractéristiques fournies par le producteur ont été synthétisées dans le tableau 2.4. Ces fillers sont constitués essentiellement de calcite, dont la teneur en CaCO₃ est de 98,5%. La teneur en MgCl enregistrée est très faible et inférieure à 0.5 %. Ce résultat a été aussi confirmé par la diffraction aux rayons X où on a enregistré un taux élevé de calcite avec du calcaire dolomitique CaMg(CO₃)₂ (voir figure 2.2). La finesse Blaine des fillers qui est de 375 m²/kg est de même ordre que celle du ciment utilisé (en moyenne 400 m²/kg) La valeur au bleu qui est de 0,58g/100g atteste en particulier que les fillers sont presque dépourvus d'argile. La valeur tolérée par la norme NF P 18 508 est de 1 g/100g.

Tableau 2.4 Caractéristiques physico-chimiques des fillers

	CaCO ₃ (%)	Finesse de Blaine (m ² /kg)	Valeur au bleu MBF (g/l)	Teneur en eau Wf (%)	Fe (%)	MgCl (%)
Moyenne	98,50	375.97	0,58	0,00	0,00	0.35
Ecart Type	0.36	30.45	0.10	0.00	0.00	0.17

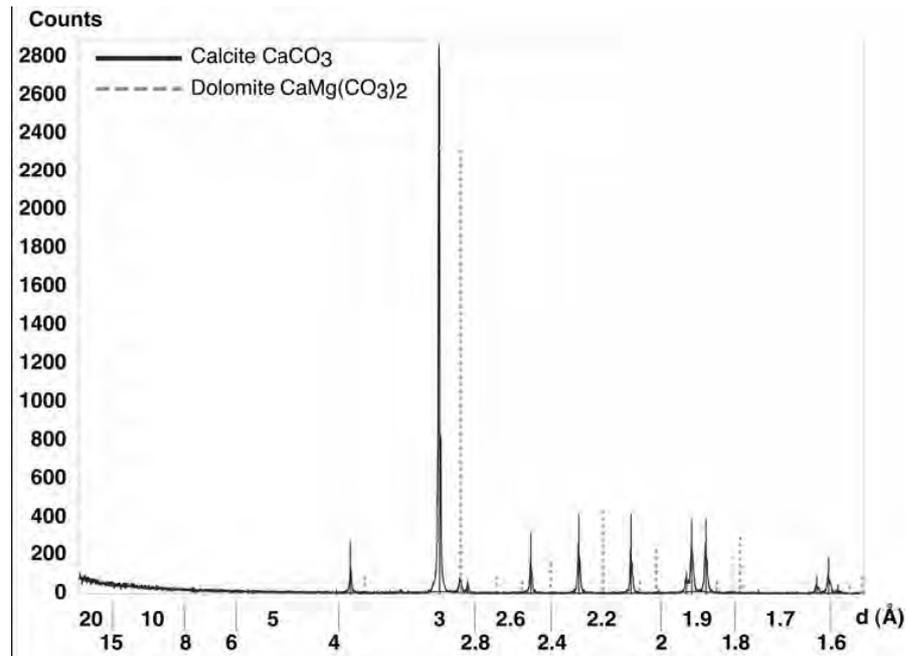


Figure 2.2 Résultats de Diffraction par Rayon X (DRX) des fillers
 On constate la dominance surtout de la calcite CaCO₃ et la dolomie CaMg (CO₃)₂.

La distribution de la taille des particules des fillers calcaires comparés à celle du ciment utilisé a été déterminée par granulométrie laser (Figure 2.3). On peut remarquer que les fillers sont plus fins que le ciment avec un coefficient de courbure $C_g = (d_{20}^2 / d_{60} * d_{10})$ égal à 1,1 pour les fillers et 1,5 pour le ciment. Le coefficient d'uniformité (ou Hazen) $C_u = (d_{60} / d_{10})$ est de 6,2 par rapport aux fillers qui est de 12,4. On peut aussi remarquer que les fillers ont une proportion de particules plus importante pour les fractions ayant un diamètre compris 0,4 à 30 μ m. Ce qui montre que les fillers ont la capacité de s'incruster entre les vides ou les interfaces entre le ciment et sable [Moosberg-Bustnes 2004]. Ce sont des particules de forme polyédrique sans saillies ni arêtes vives (figure 2.4).

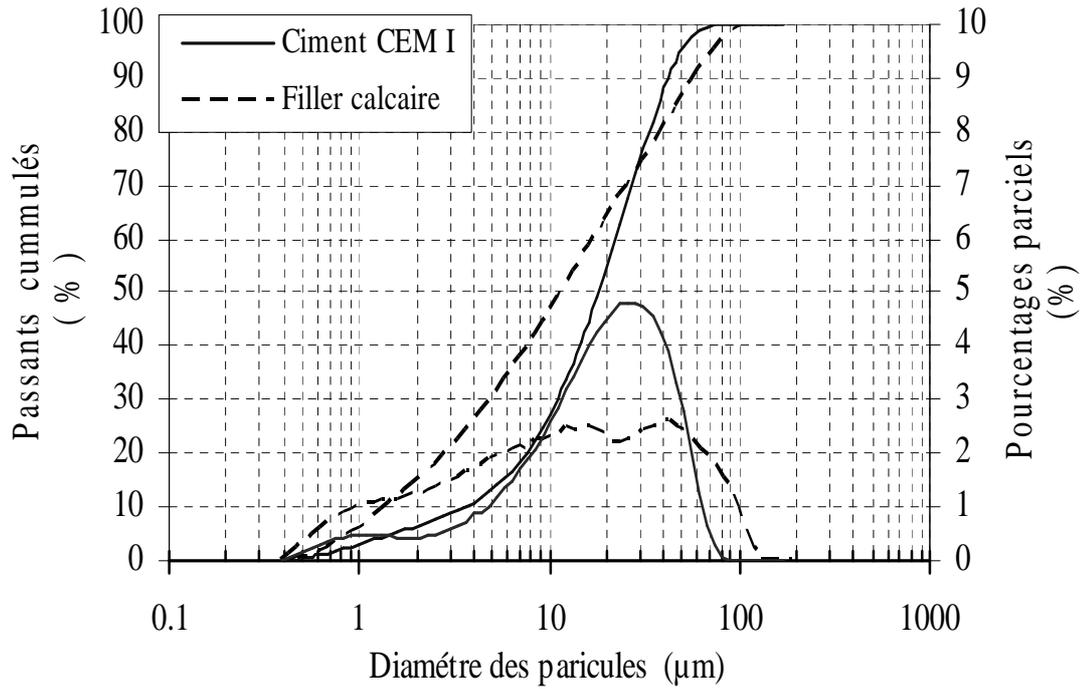


Figure 2.3 Résultat d'analyse granulométrique laser du filler et du ciment.

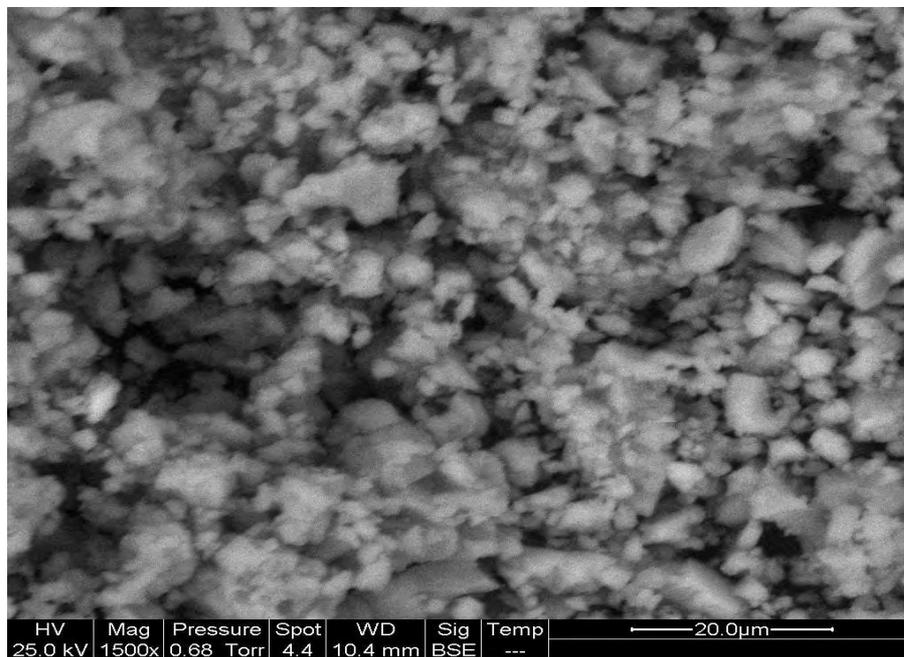


Figure 2.4 Photo MEB de fillers calcaire, se sont particules de forme polyédrique sans saillies ni arêtes vives

2.3.3 Caractéristiques des sables après incorporation des fillers

Le sable de base utilisé est normalisé, conforme à la norme EN EN 196-1. C'est ce type de sable qui a été mélangé à différent taux de fillers. Dans le but d'étudier l'évolution de la granulométrie et du module de finesse des sables reconstitué une étude préliminaire a été réalisée. Le principe est de doser le sable de base (à 0 % de fillers) de manière à obtenir des sables présentant 15, 25, 35 et 45 % de fillers. Afin d'assurer une bonne représentativité des résultats il a été choisit de travailler avec un sable normalisé (EN 196-1). A ce sable il a été rajouté par substitution des pourcentages pondéraux de 15 à 45 % de fillers calcaires 0/100 μm issue de concassage de la carrière du Boulonnais, Rinxent, France dont les caractéristiques ont été définies dans § 2.3.2.

2.3.3.1 Evolution de la granulométrie et module de finesse MF en fonction de l'ajout de taux élevé de fillers.

La distribution de la taille des particules des sables reconstitués a été déterminée par granulométrie (Figure 2.5).

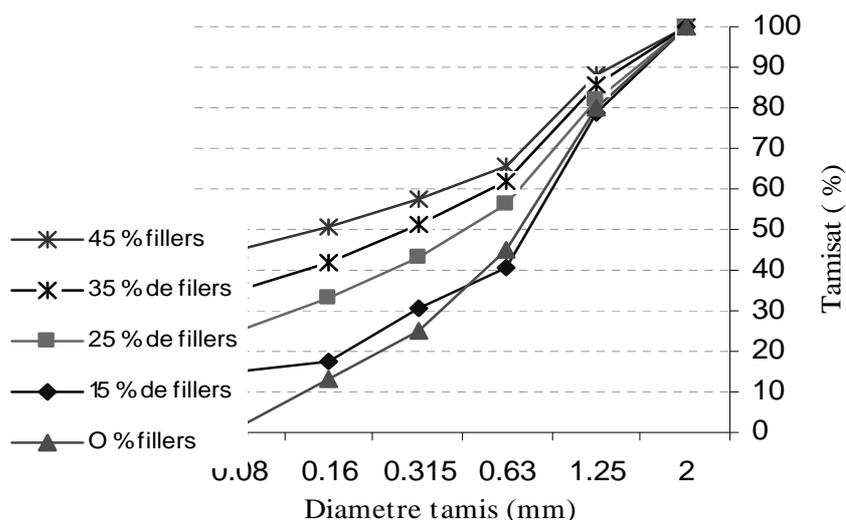


Figure 2.5 Courbe granulométrique du sable à différents taux de fillers

Les modules de finesse correspondant à ces courbes sont synthétisés dans la figure 2.6. Nous rappelons que la norme NF P 18 540 définit le module de finesse FM comme étant $1/100^e$ de la somme des refus exprimés en pourcentage sur les différents tamis de la série 0,160, 0,315, 0,63, 1,25, 2,5 et 5 mm équivalent aux modules 23, 26, 29, 32, 35 et 38. Les résultats obtenus montrent qu'avec l'ajout de fillers, le module de finesse diminue de 2,37 (à 0% de fillers) jusqu'à 1,38 (à 45 % de fillers). Cela signifie que le sable devient de plus en plus fin avec l'apport de fillers. D'après Dreux (1969), un bon sable doit avoir un module de finesse proche de 2.5 (avec $2.2 < FM < 2.8$), ce qui favorise à la fois une bonne résistance et une meilleure maniabilité des bétons. Un sable fin dont le module de finesse est de 1.8 ($FM < 2.2$) donne un béton plutôt plus maniable que résistant. Or le sable qui a servi l'étude de Dreux est un sable dans le taux de fillers ne dépasse pas les 10 % et les données ne sont plus les mêmes. Actuellement, avec l'évolution du contexte normatif (ENV 206), l'utilisation des sables à teneur élevée en fillers est plutôt recommandée. Les normes européennes relatives aux granulats pour le béton (EN 12-620, 2003), ou des mortiers (EN 13-139,2003) permettent jusqu'à 22% de fillers en masse comme une composante globale. Malgré ces évolutions positives du contexte normatif, les méthodes de formulation actuelle ne permettent pas d'appréhender leurs effets pour optimiser le mélange granulaire.

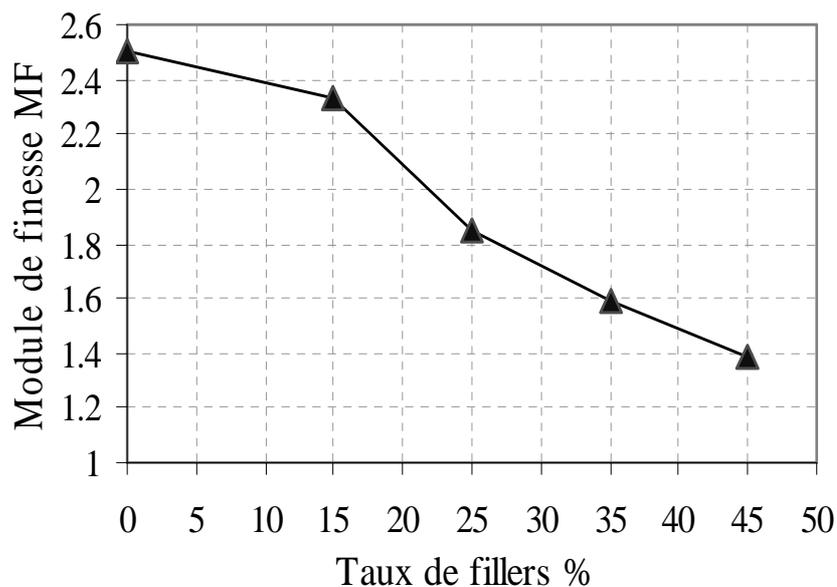


Figure 2.6 Evolution du module de finesse en fonction du taux de fillers.

2.3.3.2 Evolution de la propreté du sable en fonction du taux de fillers

Afin de connaître l'influence de l'incorporation de fillers des sables utilisés sur la propreté, six sables ont été reconstitués de façon à obtenir des sables ayant de 0, 5, 10, 15, 20, 25 % de fillers. Le principe est de comparer différents mélanges en introduisant par substitution aux sables des ajouts de fillers calcaires à différentes proportions massiques 0 à 25 %.

La propreté du sable à différent taux de fillers a été évaluée à l'aide de l'essai d'équivalent de sable ES [NF EN 933-8] et la valeur de bleu de méthylène MB [EN 933-9]. L'essai d'équivalent de sable a pour but d'évaluer la propreté des sables entrant dans la composition des bétons. Son principe est de séparer les particules fines contenues dans un sable et d'estimer le rapport entre les hauteurs du floculat (h1) et sédiment (h2), Il est exprimé en %.

$$ES = 100 \times (h_1/h_2). \quad (\text{Eq 2.1})$$

L'essai au bleu de méthylène, dit essai à la tâche a été réalisé conformément à la norme [EN 933-9]. Son principe consiste à mesurer la surface spécifique totale. Il est extrêmement sensible à la présence d'argile nocive, des matières organiques et les hydroxydes de fer [Dupain et al, 2000]. Il permet globalement d'apprécier globalement l'activité de la fraction argileuse d'un matériau en mesurant la surface interne et externe des grains argileux. L'essai consiste à ajouter des quantités bien déterminées de bleu de méthylène à une solution contenant une certaine quantité de la fraction 0/2mm de l'échantillon à analyser. La solution est mélangée en continu grâce à un agitateur à ailettes. On détermine la quantité de bleu de méthylène capable d'être fixée par les molécules d'argile et on en déduit la valeur au bleu du sol, ou MB. Cette valeur est exprimée en grammes de colorant par kilogramme de fraction 0/2mm et est obtenue par la formule suivante :

$$MB = 100 * V_1/M_1. \quad (\text{Eq 2.2.})$$

M_1 est la masse de la prise d'essai en grammes

et V_1 le volume total de solution de colorant injectée en millilitres

La figure 2.7 montre que l'E.S (piston) diminue avec l'augmentation du taux de fillers et varie de 78 % à 53 %. Par contre la valeur au bleu de méthylène (figure 2.8) varie peu, de 1.9 à 2.5 g/l et caractérise plutôt des sables propres quelque soit la quantité de fillers introduite. Ces résultats montrent que l'essai d'équivalent de sable ne différencie pas les fines inertes des fines nocives contrairement à l'essai au bleu de méthylène. Certaines études ont pu montrer qu'un sable limoneux à ES = 80 % est plus nocif qu'un sable présentant des fines inertes dont l'ES n'est que 30 % (Rabot et al, 1980). Les minéraux argileux se classent par ordre croissant selon leur degré de nocivité et qu'on peut tolérer entre 4 à 6 % d'illite et de kaolinite et 2,5 à 3 %, de montmorillonite au lieu de 0,8 % d'argile quelque soit sa nature minéralogique en considérant un seuil minimal d'ES = 75 % [Le Roux et al 1980].

2.4 Evolution de la fluidité du mortier en fonction du taux de fillers

Une autre campagne préliminaire d'essais a été consacrée à l'étude de l'influence de la fluidité du mortier en incorporant au sable dépourvu d'additions des proportions massiques de 5, 10, 15, 20 % de fillers. Le rapport E/C a été maintenu constant pour l'ensemble des séries. Sur le tableau 2.2, il a été synthétisé les dosages considérés. Les gâchés ont été réalisés conformément à la norme EN 196-1. Ils ont été malaxés pendant 4 minutes conformément à la prescription de la norme.

Tableau 2.5 Composition des mortiers de la campagne de la mesure de la fluidité.

Fillers		Sable normalisé EN 196-1 (kg/m ³)	Ciment CEM II 32,5 EN 197-1 (kg/m ³)	Eau (l/m ³)
(%)	(kg/m ³)			
0	00	1350	450	216
5	67.50	1282.50		
10	135	1215		
15	202.50	1147.50		
20	270	1080		

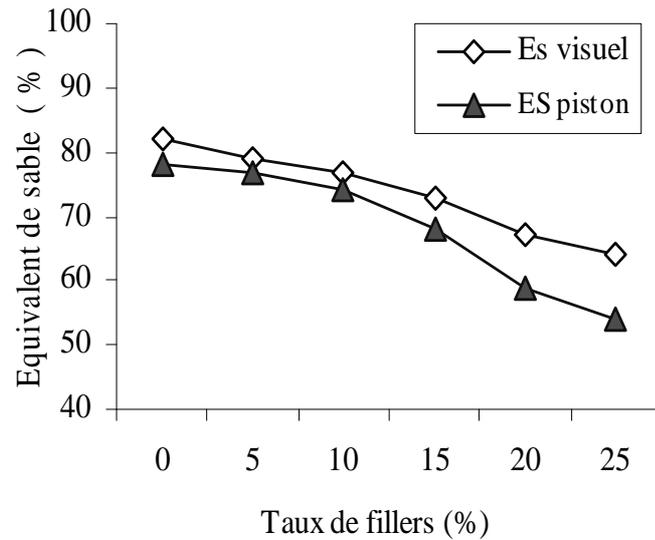


Figure 2.7 Evolution de l'équivalent de sable en fonction du taux de fillers

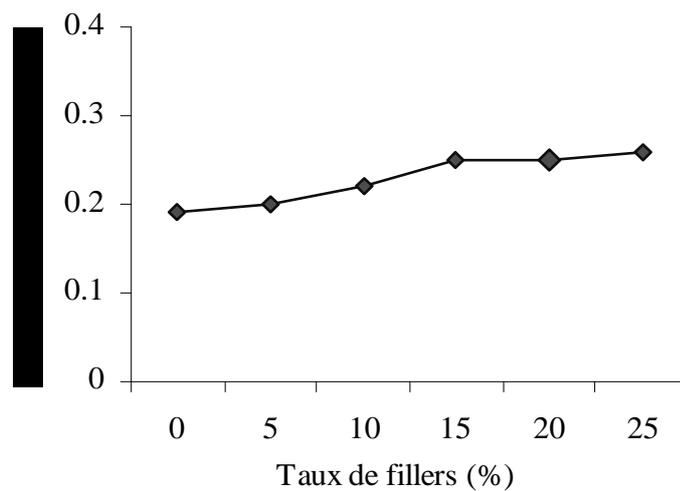


Figure 2.8 Evolution de la valeur au bleu de méthylène en fonction du taux de fillers

La fluidité a été mesurée à l'aide de quatre protocoles d'essais différents (figure 2.9) ;

- Consistance de Vicat EN 196-3 (utilisée généralement pour la pâte de ciment).
- Maniabilité au maniabilimètre B NF P 18-452 et NF P 15-437.
- Affaissement au min-cône d'Abrams pour mortier (EN 12 350-2).
- Fluidité à l'aide du dispositif de la table à secousse ASTM C 124.

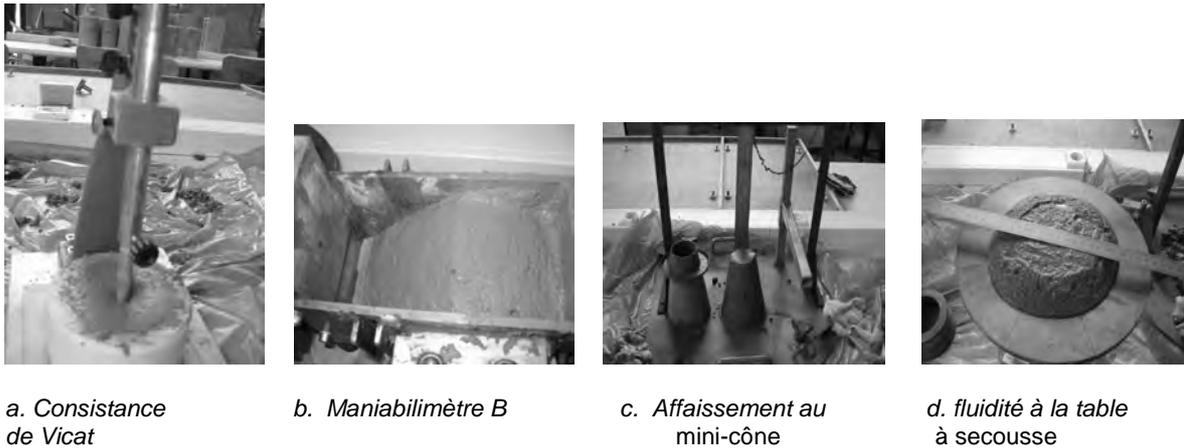


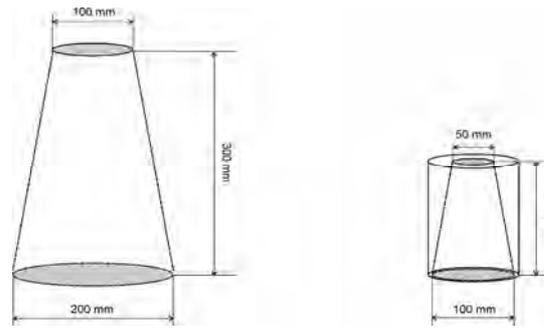
Figure 2.9 Différents dispositifs employés pour l'étude de la fluidité du mortier.

2.4.1. Essais d'affaissement au mini-cône

Cet essai est généralement utilisé par la méthode mortier béton équivalent (MBE) [Haddad et al., 2005]. Outre les équipements servant à la confection des mortiers, le matériel d'essai permettant d'effectuer les mesures d'affaissement des mortiers est constitué d'un mini moule tronconique d'une plaque, d'une règle et une tige de piquage. Les dimensions du mini moule sont de 50 mm de diamètre du cercle de l'ouverture supérieure, de 100 mm de celui de l'inférieure et de hauteur de 150 mm (Figure 2.10). Comme pour l'affaissement au cône (grand model NF EN 12 350-2), le principe est d'introduire le mortier dans le min-cône en trois couches d'épaisseurs équivalentes. Chaque couche de mortier est piquée 15 fois à l'aide de la tige de piquage métallique. Après avoir arasé en roulant la tige de piquage sur le bord supérieur du moule, on soulève le cône le plus verticalement possible en 2 secondes, avec précaution, lentement et sans secousses. Après démoulage, procéder dans la minute à la lecture de l'affaissement au centre de la partie supérieure du mortier à l'aide d'un régllet métallique gradué en mm. La valeur mesurée sera arrondie au demi centimètre près.

2.4.2 Essais de fluidité à la table à secousse

La mesure de fluidité à la table à secousse a été effectuée juste après celle de l'affaissement et le mainibilimetre B. Le mortier est mis en place dans le cône à l'aide



a. Cône d'Abrams

b. Mini-cône d'Abrams

Figure 2.10 Dimensions du min-cône MBE par rapport au cône d'Abrams

d'une tige de piquage. Cette tige de piquage est définie dans la norme NF EN 413-2 relative à la mesure du temps d'écoulement des bétons et mortiers au maniabilimètre. L'excès de mortier est retiré à l'aide d'une règle à araser. L'appareil est constitué d'une table circulaire et d'un moule (figure 2.11). La table est actionnée en provoquant 15 chutes en 15 secondes. La fluidité se déduit par rapport au diamètre de l'échantillon après l'effondrement [ASTM C 124].

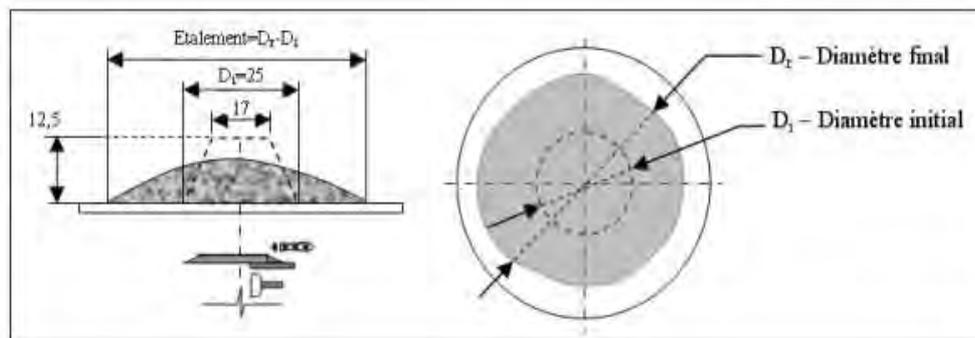


Figure 2.11 Dispositif de la table à secousses [ASTM C 124]

2.4.3 Essai de consistance de Vicat

La consistance de Vicat est généralement utilisée pour contrôler la consistance du ciment. C'est un essai simple et très pratique. Son index, permettant d'apprécier la consistance grâce à la lecture de la distance d , est compris entre 0 et 50 mm (figure 2.12). Il est mal adapté aux mortier très ferme (ou $d < 0$) ou trop plastique ($d > 50$ mm).

La consistance a été évaluée en mesurant l'enfoncement dans la pâte d'une sonde cylindrique (de 10 mm de diamètre) sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide. La pâte a été rapidement introduite dans le moule tronconique posé sur une plaque de verre, sans tassement ni vibration excessif; Quatre minutes après le début du malaxage, la sonde est amenée à la surface supérieure de l'échantillon (moule tronconique) et relâchée sans élan. La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), on mesure la distance d séparant l'extrémité de la sonde et de la plaque de base (figure 2.12). Cette distance (d) caractérise la consistance de la pâte étudiée [EN 196-3].

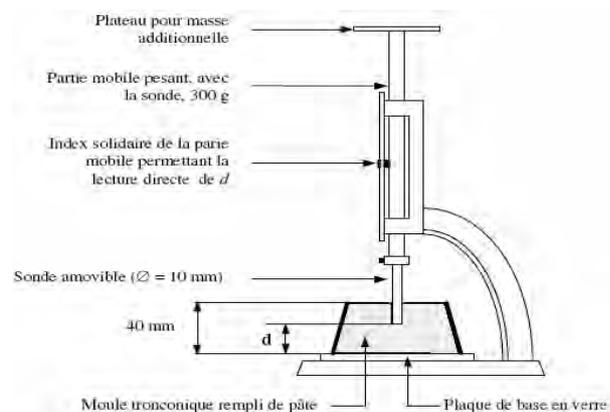


Figure 2.12 Appareil de Vicat mini d'une sonde de consistance [EN 196-3]

2.4.4 Essai au maniabilimètre B.

Cet essai a été réalisé conformément à la norme NFP 18 452 et NF P 15-437. Son principe consiste à mesurer le temps d'écoulement t (en seconde) nécessaire à un volume de béton soumis à des vibrations pour atteindre un repère donné. Une partie de la cuve étant remplie avec le béton, le soulèvement de la paroi mobile permet de déclencher la mise en vibration de l'ensemble de l'appareil. Le maniabilimètre type B qui est généralement le plus utilisé pour les mortiers, est réputé de présenter quand même l'inconvénient d'être mal adapté au mortier fluide.

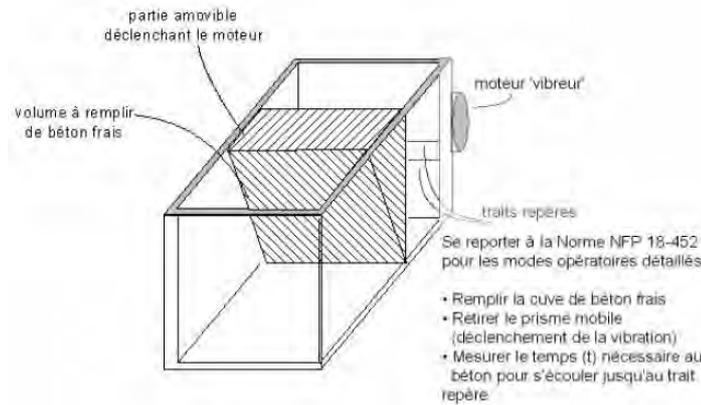


Figure 2.13 Dispositif du maniabilimètre B [NF P 18-452]

2.4.5 Résultats de variation de la fluidité en fonction du taux de fillers.

Sur le tableau 2.3, il a été représenté les résultats de la fluidité du mortier en fonction du taux de fillers. La fluidité a été mesurée à l'aide de quatre protocoles d'essais différents. Sachant que chacun de ces essais présente des avantages et des inconvénients selon qu'il s'agit d'un mortier fluide ou plutôt ferme.

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la consistance il a été volontairement choisie comme référence le mortier témoin (0 % de fillers) avec un rapport E/C = 0.48, afin d'avoir un juste milieu ou presque. Finalement la valeur mesurée est de 16 mm pour le mortier témoin. Avec l'incorporation de fillers dans le mortier dont les proportions de 5, 10, 15, 20 % par substitution au sable on peut constater que la consistance est améliorée à 5 à 15 % de fillers. A 20 % de fillers le mortier devient plutôt ferme avec $d = 33$ mm.

Tableau 2.6 Résultats de la fluidité du mortier mesurée à l'aide de Consistance Vicat, Maniabilimètre B, mini cône d'Abrams et table à secousse

Fillers (%)	Consistance de Vicat EN 196-3 (cm)	Maniabilité au Maniabilimètre B NF EN 413-2 (s)	Mini cône d'Abrams (cm)	Consistance à l'aide table à secousse (cm)
0	16	9	2.4	22.3
5	7	6	2.1	22.7
10	5	8	2.1	22.7
15	5	8	2.1	22.7
20	33	17	1.2	21.8

Dans le tableau 2.3 il a été synthétisé l'évolution de la maniabilité en fonction du taux de fillers. Comme pour la consistance de Vicat, l'ajout de fillers conserve une

meilleure maniabilité par rapport au témoin pour un taux de fillers allant jusqu'à 15 % (t variant de 6 à 9 s). Au delà de 15 % le temps nécessaire pour atteindre le repère, devient presque le double avec un temps d'écoulement de 17 s.

- La fluidité mesurée à l'aide du dispositif de la table à secousse est aussi connue d'être mal adapté pour les bétons fermes et très fluides. Néanmoins les résultats du tableau 2.3 permettent de confirmer (comme pour le reste des essais) que le mortier devient plus ferme pour les taux de fillers dépassant 15 % d'ajout. Les valeurs de la mesure de l'étalement 0 à 15 % de fillers varient de 22.3 à 22.7 cm par contre celle à 20 % de fillers l'étalement n'est que de 21.8 (mortier plus ferme). On peut remarquer comme pour l'affaissement au mini cône l'étalement est constant (22.7cm) pour les taux de fillers de 5%, 10% et 15 %. Cela est du à la sensibilité de l'essai d'étalement qui devient moins précis pour les mortiers fermes.

- Les résultats de la maniabilité effectuée à l'aide du mini-cône d'Abrams montre (tableau 2.3) aussi que le mortier est plus ferme pour les taux de fillers supérieur à 15 %. On observe que l'affaissement varie peu pour les dosage en fillers allant jusqu'à 15 % ($2.4 < A < 2.1$ cm). Par contre à 20 % de fillers l'affaissement atteint uniquement 1.2 cm.

2.5 Méthodologie expérimentale et protocole d'essai

2-5-1 Préparation d'échantillons et dosage adopté

Les mortiers préparés à différents dosages en fillers 0, 15, 25, 35 et 45 par substitution au sable ont servis surtout pour apprécier les caractéristiques des mortiers durcis. Les performances qui ont été évaluées par le biais de diverses propriétés sont ;

- 1-Microstructures (densité, porosité, porosité à l'eau, porosité à mercure, l'absorption capillaire, ATG, MEB),
- 2-Caractéristiques Mécaniques (du module d'Young, résistances à la compression et résistance par flexion, comportement poromécanique, K_b et K_s),
- 3- Durabilité des mortiers (perméabilité au gaz (K_{app} , K_{int}), effet de Klinkenberg, retrait perte de masse et gel dégel).

Tous les mélanges ont été coulés dans la même journée. La maniabilité a été maintenue constante pour l'ensemble des séries réalisées. Afin d'assurer une maniabilité (pour différents taux de fillers) des essais préliminaires ont été réalisés. Pour cela nous avons utilisé l'appareil de consistance de Vicat [EN 196-3] puis un deuxième contrôle a été effectué par le maniabilimètre B. Pour des raisons pratiques, le mortier de référence (à 0 % de fillers) a été dosé en ciblant une consistance moyenne dont d mesuré à l'aide l'appareil de Vicat est de 25 mm et un temps d'écoulement de 25 s \pm 1 ce qui permet d'avoir un E/C = 0.48. En fonction du taux de fillers incorporés dans les mélanges par substitution au sable nous avons obtenu un rapport E/C variable (de 0.467 à 0.671). Le tableau 2.4 récapitule les dosages des constituants préconisés en fonction du taux de fillers.

Tableau 2.7 composition des mortiers en fonction du taux de fillers incorporés.

Fillers		Sable normalisé EN 196-1 (kg)	Ciment CEM I 52,5 EN 197-1 (kg)	Eau (litre)	Rapport E/C	% massique des fillers par rapport au ciment	Module de finesse FM	Maniabilimètre Type B NF P 18-452 (s)
(%)	(kg)							
0	0	1350	450	216	0.48	0	2.37	25 \pm 1
15	202,50	1147,50	450	210	0.467	45	2.33	
25	337,50	1012,48	450	231	0.513	75	1.85	
35	472,50	877,50	450	275	0.611	105	1.59	
45	607,50	742,50	450	302	0.671	135	1.38	

2-5-2 Gâchage

Les mortiers ont été malaxés dans une bétonnière de chantier de 80 litres (figure 2.14-c). Une partie de chaque gâchée a été coulée dans des poutrelles à moule métallique parallélépipédique de 15cm de largeur, sur une hauteur de 15 cm environ et une longueur de 50 cm. La mise en place a été effectuée à l'aide de l'aiguille vibrante. L'excédent de mortier a servi à la confection des prismes 4 x 4x16 cm³ qui ont été consacrés spécialement aux performances mécaniques, compression et flexion 3 points.

D'autres gâchées ont été effectuées séparément à l'aide de malaxeur normalisé pour mortier de ciment (Il s'agit de ;

- Eprouvette prismatique 4x4x16 cm³ ayant servi à l'absorption capillaire,
- Eprouvette prismatique 2x2x16 cm³ munies, à leurs extrémités, de plots de déformation destinés aux essais de retrait, perte de masse et gel dégel.

- Et les $1 \times 1 \times 16 \text{ cm}^3$, à leurs surfaces des plots de déformation collés sont consacrés à l'étude aussi du retrait.

La vibration de ces éprouvettes prismatiques a été réalisée à l'aide d'une table vibrante et table à chocs normalisés pour les $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$.

2-5-3 Démoulage et cure

Après gâchage, les éprouvettes ont été protégées de la dessiccation par un film plastique.

Après 24 heures les poutrelles et les prismes ont été décoffrés et immergés dans un bassin rempli d'eau (pendant 28 jours). Le reste a été conservé dans de l'eau contenant de la chaux à $20 \text{ °C} \pm 1$ et une humidité relative $HR = 60\% \pm 5\%$, pendant 6 mois (voire une année).

2-5-4 Carottage, sciage et surfaçage

Les poutres $15 \times 15 \times 50 \text{ cm}^3$ ont ensuite été carottées puis tronçonnées et rectifiées afin d'obtenir le parallélisme des surfaces (Figure 2.14 a, b, d, e, f, g, h.)

- Les échantillons cylindriques sciés de diamètre 37 mm et d'élanement 2 ont servis pour mesurer ; Le Module de Young, la perméabilité intrinsèque K_{int} , et apparente, effet de Klinkenberg et essai poro-mécanique (K_b , K_s).
- La traction par flexion 3 points a été réalisée sur les prismes, par contre les résistances à la compression ont été effectuées sur des cubes $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$.
- Les mesures de porosité et de masse volumique ont été réalisées sur des rondelles de 37 mm diamètre et d'une hauteur comprise entre 10 et 60 mm.
- L'analyse Thermogravimétrie (ATG), Porosité à mercure, MEB ont été réalisés sur les rondelles de diamètre 37 mm de diamètre et hauteur ne dépassant pas 10 cm. Certains essais ont nécessités uniquement des échantillons de quelques grammes comme ATG
- L'absorption capillaire sur les prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$.
- Le retrait sur les prismes $1 \times 1 \times 16 \text{ cm}^3$ et $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}^3$.
- Essais gel dégel sur les prismes $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}^3$.



a - Préparation des mélanges



b- Introduction des constituants



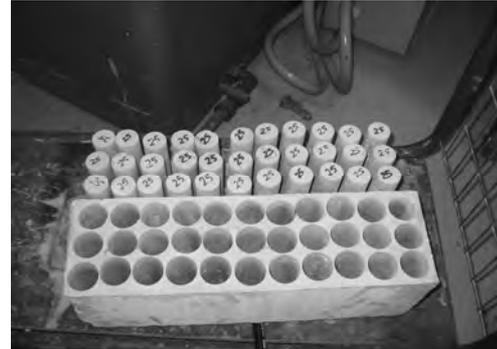
c – Malaxeur de capacité 80 litres



d- Confection des poutrelles



e- Carottage des poutres



f- Echantillons carottés



g- Sciage des carottes



h- surfaçage des carottes

Figure 2.14 Photos de la préparation des mélanges et carottes.

2.7 Références bibliographiques

[Baron, 1996], Baron J., 1996

Les additions normalisées pour le Béton In les bétons bases et données pour leur formulation, Association technique, industrie des liants hydrauliques, Edition Eyrolles, Paris, pp 47-57

[Dupain et al 2000], Dupain, R., Lanchon. R., Saint Arroman. J.C., 2000

Granulats, sols, ciments et bétons – Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais en laboratoire.
2^{ème} édition conforme aux normes européennes. Editions Educavivres. ISBN : 2- 7135-2064-9.

[Dreux, 1969], Dreux G, 1969

Contribution à l'étude de l'influence de la finesse des sables sur diverses quantités des bétons,
Annales de l'ITPB n.261,

[Haddad,et al 2005], Haddad. O. Aggoun, S Nachnour, L. 2005

Extension de la méthode mortier béton équivalent aux bétons autoplaçants,
Annales du bâtiment et des travaux publics n°5, pp . 13-17,

[Moosberg-Bustnes et al 2004], Moosberg-Bustnes. H., Lagerblad B., Forssberg E., 2004

The function of fillers in concrete,
Mat. Struct. 37 (2004) 74–81.

[Neville 2000], Neville. A. M, 2000

Propriétés des bétons, translated from English by CRIB (Sherbrooke-Laval, Canada), Eyrolles Ed., Paris, 2000.

[Le Roux et Unikowski, 1980], Le Roux A., Unikowski. Z. 1980

Mise en évidence des fines argileuses dans les granulats à béton,
Bull des liaisons des L.P.C N° 110,

[Rabor et al, 1980], Rabor R., Coulon C., Hamel C., 1980

Contribution à l'amélioration de l'essai d'équivalent de sable,
Bull des liaisons des LCPC n° 110,

CHAPITRE 3

INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS CALCAIRES SUR LES PROPRIETES PHYSIQUE ET LA MICROSTRUCTURE DES MORTIERS

3.1 Introduction	66
3.2 Masse volumique et porosité à l'eau et à mercure	66
3.2.1 <i>Procédure expérimentale</i>	66
3.2.1.1 <i>Masse volumique et porosité à l'eau</i>	66
3.2.1.2 <i>Porosité à mercure</i>	67
3.2.2 <i>Résultats</i>	68
3.2.2.1 <i>Masse volumique et porosité à l'eau</i>	68
3.2.2.2 <i>Porosité à mercure</i>	68
3.3 Essais d'absorption capillaire	68
3.3.1 <i>Procédure expérimentale</i>	68
3.3.2 <i>Résultats</i>	72
3.4 Microscope électronique à balayage	74
3.4.1 <i>Procédure expérimentale</i>	74
3.4.2 <i>Résultats</i>	75
3.5 Thermogravimétrie	72
3.5.1 <i>Analyse thermogravimétrique</i>	72
3.5.1 <i>Présentation de la thermo-balance</i>	79
3.5.2 <i>Etalonnage par simulation de perte de masse</i>	83
3.5.3 <i>Calcul des valeurs des essais</i>	84
3.5.4 <i>Résultats de la thermogravimétrie</i>	85
3.6 Synthèse et conclusion	87
3.7 Référence bibliographique	88
3.1 Introduction	

Dans ce chapitre nous nous intéressons à l'étude des caractéristiques physiques des mortiers à teneurs élevées de fillers calcaires par des méthodes expérimentales les plus récentes ; Pour cela nous avons choisi d'étudier en premier lieu la porosité à l'eau et à mercure, l'absorption capillaire. La mise en évidence de la taille des pores ainsi que la perte de masse correspondante à la décomposition de certains composants ont été appréciées au moyen de l'étude de la microstructure par le MEB et la thermogravimétrie (ATG). Ces essais ont été réalisés pour différents mortiers fabriqués pour lesquels les effets des fillers calcaires sont les plus marqués.

3.2 Masse volumique et porosité à l'eau et à mercure.

3.2.1 Protocole d'essais de masse volumique et porosité

Les mesures de la masse volumique et la porosité à l'eau ont été faites sur des rondelles cylindriques de 37 mm de diamètre et de hauteurs variables, comprises entre 10 et 60 mm. (Figure 3.1). La masse sèche de l'échantillon a été mesurée après séchage à l'étuve à 105°C jusqu'à obtention d'un poids constant. Les éprouvettes ont ensuite été saturées d'eau au moyen d'une cloche à vide jusqu'à obtention d'un poids constant. Le volume est simplement calculé à partir des dimensions des échantillons. La masse volumique et la porosité ont été déterminées après 28 jours de conservation dans un bac d'eau à température avoisinant 20 °C.

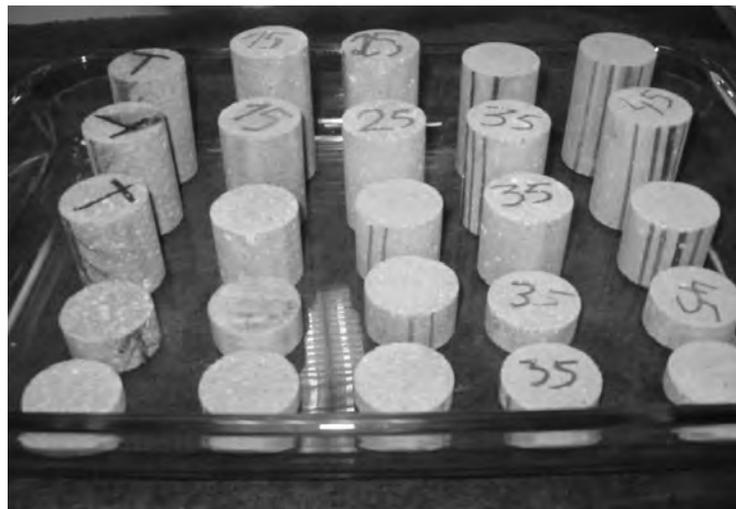


Figure 3.1 Photo des échantillons cylindriques de 37 mm de diamètre et de hauteurs comprises entre 10 et 60 mm ayant servi à la porosité et masse volumique.

3.2.1.2 Protocole d'essai de la Porosité à mercure

La porosimétrie à mercure est réalisée sur des échantillons de mortier ayant un volume de 1 cm³. L'appareil utilisé de type **MICROMERITICS® AutoPore IV 9500**, permet l'injection de mercure avec une pression qui dépasse 400 MPa. Cette pression permet d'atteindre des pores de l'ordre 3 nm de diamètre, selon la loi de Laplace-Washburn :

$$P = \sigma \cos \theta / R \quad [\text{Eq 3.1}]$$

avec :

P : pression exercée par le prosimètre (MPa),

σ : tension superficielle (0.485 Nm⁻¹)

et θ : angle de contact du mercure avec les parois des pores (130°).

3.2.2 Résultats de masse volumique et porosité à l'eau et mescre

3.2.2.1 Masse volumique et porosité à l'eau

Les figures 3.2 et 3.3 présentent respectivement la variation de masse volumique et de porosité en fonction de la variation du taux de fillers. On constate que la masse volumique et la porosité sont très influencées par l'ajout de fines. La densité passe par un maximum pour un taux de fillers de 15 % alors que porosité passe par un minimum pour le même taux d'ajout de fillers calcaires. Au-delà de 15 % de fillers, on observe une chute progressive de la densité par palier de 2,7 à 2,9 % et une augmentation de la porosité jusqu'à atteindre une valeur double. Comme a été constaté par **[Bédérina et al 2005]**. Les fillers calcaires arrivent à remplir une partie de la porosité tout en libérant l'eau. L'excès de fillers favorise la formation d'un volume de pâte (eau+ciment+fillers) plus important par rapport aux grains solides du sable (voir figure 3.4) du moment que l'ajout de fillers est fait par substitution du sable. Le rapport E/C et E / (C+0,25F) diminue pour les ajouts à 15% de fillers. Au-delà de 15 % la demande en eau augmente jusqu'à près de 40% (pour le rapport E/C) de sa valeur initiale (pour 45% de fillers) et seulement de 4 % pour E / (C+0.25 F). Pour les taux de fillers élevés et vu que la surface spécifique des fillers est importante cela contribue à la création de nouveaux pores qui engendrent une augmentation de la porosité et une diminution de la densité. Ce résultat a été aussi confirmé par **Bédérina et al. [Blédrina et al 2005]** qui ont constatés une augmentation de la densité du mélange sec jusqu'à une valeur optimale d'addition qui représente 9 à 16 % de sable de masse, puis une diminution plus importante. Les

explications qui ont été données confirment bien que les fillers commencent en premier lieu à remplir les vides autour des grains de sable, jusqu'à l'optimum. Pour de plus grandes quantités d'ajouts de fillers, les vides étant complètement remplis d'additions et occupent la place des grains de sable, d'où une diminution de la proportion de sable, et, par conséquent, de la densité du mélange.

3.2.2.2 Porosité à mercure

Les distributions porales obtenues sont données dans la figure 3.5. On peut observer qu'entre 0,1 / 1 μ m les pores volumique représente 17% du volume total pour le mortier de référence, alors qu'elle ne représente que 2 à 5% pour les ajouts de fillers allant jusqu'à 45%. On peu aussi remarquer que le mortier de référence presente 73 % du volume de pores inférieur à 0.1 μ m alors qu'elle ne représente que 89% à 93% du volume des pores pour les mortier avec ajout de fillers. Cet effet est référencé en [P. Hawkins et al, 2003] pour une fine poudre de calcaire utilisé ici (plus de 50% de particules inférieures à 0,1 μ m). La structure fine des pores est attribuée à la nucléation effet: la mise en place d'un grand nombre de sites de nucléation pourrait induire une répartition plus homogène de C-S-H et, par conséquent, moins une structure des pores ouverts. Cet effet serait plutôt dans les pores capillaires que dans les pores du gel. Comme l'ont rappelé Bédérina [Blédrina et al 2005], Uchikawa [Uchikawa. H et al 1996], que l'ajout de poudre minérale dans le béton permet de réduire la taille des produits d'hydratation, empêche le dépôt de Portlandite Ca (OH) 2 en vertu de leur rôle remplisseur et par conséquent diminue la taille des pores.

3.3 Essais d'absorption capillaire.

3.3.1 Procédure expérimentale

L'essai d'absorption capillaire nous renseigne globalement sur la structure et le volume du réseau poreux [Emerson 1990]. Cet essai a été réalisé conformément à la norme Française NF P 18 354 (1986). Son principe consiste à mesurer la masse

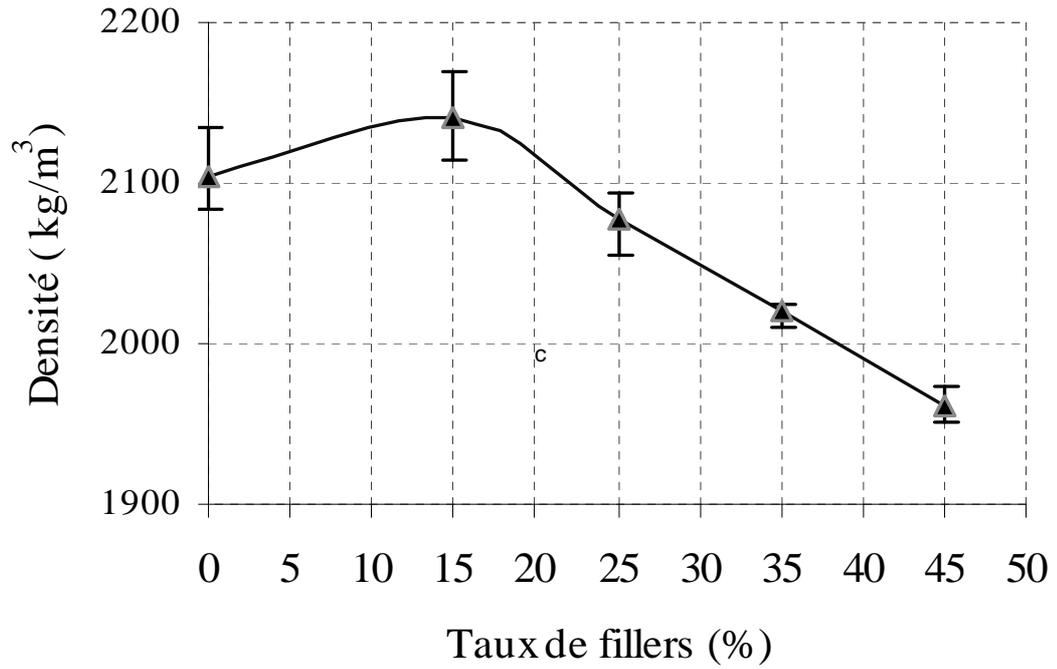


Figure 3.2. Evolution de la masse volumique en fonction du taux de fillers

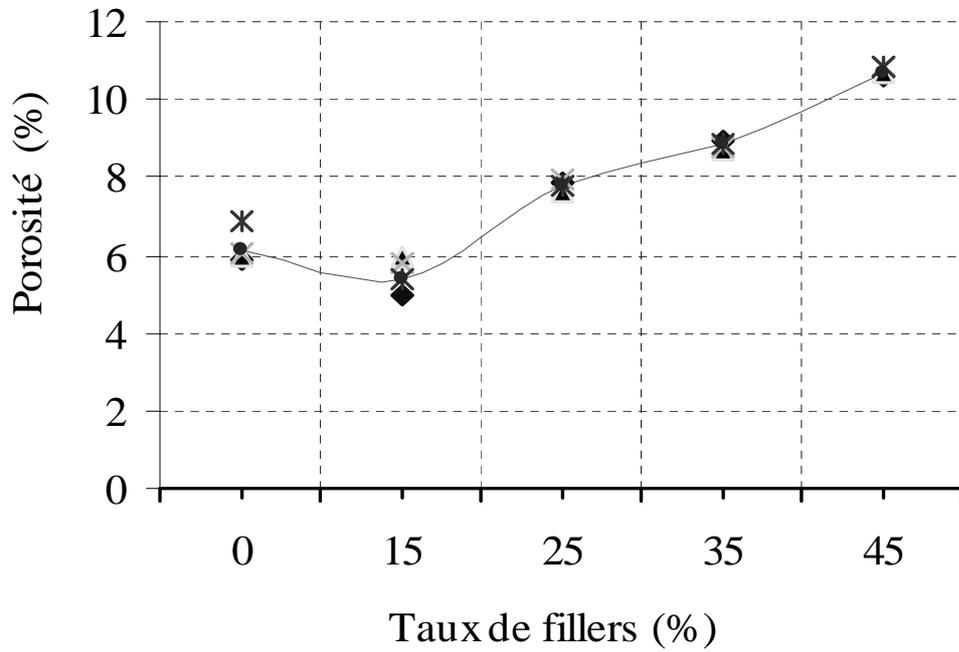


Figure 3.3 Evolution de la porosité en fonction du taux de fillers

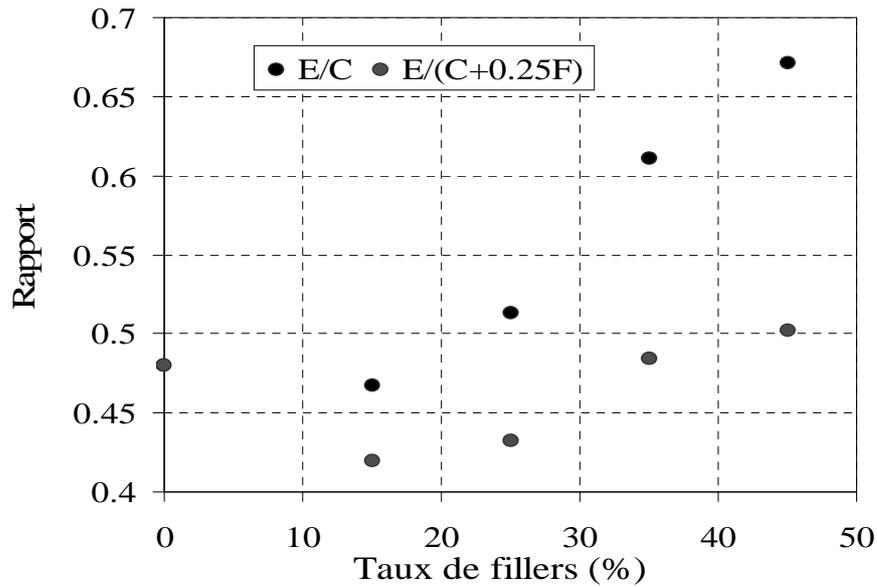


Figure 3.4 Variation du dosage pondéral entre pâte liante et sable en fonction du taux de fillers

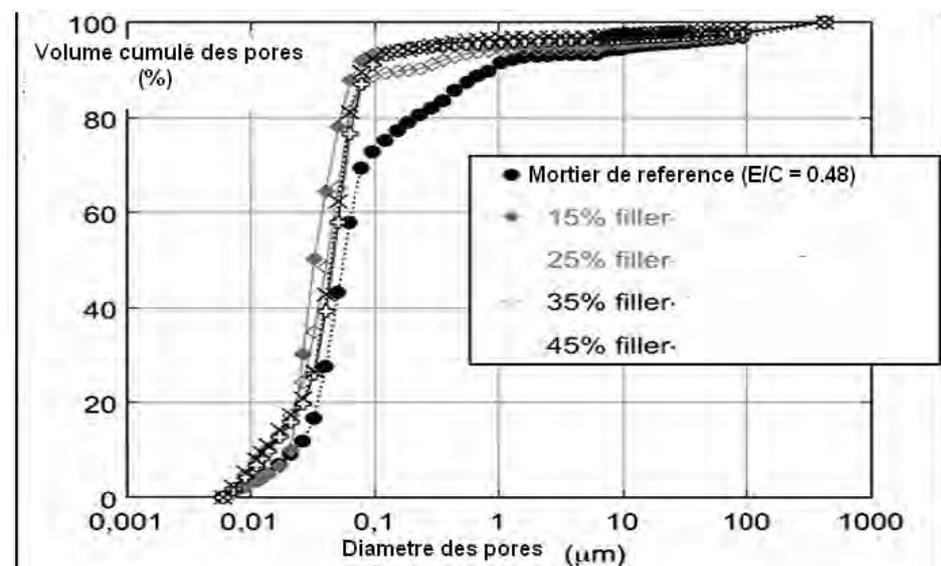


Figure 3.5. Distribution polaire en fonction du taux de fillers

d'eau absorbée par des éprouvettes pour une durée déterminée. Pour chaque dosage en fillers trois prismes 4x4x16 cm ont été confectionnés. Après 24 heures les éprouvettes ont été démoulées puis conservées à 20 °C et 50 ± 5 % d'humidité relative jusqu'à 7 jours d'âge (voir figure 3.6). Les éprouvettes sont pesées puis placées verticalement dans un récipient contenant 2 cm de sable siliceux 0/0.5 gorgé d'eau (figure 3.7). A chaque pesée les éprouvettes sont sorties du récipient,

séchées superficiellement et replacées sur le lit de sable. Les prismes sont pesés toutes les 2 heures pendant 8 heures puis chaque jour jusqu'à 7 jours.

Le coefficient d'absorption capillaire à l'instant t , est défini comme le rapport de la variation de la masse de l'échantillon $M(t)-M(t=0)$ sur la section de l'éprouvette A :

$$Ca (t) = (M (t) - M (t = 0)) / A \quad (\text{Eq.3.2}).$$

A : Section de l'éprouvette (m^2).

$M (t)$ est la masse à échéance t (kg).

$M (t=0)$ est la masse initiale de l'éprouvette (kg).

$Ca (t)$, qui est le coefficient d'absorption à l'échéance t (kg/m^2) est habituellement tracé comme une fonction de la racine carrée du temps [A. Bessa-Badreddine, 2004].



Figure 3.6. Conservation des éprouvettes à $HR = 50 \pm 5 \%$ et $T^{\circ}20^{\circ}$ Jusqu'à 7 Jours d'âge



Figure 3.7 Conservation des échantillons dans le récipient contenant 2 cm de sable siliceux 0/0.5 gorgé d'eau (mesure d'absorption capillaire).

3.4.2 Résultats

Sur la figure 3.8 et 3.9 il a été synthétisé les résultats de l'absorption capillaire en fonction de la racine carrée du temps pour différents taux de fillers respectivement à 7 jours d'âge et 90 jours d'âge. Chaque point est la moyenne de trois mesures. Deux parties peuvent être observées comme spécifié dans les travaux **A. Bessa-Badreddine (2004)**. La première partie linéaire de la courbe traduit que le remplissage des plus gros capillaires, dure 4 heures seulement. La deuxième partie, caractérisée par des courbes non linéaires correspond au remplissage des capillaires les plus fins et dure jusqu'à 7 jours d'immersion. Les mortiers confectionnés avec 0 %, 15%, et 25 % de fines sont comparables et absorbent moins d'eau ($C_a = 0.57$ à 0.60 g/cm^2 à 7 jours). A 35 % d'addition, le coefficient d'absorption $C_a = 0.84 \text{ g/cm}^2$ et augmente significativement (1.27 g/cm^2) pour 45 % de fillers à l'âge de 7 jours (figure 3.8). A 90 jours l'absorption " C_a " passe de 0.64 g/cm^2 (à 35%) à 1.64 g/cm^2 (pour 45 % d'ajout de fillers), Ceci représente le double (à 7 jours) voire le triple (à 90 jours) par rapport au mortier à faible addition de fillers (jusqu'à 25 %) et évidemment en relation avec la porosité des échantillons. Par contre le coefficient d'absorption s'est avéré plus accentué surtout pour les mortiers fortement chargé en fillers (45 %), ce qui traduit que les pores sont de taille très petite et plus nombreux. évidemment en relation avec la porosité des échantillons.

Ce résultat concorde avec les tests effectués sur l'effet de klinkenberg où on observe que le coefficient β augmente avec l'ajout de fillers (Voir Chapitre 5) et les résultats de l'observation MEB..

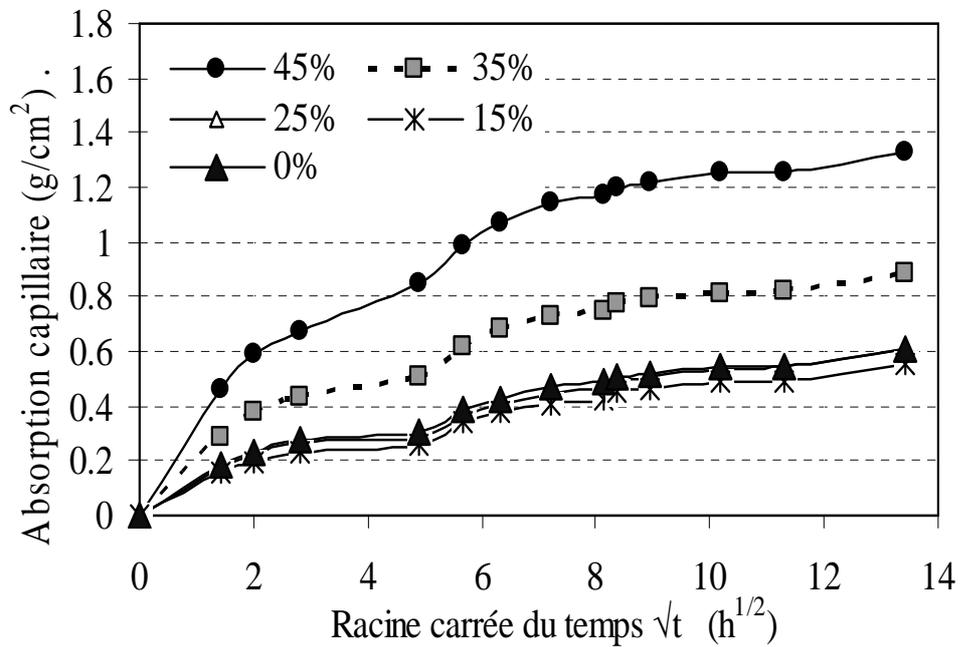


Figure 3.8. Evolution de la porosité des mortiers à 07 jours d'âge en fonction du taux de fillers

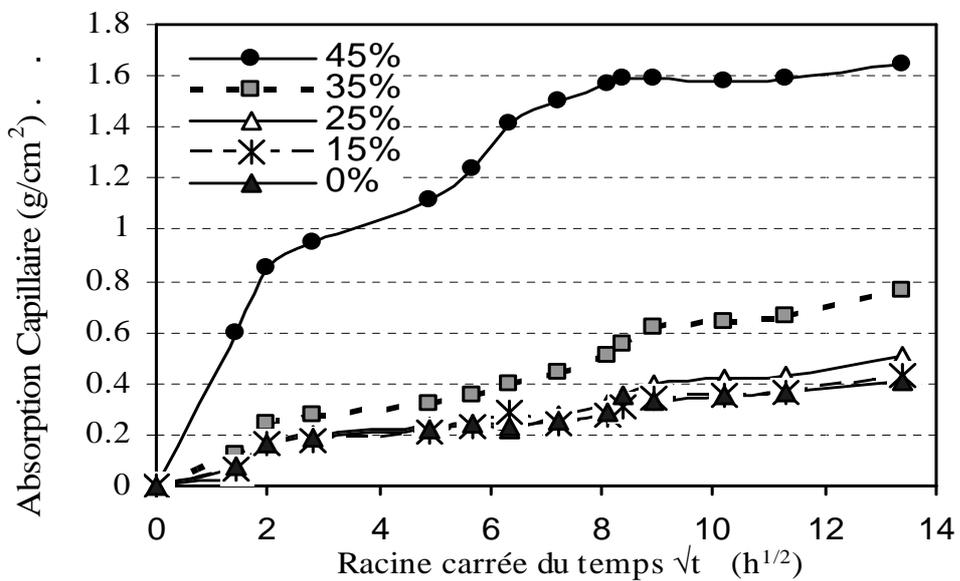


Figure 3.9. Evolution de la porosité des mortiers à 90 jours d'âge en fonction du taux de fillers

3.4 Microscope électronique à balayage

3.4.1 Procédure expérimentale

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type environnemental (ESEM) , ce MEB, un Quanta 200, de la société FEI permet d'observer les échantillons en mode classique (High Vacuum, 10^{-4} Pa), (Figure 3.10). Il permet également de travailler à pression de vide partielle en atmosphère gazeuse (2600Pa en mode ESEM). Une certaine quantité de gaz (azote, vapeur d'eau, gaz réducteur ou oxydant) peut être présente dans la chambre. Contrairement au MEB conventionnel, cet appareil permet :

- D'utiliser des échantillons sans aucune préparation préalable comme les métallisations à l'or ou au carbone qui handicapent l'observation ou empêchent l'analyse des éléments légers (à partir du bore);
- De préserver les structures des échantillons et leur contenu en eau (matériaux, sols, sédiments, plantes, animaux) en évitant les effets destructeurs d'un vide poussé.
- D'observer les liquides directement : gouttelettes d'eau, huiles. Le MEB " ESEM " est équipé d'un système de micro-analyse par dispersion d'énergie (EDS) (QuanTax QX2, ROENTEC). Il permet les analyses chimiques (ponctuelles ou cartes de répartition) non destructives d'échantillons variés (sols, sédiments, roches...). Un détecteur Centaurus permet l'observation en cathodoluminescence.

Son Principe est d'utiliser un faisceau électronique très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon sous vide. Le signal reçu par le détecteur est synchronisé avec celui du faisceau incident. Le faisceau incident provoque différentes interactions avec la matière rencontrée (échantillon), dans un certain volume (poire de diffusion $1\mu\text{m}^3$).

Les différentes émissions sont alors mesurées par des détecteurs appropriés.

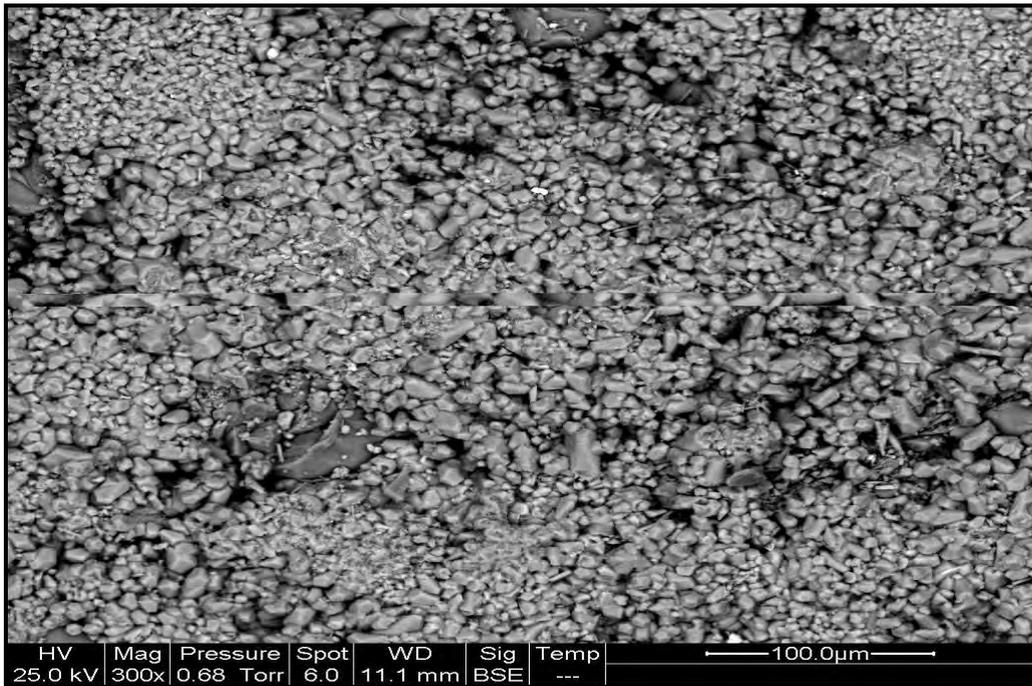
Le recours à l'analyse semi quantitative par sonde EDS, permet de déterminer la nature des minéraux se trouvant dans le mortier, silice calcite, hydrates, anhydres l'ettringite...

3.4.2 Résultats

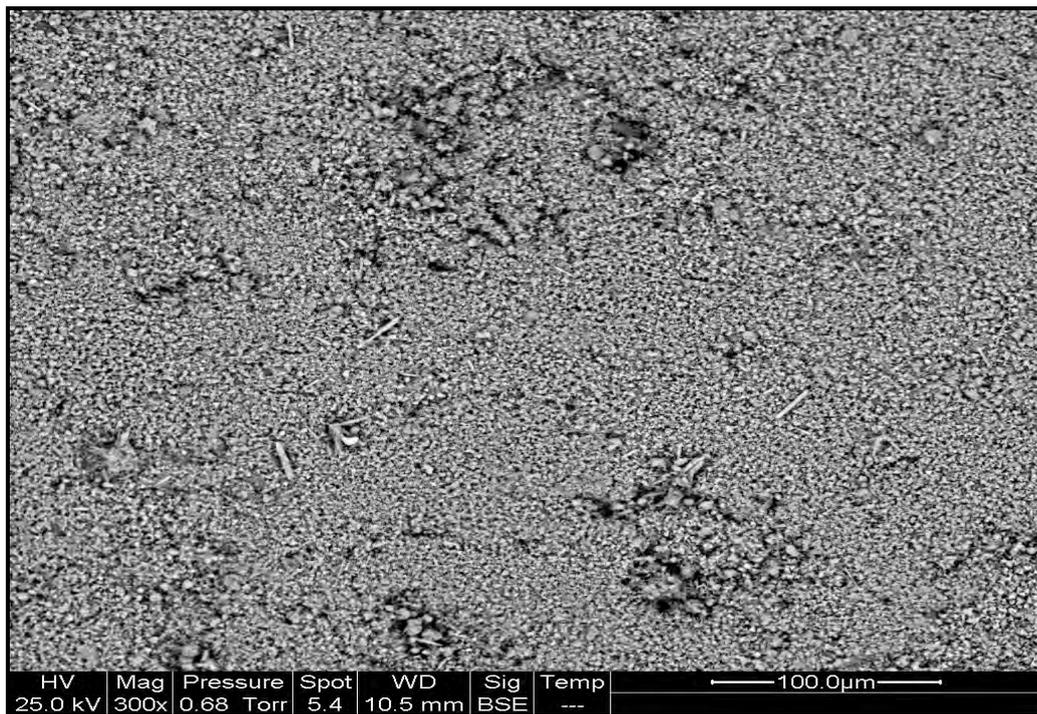
Les figures 3.11a et b représentent respectivement les micrographies obtenues au MEB sur des sections sciées non polies ($G=300x$) des échantillons de mortier à 15 % et 45 % de fillers. On peut observer que les mortiers à 15 % de fillers, malgré qu'il présente une porosité totale à l'eau minimale par rapport aux mortiers à 45% de fillers, la taille moyenne des pores est plus grande que le mortier à 45 % de fillers. Comme confirmé par les résultats l'absorption capillaire et la porosité à mercure, la taille des pores diminuent avec l'ajout de fillers. par [Blédrina et al 2005], Uchikawa [Uchikawa. H et al 1996], où l'ajout de poudre minérale dans le béton permet de réduire la taille en vertu de leur rôle remplisseur.



Figure 3.10 Photo Microscope électronique à balayage environnemental (Quanta 200) de la FR 1818)



a- Echantillon de mortier à 15% de filler



b- - Echantillon de mortier à 45 % de filler

Figure 3.11 Micrographie obtenue au MEB sur section sciée ($G=300x$) sur échantillon à 45 % de fillers. Mise en évidence de la taille de pores plus petite à 45 % de fillers (b) à celui à 15 % de fillers (a) le moins poreux et perméable (les pores sont de couleur noir).

3.5 Thermogravimétrie

3.5.1 Analyse thermogravimétrique

Cet essai permet de connaître la quantité de CSH, Portlandite et calcite se trouvant dans un échantillon de matériau à matrice cimentaire (pâte de ciment mais aussi mortiers, bétons) en utilisant l'analyse thermogravimétrique (ATG). L'objectif dans le cadre de la thèse est de savoir si l'ajout de différentes proportions de fillers calcaires dans les mortiers (âgés d'une année) a une incidence sur l'hydratation du ciment. L'essai (ATG) permet de caractériser la variation de masse de l'échantillon de mortier en fonction de la température et du temps [Daudon, 2001].

L'analyse thermogravimétrique consiste à chauffer un échantillon jusqu'à 1000°C environ et à mesurer sa perte de masse au cours du chauffage. Tous nos essais ont été effectués avec une vitesse de chauffage élevée, de l'ordre de 250°C/heure. Cette technique expérimentale a déjà servi à étudier le processus d'hydratation du ciment et de quantifier l'eau libre ou combinée dans le béton [Loukili, 1999]. Comme l'a expliqué Mounanga 2003 et confirmé par Castellote et al. 2004, les différentes phases de la pâte de ciment hydratée se décomposent sur des plages de température distinctes. Si le matériau présente de l'eau capillaire, elle disparaît pour des chauffages allant jusqu'à 105 à 145°C (conventions différentes selon les auteurs). Les principales réactions chimiques qui ont lieu à cause du chauffage sont : (en fonction des températures croissantes) 1) la déshydratation du gel de CSH, qui cause l'évaporation de l'eau liée physiquement, de 145°C à 400°C, et en moindre proportion la décomposition des aluminates, puis 2), il y a décomposition de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ entre 400 et 600°C, et enfin 3) décarbonatation de la calcite CaCO_3 au-delà de 600°C. L'ettringite, s'il y en a, se décompose autour de 90°C.

Sur la figure 3.12 est présenté un exemple de courbe d'ATG (perte de masse en fonction de la température), superposée à la courbe de la dérivée de cette perte de masse (calculs effectuées par des méthodes de traitement du signal, voir Benachour-08/CONCREEP). La dérivée de la courbe de perte de masse (DTG) présente des pics dès qu'il y a décomposition des produits de l'hydratation du ciment. La figure 3.12 donne les résultats typiques d'un essai d'ATG sur un échantillon de mortier à 15 % de fillers calcaires. On peut observer quatre pics principaux dans la courbe de DTG. La dérivée est amplifiée 300 fois pour être bien visible.

Les quatre pics visibles sont les suivants :

- Le pic 1, de faible amplitude, se produit de 50 à 170°C environ. Il s'agit principalement du départ de l'eau libre, peut-être superposée à la décomposition de l'ettringite. Le pic se termine à 170°C et pas 105 ou 145°C, parce que la vitesse de chauffage de l'échantillon est très élevée (elle est de l'ordre de 250°C/heure).
- Le pic 2 se produit entre 220 et 380°C, il est attribué à la décomposition du gel de CSH, et dans une moindre mesure des aluminates.
- Le pic 3 de 490 à 555 °C est dû à la déshydratation de la portlandite $Ca(OH)_2$.
- Le pic 4 entre 645 et 960 °C correspond à la perte de CO_2 dans la calcite $CaCO_3$ (décarboxylation).

Le reste des résultats (pour 0, 25, 35, 45 %) est synthétisé dans le paragraphe « Résultats de L'ATG (de ce même chapitre) ».

MOUNANGA a enregistré des pics à des températures légèrement différentes, mais dans le même ordre de grandeur. Ses explications, qui suivent, sont en bon accord avec nos mesures [Mounanga, 2003] :

- L'évaporation de l'eau libre et d'une partie de l'eau adsorbée se trouve autour du premier pic de 105°C à 130°C. L'eau libre est complètement éliminée.
- La déshydratation du gel de CSH cause l'évaporation de l'eau liée physiquement à partir de 180°C seulement

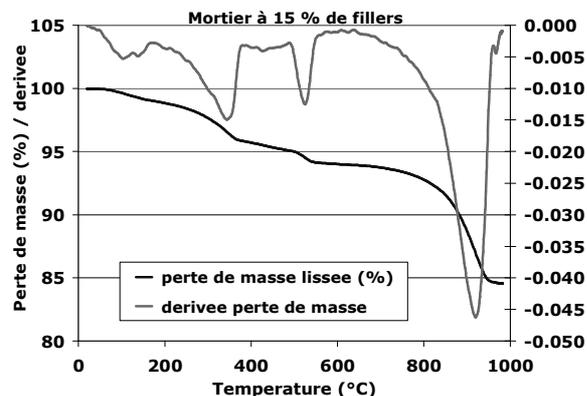
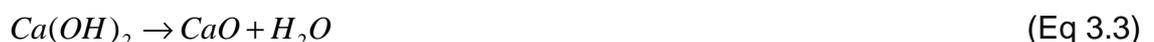


Figure 3.12 Les courbes typiques d'ATG et DTG d'un échantillon de mortier à 15 % de fillers (dérivée amplifiée 300x). Les pics de la dérivée de la perte de masse correspondent à la décomposition des CSH, puis $Ca(OH)_2$, et enfin calcite $CaCO_3$ avec l'augmentation de la température

- Entre 400 et 600°C a lieu la décomposition de la portlandite selon la réaction suivante :



La perte de masse dans cette phase correspond à un départ d'eau chimiquement liée. En fait, l'eau chimiquement liée commence à s'échapper du béton avant le deuxième pic, mais la plus grande vitesse de décomposition de la portlandite a lieu autour de ce pic.

- Quand la température dépasse 600°C, on constate la dernière perte de masse significative observable ici. Il s'agit de la décarbonatation de CaCO₃. La réaction s'écrit :



Cette réaction est endothermique et libère du gaz carbonique CO₂.

D'autres auteurs ont proposé des plages de température relativement similaires pour les décompositions, les différences étant liées à la méthode de mesure (en semi isotherme ou en dynamique, c'est-à-dire selon si on chauffe en continu ou pas). Par exemple, l'article de **Ghassan MOUNAJED et Wafa OBEID [2001]**, ont décrit les principales réactions physico-chimiques dans le béton au cours de son chauffage. Les différences sont liées ici aux différentes phases autres que la pâte de ciment, qui sont présentes dans le béton (granulats principalement), et à la présence de produits modifiant le comportement des phases à chaud (adjuvants divers). Elles sont regroupées dans le tableau 3.1.

3.5.2 Présentation de la thermo-balance

L'appareil de chauffage et de mesure de la perte de masse est appelé une thermo-balance. La figure 3.13 présente la thermo balance Ugine-Eyraud utilisée (SETARAM, type 1101, N° 26376, Lyon, France). Elle comporte quatre grandes parties, à savoir

- un four avec un thermocouple
- un fléau (avec d'un côté l'échantillon, et de l'autre un aimant de rééquilibrage), avec quatre masselottes servant à l'étalonnage (figure 3.14 et 3.15)
- l'aimant et une bobine (figure 3.16) avec une portion réglable, qui sert au rééquilibrage du fléau de la balance en association avec un système optique,
- une partie du système optique de rééquilibrage du fléau qui comprend une ampoule, une lentille convexe et une cellule photosensible.

Entre 30 et 120 °C :	L'eau libre et une partie de l'eau adsorbée s'échappent du béton. L'eau non liée est complètement éliminée à 120°C.
Entre 130 et 170 °C :	Une double réaction endothermique peut avoir lieu correspondant à la décomposition du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
Autour de 180 °C et jusqu'à environ 300 °C :	On a la première étape de la déshydratation. Il y a rupture du gel de ciment. La chaleur brise le gel de ciment et arrache des molécules d'eau aux silicates hydratés. L'eau liée chimiquement commence à s'échapper du béton.
A environ 250 et 370 °C :	On peut avoir de petits pics endothermiques indiquant des effets de décomposition et d'oxydation d'éléments métalliques (ferriques).
Entre 450 et 550°C :	Il y a décomposition de la portlandite en chaux libre : $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$
Autour de 570 °C (573°C) :	Il y a transformation de structures du quartz α en quartz β , accompagnée d'un gonflement
Entre 600 et 700 °C :	Il y a décomposition des phases de C-S-H et formation de β - C_2S . C'est la seconde étape de la déshydratation des silicates de calcium hydratés qui produit une nouvelle forme de silicates bicalciques.
Entre 700 et 900 °C :	Il y a décomposition du carbonate de calcium. Le calcaire se décompose autour de 800°C en $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$, réaction fortement endothermique qui libère du gaz carbonique.
A dessus de 1300-1400 °C :	Le béton passe à l'état de boue

Tableau 3.1 Les principales réactions physico-chimiques dans le béton à haute température [Mounajed 2001]

Préalablement au chauffage, on ajuste le fléau de la balance jusqu'à obtenir l'équilibre entre l'échantillon et l'aimant. Pour cela, on met des petits morceaux de plomb d'un côté ou de l'autre du fléau. L'aimant est retenu dans la bobine par l'action de la force magnétique. Quand la masse de l'échantillon change, la lumière qui était envoyée sur la cellule photosensible diminue d'intensité. Cette cellule photosensible est liée au courant dans la bobine, de telle façon que le courant dans la bobine varie et fait bouger l'aimant. L'aimant remonte quand l'échantillon perd de la masse, ce qui finalement rééquilibre le fléau. On mesure la variation de courant dans la bobine, parce qu'elle est proportionnelle à la perte de masse de l'échantillon. On simule une perte de masse de l'échantillon en posant sur le fléau des masselottes (anneaux) du côté de l'aimant, et comme on connaît la masse de ces masselottes et que l'on mesure en même temps la variation de courant dans la bobine, on récupère la relation courant/perte de masse pour l'essai à venir. C'est la phase d'étalonnage de l'essai, qu'on recommence à chaque essai où on a dû changer la position d'équilibre de départ du fléau. Ensuite, on peut effectuer le chauffage de l'échantillon et mesurer

sa température grâce à un thermocouple de type K protégé dans une gaine en acier inoxydable, et placé dans la machine, à proximité de l'échantillon (voir figure 3.17).

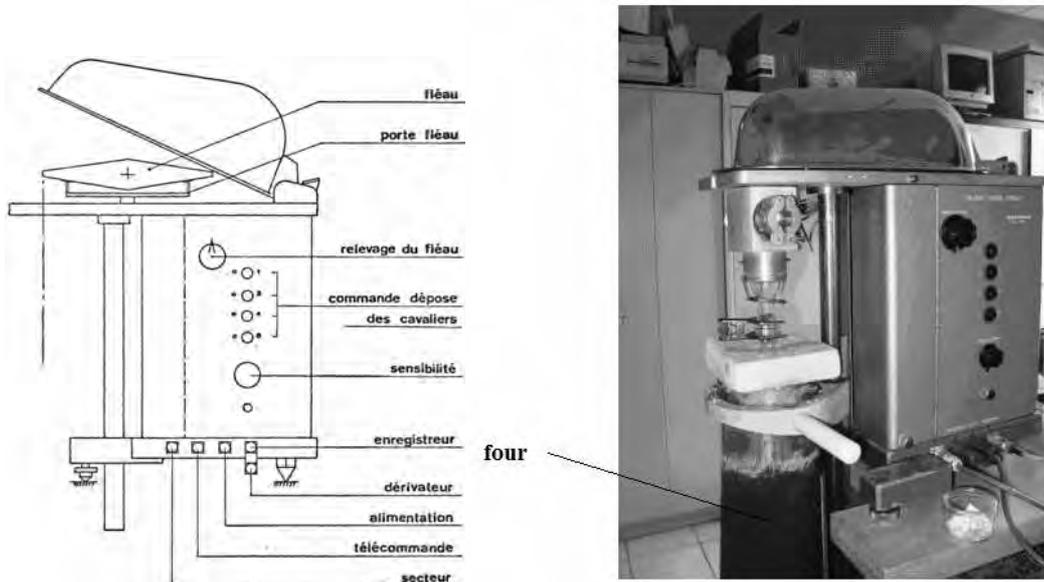


Figure 3.13 Vue d'ensemble de la thermo balance et schéma de principe de fonctionnement

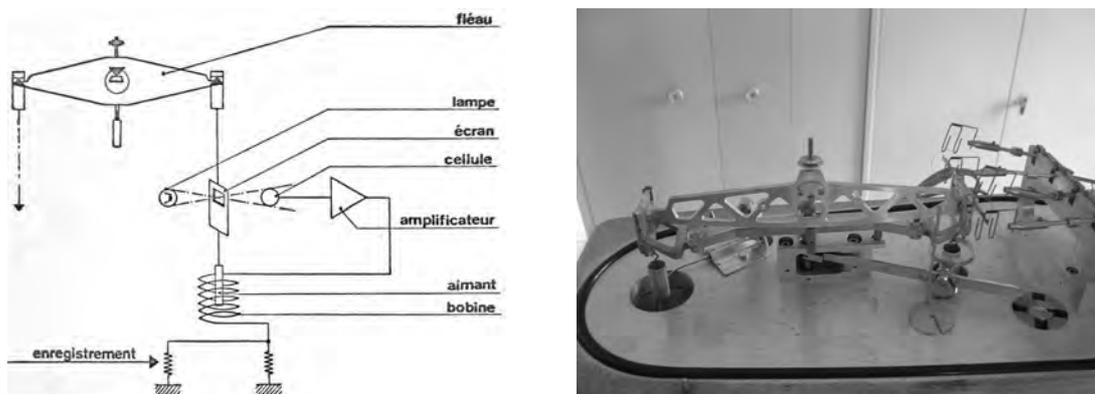


Figure 3.14 Fléau avec les quatre masselottes et schéma de principe de fonctionnement



Figure 3.15 Masselottes (cercles métalliques d'épaisseur et de longueur variables)

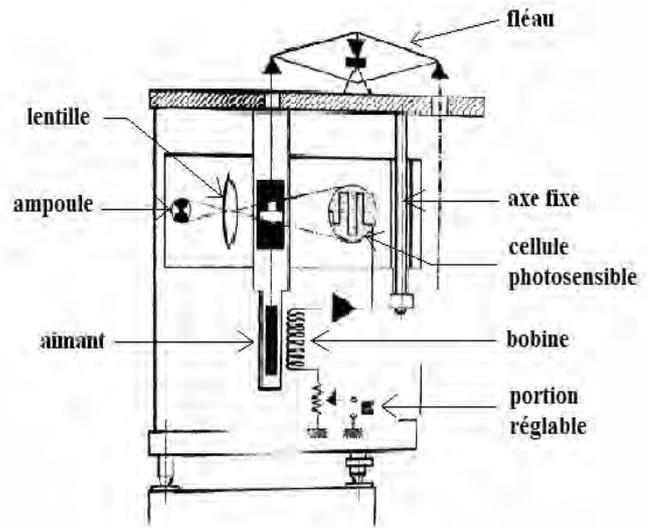


Figure 3.16 Vue du dispositif de compensation : l'aimant et la bobine avec la partie de l'optique d'image et schéma de principe du fonctionnement de la thermo balance.

L'enregistrement de la variation de courant dans la bobine (mesurée comme une tension) et la température au niveau du thermocouple sont récupérés par la centrale de mesure (figure 3.18) et envoyés à un ordinateur. On récupère finalement les données dans Excel, et on peut utiliser une méthode de traitement du signal (mise au point par **Davy et Desobry 2008** pour calculer la dérivée de la perte de masse en fonction de la température.

Afin d'éviter d'éventuel flux d'air chaud, l'échantillon à tester est protégé : il est enfermé dans un tube en verre de silice.



la centrale de mesure

Figure 3.17 Centrale de mesure

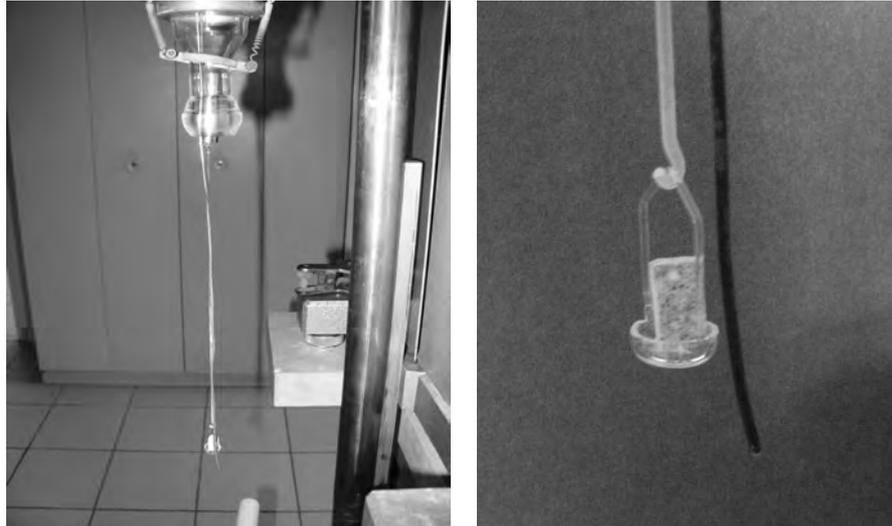


Figure 3.18 *Le thermocouple et l'éprouvette*

3.5.3 Etalonnage par simulation de perte de masse

Le but est de pouvoir arriver à convertir les valeurs de tension électrique enregistrées en équivalent de pertes de masses (du moment qu'on ne lit pas directement les poids). Pour établir cette correspondance par étalonnage, on utilise quatre masselottes (ou anneaux, voir figure 3.15) dont les masses sont connues (20, 40, 80, 100 mg). Au fur et à mesure qu'on rajoute les masselottes on obtient sous Excel une courbe (temps, tension) en escalier (Figure 3.19). Cette courbe (tension en fonction temps) permet la lecture des valeurs qui correspondent à chaque niveau de masse sous la forme de tension électrique. A partir de cette courbe on peut tracer une pente donnant la masse (mg) en fonction de la tension électrique (Volt). Selon cette courbe on peut tracer les points donnant la masse (mg) en fonction de la tension électrique (Volt). La fonction qui définit les courbes [Han, 2006] est :

$$\Delta m = aV + b_i \quad (\text{Eq 3.5})$$

où " i " varie en fonction de l'essai d'étalonnage,

" b " est une fonction de l'essai ;

" a " est la pente ;

" V " est la valeur de tension électrique,

Δm est la perte de masse simulée par l'ajout d'une masselotte.

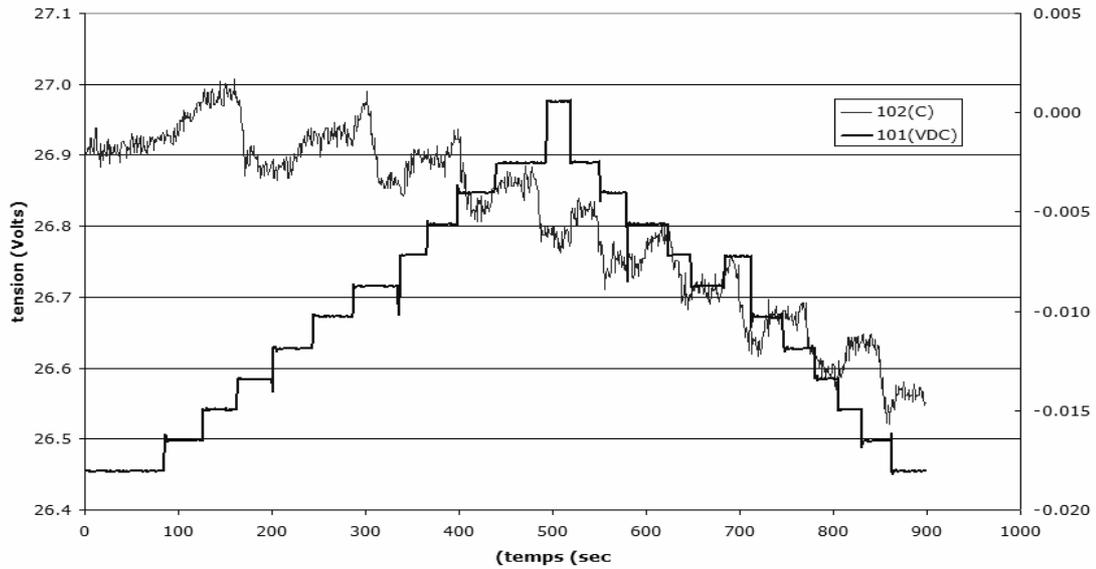


Figure 3.19 Courbe typique de l'étalonnage [Han, 2006]

3.5.4 Calcul des valeurs des essais

Les échantillons de mortier utilisés ont une masse comprise entre 300 et 600 mg. Au cours de l'essai, les éprouvettes ont été chauffées jusqu'à 800 à 1000°C avec une vitesse constante de 250°C/heure environ.

A partir de la fonction

$$\Delta m = aV + b_i \quad (3.5)$$

$$\text{En } t = 0, \Delta m = aV(t=0) + b_i = 0, \quad (\text{Eq 3.6})$$

on peut avoir ;

$$b_i = -aV(t=0) ; \quad (\text{Eq 3.7})$$

En $t > 0$,

$$\Delta m(t) = aV(t) + b_i - aV(t=0) - b_i = a[V(t) - V(t=0)] \quad (\text{Eq 3.8})$$

En supposant que la perte de masse Δm vaut 100% quand $t=0$ par analogie aux travaux de Ahmed **Loukili et al.**. On obtient la fonction donnant la perte de masse PDM :

$$PDM = 100\% - \left(\frac{\Delta m(t)}{m_0} * 100\% \right) \quad (\text{Eq 3.9})$$

Comme

$$\Delta m(t) = a[V(t) - V(t=0)], \quad (\text{Eq 3.10})$$

La fonction donnant la perte de masse est au final

$$PDM = 100\% - \left[\frac{100\% * a}{m_0} (V(t) - V(t=0)) \right] \quad (\text{Eq 3.11})$$

où m_0 est la masse initiale de l'éprouvette en kg, V est la tension électrique en Volt. Finalement on peut tracer la courbe de perte de masse en fonction de la température, et calculer la dérivée par une méthode relevant du traitement du signal (voir Davy, 2008).

3.5.5 Résultats de la thermogravimétrie

La figure 3.20 a,b,c,d et e représente les courbes typiques d'ATG et DTG des échantillons de mortier à 0 %, 15 %, 25 %, 35 % et 45 % de fillers. Les pics de la dérivée de la perte de masse correspondent à la décomposition des CSH, puis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et température correspondance obtenue sont ;

Mortier témoin (0 % de fillers).

Température entre 145 et 481 °C, perte de masse = 3,4052 % des CHS

Température entre 491,78 a 583,8 °C la perte de masse = 0,9514 % des $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Mortier à 15% de fillers

Température entre 145 et 383,3 °C, Perte de masse = 3,39 % des CHS

Température entre 493,34 et 554,21 °C la perte de masse = 0,93% des $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Mortier à 25 % de fillers

Température entre 145 et 344 °C, perte de masse = 1,0625 % des CHS.

Température entre 344 a 567,6 °C, perte de masse = 3,774 % des $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Mortier à 35 % de fillers

Température entre 145 et 400 °C perte de masse = 3,9212 % des CHS.

Température entre 489,2 à 565,4 °C, perte de masse = 1,3143 des $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Mortier à 45 % de fillers

Température entre 145 à 400 °C, une perte de masse = 1,9241 % des CHS

Température entre 450 à 600 °C , une perte de masse = 3,2003 des $\text{Ca}(\text{OH})_2$

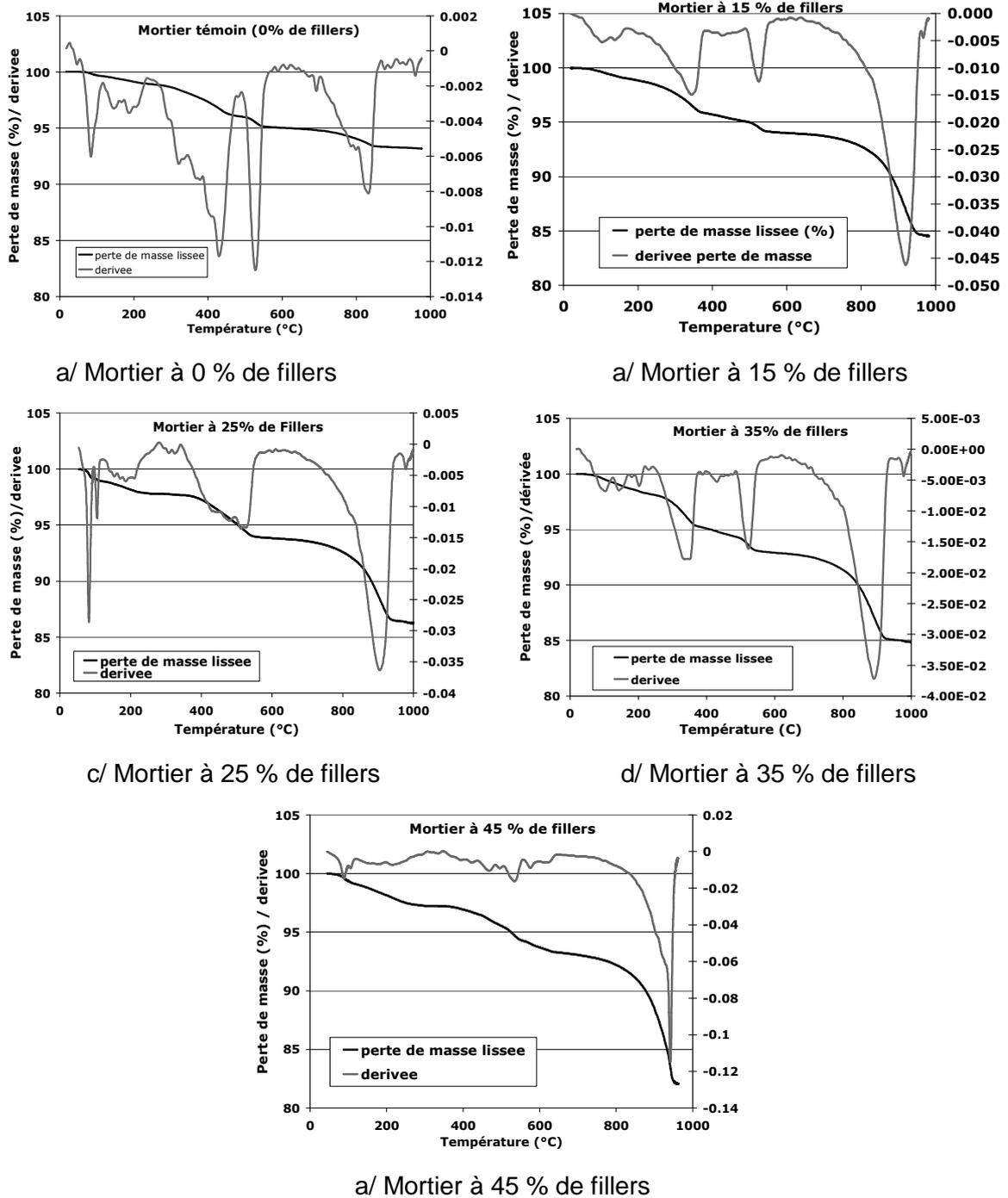


Figure 3.20 Les courbes typiques d'ATG et DTG des échantillons de mortier à 0 %, 15 %, 25 %, 35 % et 45 % de fillers (dérivée amplifiée 300x). Les pics de la dérivée de la perte de masse correspondent à la décomposition des CSH, puis $Ca(OH)_2$, et enfin calcite $CaCO_3$ avec l'augmentation de la température

La figure 3.21 synthétise la variation de perte du CSH et $Ca(OH)_2$ en fonction du taux de fillers incorporés dans les mortiers. Dans les deux cas, quelle que soit le taux de fillers calcaires, la perte de masse est inférieure à 4 %, aucune évolution significative n'est enregistrée avec la proportion de fillers introduit par substitution du sable. Ces mortiers à différents ajouts de fillers ont pu s'hydrater pleinement après une année de maturation. Par conséquent, tous les mortiers affichent un CSH et Ca

(OH)₂ presque identiques. Les très faibles valeurs de perte de masse au cours décompositions de CSH et de Ca (OH)₂ (en dessous de 4%) montrent que pour les mortiers frais, qu'il s'agisse des charges d'accélérer la formation de pâte de ciment ou non, de très petites valeurs doivent être enregistrées.

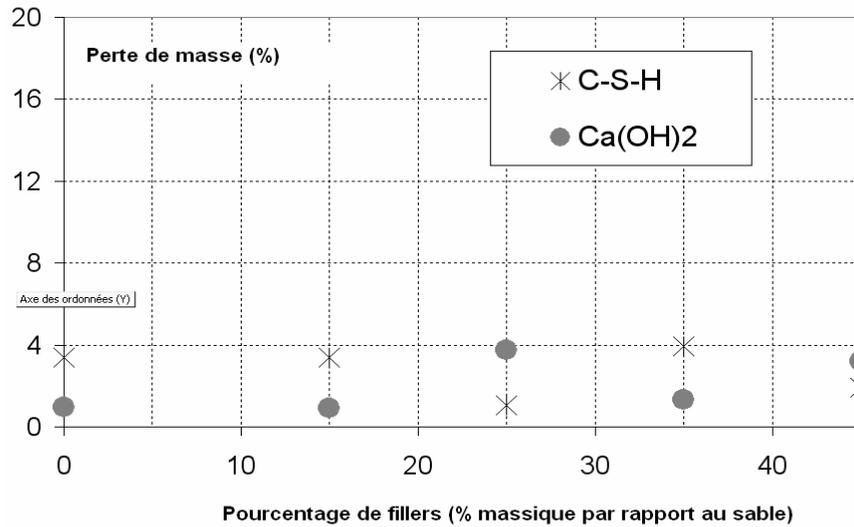


Figure 3.21 Perte de masse (%) pour les gammes de température correspondant à la décomposition respective du CSH et de Ca (OH)₂ en fonction du taux de fillers.

3.6 Synthèse et conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude des caractéristiques physiques des mortiers à teneurs élevées de fillers calcaires par des méthodes expérimentales les plus récentes.

Les résultats ont montré que la masse volumique et la porosité sont très influencées par l'ajout de fines. La densité passe par un maximum pour un taux de fillers de 15 % alors que la porosité passe par un minimum pour le même taux d'ajout de fillers calcaires. Au-delà de 15 % de fillers, on observe une chute progressive de la densité par palier de 2,7 à 2,9 % et une augmentation de la porosité jusqu'à atteindre une valeur double pour un taux de fillers de 45 %. Pour les taux de fillers élevés et vu que la surface spécifique des fillers est importante cela contribue à la création de nouveaux pores qui engendrent une augmentation de la porosité et une diminution de la densité.

Ce résultat a été aussi confirmé par les distributions porales obtenues par la porosité à mercure et les photos obtenues par le microscope à balayage électronique (MEB).

Le coefficient d'absorption s'est avéré plus accentué surtout pour les mortiers fortement chargés en fillers (45 %), ce qui traduit que les pores sont de taille très petite et plus nombreux, évidemment en relation avec la porosité des échantillons.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrie des mortiers à différents ajouts de fillers ont pu s'hydrater pleinement après une année de maturation. Par conséquent, tous les mortiers affichent un CSH et $\text{Ca}(\text{OH})_2$ presque identiques. Les très faibles valeurs de perte de masse au cours de décomposition de CSH et de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (en dessous de 4%), ont été observées.

D'une manière générale on peut conclure a priori que seul l'ajout à 45 % de fillers constitue une influence néfaste sur les propriétés microstructurales des mortiers (à différents taux de fillers). Ces propriétés (densité, porosité à l'eau et à mercure, absorptions capillaire), on peut les considérer déjà comme des indicateurs prévisibles des performances mécaniques et de la durabilité.

3.5 Références bibliographiques :

[Daudon, 2001] Daudon J. L. 2001.

Thermogravimétrie,
Techniques de l'ingénieur, traité Analyse et Caractérisation,

[Bédérina, et al 2005] Bédérina, M., Khenfer, M. Dheilly, R.M. Quéneudec, M ,2005

Reuse of local sand: effect of limestone filler proportion on the rheological and mechanical properties of different sand concretes,
Cem. Concr. Res. vol 35 pp 1172–1179.

[Bessa-Badreddine, 2004] Bessa-Badreddine, A.2004

Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers,
Thèse de Doctorat, Université de Cergy Pontoise, France,

[Castellote et al 2004] Castellote, M, Alonso, C., Andrade. C., Turrillas, X Campo, J, 2004

Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction,
Cement and Concrete Research vol 34 pp 1633-1644.

[Davy,2008] Davy, C.A. 2008

Intervention dans le cours de mastère de recherche en Génie Civil « Matériaux du Génie Civil » (F. Skoczylas),

[Emerson, 1990] Emerson, M. 1990,

Mechanisms of water absorption by concrete, in: R. Dhir, J. Green (Eds.), Proceedings of the International Conference on Protection of Concrete, Univ. of Dundee, Chapman and Hall, pp. 689–700.

[Gawerska Hager 2004] Gawerska Hager, I 2004.

Comportement à haute température des bétons à haute performance—évolution des principales propriétés mécaniques,

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et de l'école Polytechnique de Cracovie France,

[Han, 2006] Han. Y, 2006

Etude expérimentale sur le comportement du béton à haute température
Mémoire de DEA Ecole Centrale de Lille Laboratoire de Mécanique de Lille France.

[Hawkins, 2003] Hawkins, P Tennis, P Detwiler R, 2003

The use of limestone in Portland cement: a state-of-the-art review,
Portland cement Association, Report n. EB227.

[Long] Long T. Phan, Nicholas J. Carino,

Code Provisions for High Strength Concrete Strength-Temperature Relationship at Elevated Temperature, Building and Fire Research Laboratory,
National Institute of Standards and Technology, Maryland, USA.

[Loukili et al 1999] Loukili, A., Khelidj, A., Richard, P.,1999

Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete,
Cement and Concrete Research Vol 29, pp 577-584.

[Mounanga, 2003] Mounanga, P, 2003

Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge: hydratation, retraits, propriétés thermo-physiques,
Thèse de Doctorat de l'Ecole Doctorale de Mécanique, Thermique et Génie Civil de Nantes France.

[Moundjedet et Obeid 2001] Moundjedet G et Obeid W, 2001

Modélisation du comportement thermo-hygromécanique des bétons à hautes températures,
Rapport intermédiaire pour le livre BHP, document MOCAD,

[Msaad 2005] Msaad, Y 2005.

Analyse des mécanismes d'écaillage du béton soumis à des températures élevées,
Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées France,

[Uchikawa et al 1996] Uchikawa, H. Hanehara, S. Hirao, H, 1996

Influence of microstructure on the physical properties of concrete prepared by substituting mineral powder for part of fine aggregate,
Cem. Concr. Res. Vol 26 (1)) pp 101–111.

CHAPITRE 4

INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS CALCAIRES SUR LES PROPRIETES MECANIKES DES MORTIERS

4 .1 Introduction.....	91
4.2 Résistance à la traction par flexion et à la compression.....	91
4.2.1 Procédure expérimentale.....	91
4.2.2 Résultats et analyse.....	92
4.3 Mesure du module de Young	94
4.3.1 Dispositif utilisé.....	94
4.3.2 Réalisation de l'essai résultat et analyse.....	95
4.4 Essais poro-mécaniques.....	100
4.4.1 Propriétés poromécaniques	100
4.2.2 Protocole d'essais poromécaniques et résultats.....	101
4.6 Synthèse et conclusion.....	110
4.6 Références bibliographiques	111

4 .1 Introduction

L'utilisation des fillers calcaires comme granulats dans la confection des mortiers et bétons est peu répandue dans le monde. Peu d'études ont été faites et peu de travaux lui ont été consacrés, cela pour deux raisons :

- La plus grande partie de la production est utilisée en cimenterie.
- La méconnaissance des effets bénéfiques en qualité de granulats.

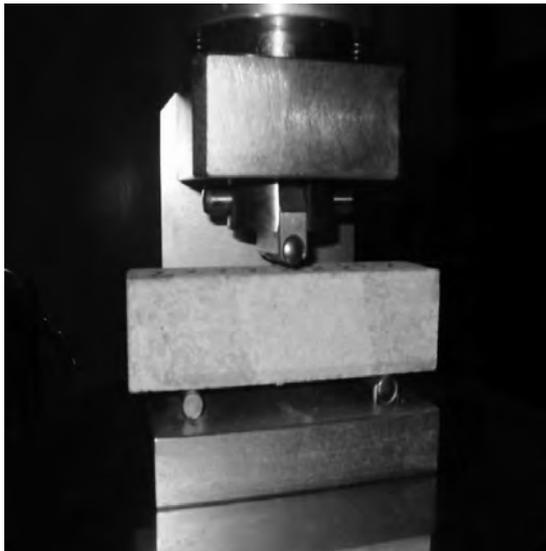
En ce qui concerne l'emploi des fillers calcaires dans la fabrication des mortiers ou bétons, cette option est restée au stade d'étude dans les laboratoires. La vulgarisation de l'utilisation des fillers calcaires par des études à travers les rencontres scientifiques sont très peu et sa disponibilité sont des facteurs qui pourraient inciter les constructeurs à s'intéresser à ces fines et l'intégrer dans la composition du béton.

Les paramètres de caractérisation des mortiers formulés sont les résistances mécaniques en compression, la traction par flexion, le module d'élasticité et la poromécanique comme facteur de durabilité

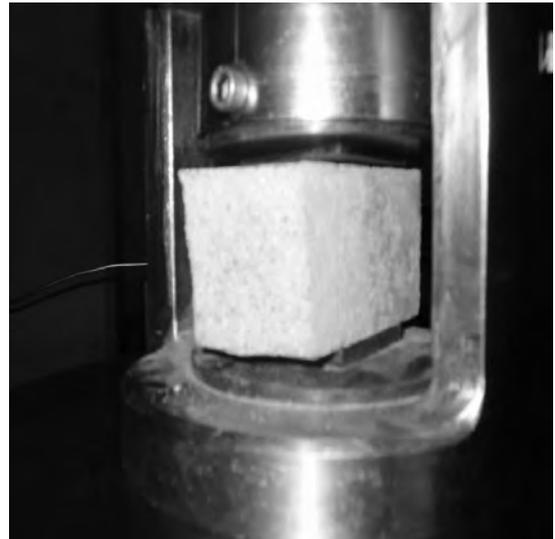
4.2 Résistance à la traction par flexion et à la compression.

4.2.1 Procédure expérimentale

La traction par flexion a été réalisée sur des prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ à l'aide d'un dispositif de flexion 3 points (EN 196-1) (Figure 4.1.a). De même pour les résistances à la compression, les mesures ont été réalisées à l'aide d'un dispositif pour cube $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ (EN 196-1) (Figure 4.1.b). La résistance à la compression à 28 jours du mortier est déterminée en utilisant les parties rompues des prismes d'abord soumis à l'essai de flexion. Les extrémités des prismes sont intactes après rupture en flexion (ASTM 116-90 et EN 196-1). La vitesse de déplacement du plateau de la presse a été fixée à 0,12 mm/mn.



a/ Dispositif de flexion trois points



b/ Dispositif de compression sur cube

Figure 4.1. Photos des dispositifs employés pour la flexion trois points sur prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ et résistance à la compression sur cube $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$.

4.2.2 Résultats et analyse

Sur les figures 4.2 et 4.3, il a été synthétisé respectivement les résultats à 28 jours de la résistance à la compression et à la flexion 3 points. Les résistances (compression et traction par flexion) sont meilleures qu'avec le mortier de référence pour des taux de fillers allant jusqu'à 35 %. L'optimum est à 15 %, soit 14 MPa d'amélioration de résistance à la compression et 1,76 MPa (23 %) pour la traction par flexion. Les résistances des différents mortiers diminuent peu malgré l'augmentation significative de la porosité à l'eau avec l'ajout de fillers au delà de 15 % d'ajout (cf § Chapitre 2). Donc il n'y a pas de relation univoque entre la porosité et les résistances. L'amélioration des résistances indépendamment de l'effet remplisseur est due à la nucléation hétérogène qui produit un excès d'hydrates formés. Cela est dû au fait que la réaction entre l'eau et le ciment est plus rapide en présence de poudre calcaire (Nonat, 1994, Baron 1996). Il a été démontré que l'effet de la finesse est bénéfique pour les surfaces spécifiques en dessous de 500 kg/m^2 (Lawrence et al, 2005). L'amélioration de résistance peut s'expliquer aussi par la formation des aluminates et des carboaluminates du moment qu'il y a réaction chimique entre le carbonate de calcium et l'aluminate tricalcique (Soroka et Stern, 1976).

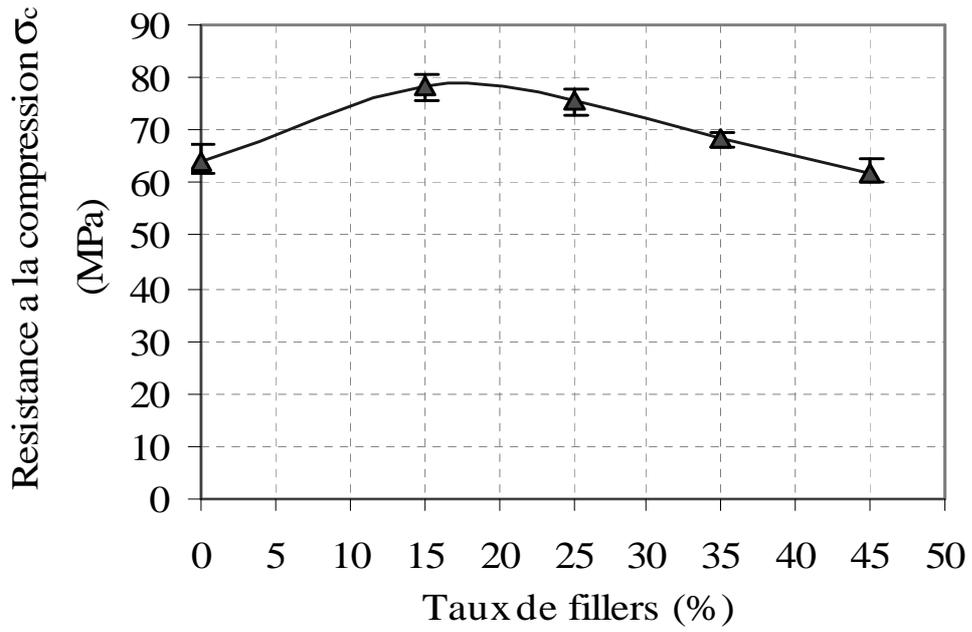


Figure 4.2 Résistance à la compression des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers

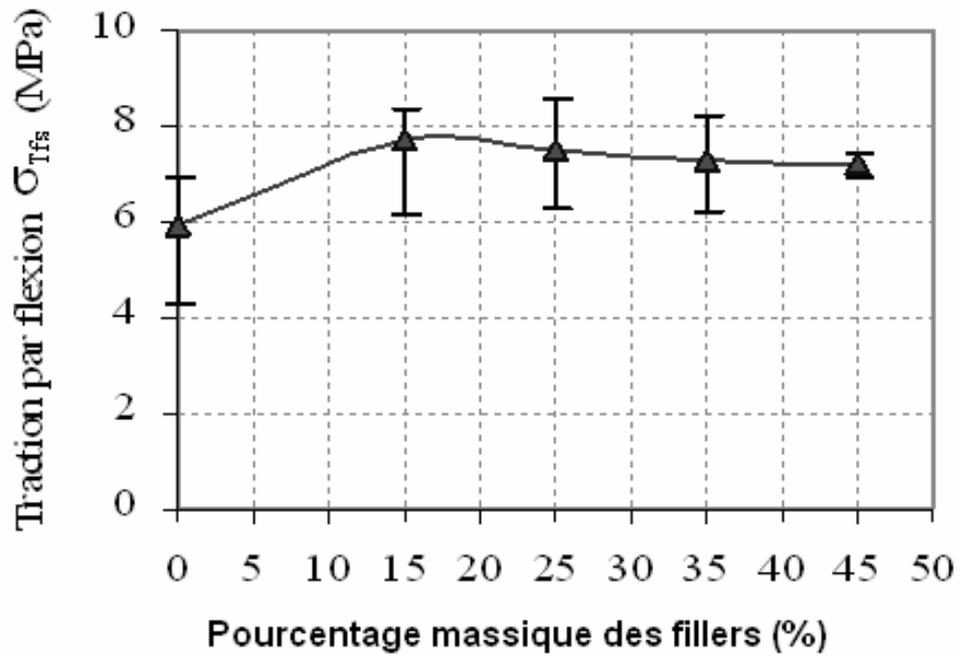


Figure 4.3 Résistance à la flexion trois ponts des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers

4.3 Mesure du module de Young

4.3.1 Dispositif utilisé et protocole d'essai.

Les propriétés mesurées dans cette partie sont le module d'élasticité initial et la courbe contrainte déformation (σ, ε) des mortiers à différents taux de fillers. Les déformations longitudinales du module de Young ont été mesurées sur des éprouvettes cylindriques. Vu le grand nombre d'échantillons à tester, un dispositif de mesure simple a été utilisé. Il s'agit d'un dispositif de mesure mis au point par l'équipe du laboratoire [Agostini 2006] pour évaluer le module d'Young des échantillons.

Le principe est d'estimer le déplacement moyen de quatre mesures obtenues par quatre capteurs LVDT maintenus entre deux anneaux. Cela permet de compenser les perturbations dues à d'éventuels phénomènes de flexion. Afin de minimiser le défaut de parallélisme les faces inférieure et supérieure des éprouvettes ont été rectifiées (surfacées). En plus une rotule spécialement conçue pour ces essais a été utilisée (Figure 4.4). Cette rotule ayant le même diamètre que les éprouvettes, qui a été placée entre l'échantillon et le plateau supérieur de la presse (cf. Figure 4.4) a montré son efficacité pour réduire les effets de flexion parasites dus aux défauts de parallélisme des échantillons [Agostini 2006, Yurtdas 2003].

Les essais ont été réalisés au moyen d'une presse (Seditech) d'une capacité de 5 tonnes. L'acquisition des données (capteur de force et déplacement) est assurée par l'unité de pilotage de la presse (figure 4.5). L'essai est réalisé à une vitesse de déplacement de $2\mu\text{m/s}$. Deux colliers en aluminium se fixant sur une éprouvette de 37mm de diamètre au moyen de 4 vis mobile pour chaque collier. Les colliers sont fixés de façon à mesurer la déformation d'une section de 30mm de haut située au milieu de l'éprouvette. Le collier haut est équipé de 4 capteurs de déplacements (Miniature Spring Return (Gauging) LVDT Displacement Transducer. Référence D6/01000A, marque RDP) disposant d'une course efficace de 1mm. Un capteur de force qui a une capacité de 5 tonnes (marque REP type C2S), permet de mesurer la contrainte appliquée à l'échantillon. Le capteur de force et les 4 LVDT sont reliés à un conditionneur de signal (marque : National Instruments. Châssis 4 slots SCXI-1000. Module de conditionnement 8 voies programmables jauges de contraintes

SCXI-1520. Module de conditionnement 8 entrées pour capteurs de déplacement LVDT et résolveurs RVDT SCXI-1540), Le programme Labview a été spécialement utilisé pour cet essai. La figure 4.6 présente le schéma de principe de l'équipement de mesure.



Figure 4.4 Photo du dispositif expérimental avec 4 LVDT maintenus entre 2 anneaux

La contrainte axiale a été appliquée au moyen d'une presse mécanique. Les colliers de fixation, les LVDT ainsi que le capteur de force sont visibles sur la figure 4.4.

4.3.2 Réalisation de l'essai, résultat et analyse.

L'essai est réalisé à une vitesse de déplacement à 0,12 mm/mn. Les mesures sont faites après un cycle de chargement/déchargement ;

- Chargement jusqu'à 7 MPa puis déchargement jusqu'à 2 MPa
- Chargement jusqu'à 10 MPa puis déchargement jusqu'à 5 MPa
- Chargement jusqu'à 12 MPa puis déchargement jusqu'à 7 MPa
- Chargement jusqu'à 14 MPa puis déchargement jusqu'à 9 MPa
- Chargement jusqu'à 15 MPa puis arrêt



Figure 4.5 Vue générale de l'équipement d'essai mécanique

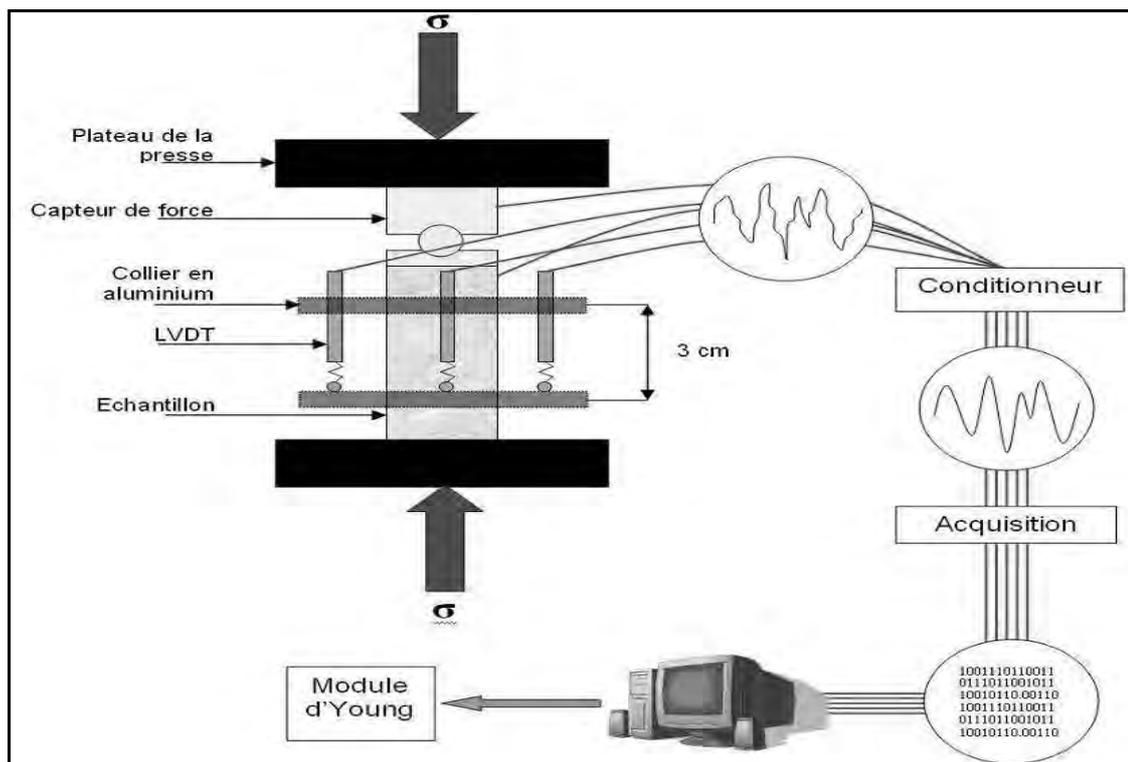


Figure 4.6 Schéma de principe du dispositif de mesure du module de Young [Agoustini 2007]

Le module d'Young est calculé après avoir tracé la courbe contrainte/déformation correspondant à la pente de chargement. La déformation du matériau est obtenue en moyennant les déplacements des 4 LVDT et en divisant ce déplacement moyen par la hauteur de mesure qui est de 30 mm.

L'analyse du module d'élasticité est réalisée en utilisant Excel (régression linéaire). La figure 4.7 représente un calcul typique du module d'élasticité, la pente de la courbe de recharge. Sur la figure 4.8 il a été représenté un exemple de suivi sur écran (de l'ordinateur) l'évolution du module d'élasticité selon le chargement et déchargement imposé. La courbe contrainte/déformation de chacun des LVDT permet d'apprécier la qualité de la préparation de l'éprouvette. Plus les courbes sont rapprochées plus l'essai du module de Young est faible (figure 4.9). On peut remarquer que pour ce test, il y a presque une superposition des courbes. Des essais préliminaires ont permis d'affirmer que la mesure de module d'Young obtenu en moyennant ces 4 déplacements est très proche d'une valeur obtenue au moyen de jauges de déformation.

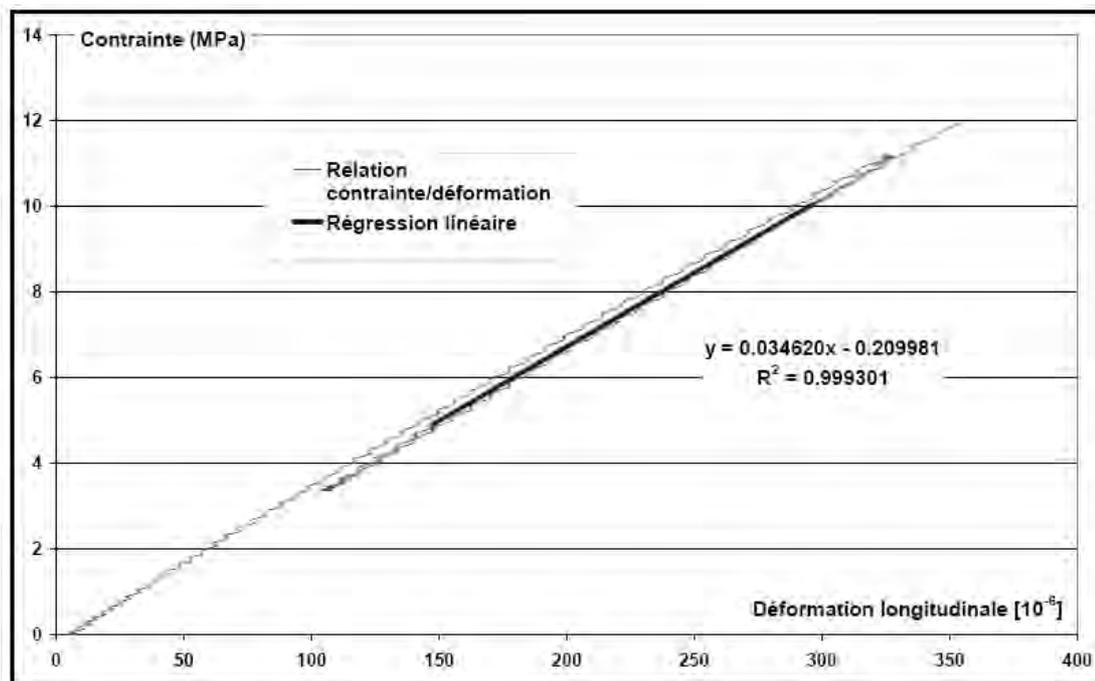


Figure 4.7 Calcul du module d'Young sur un mortier à 15 % de fillers à 28 jours (la pente de la courbe de recharge indique un Module d'Young de 34060 MPa)

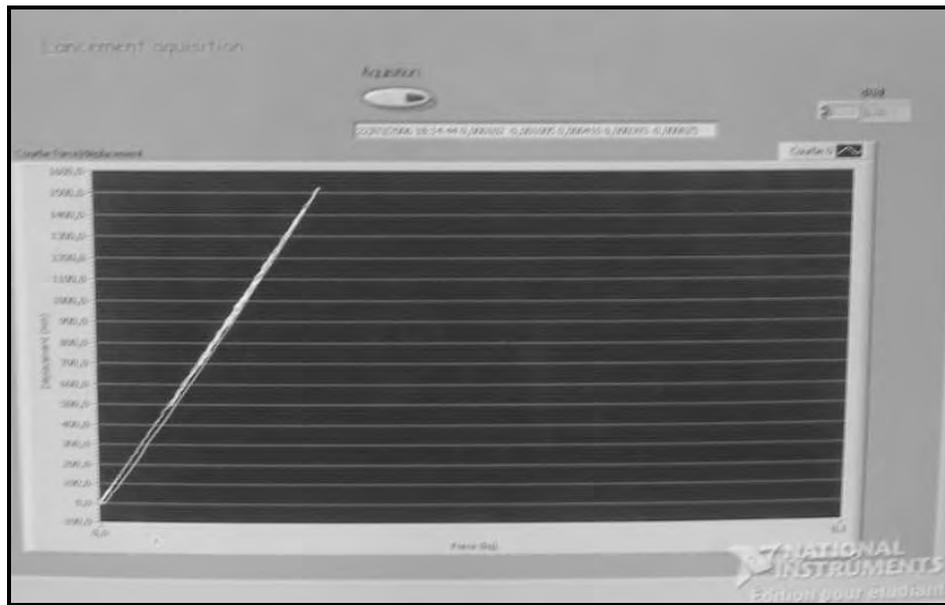


Figure 4.8 Exemple de suivi sur écran l'évolution du module d'élasticité selon le cycle de chargement et déchargement imposé

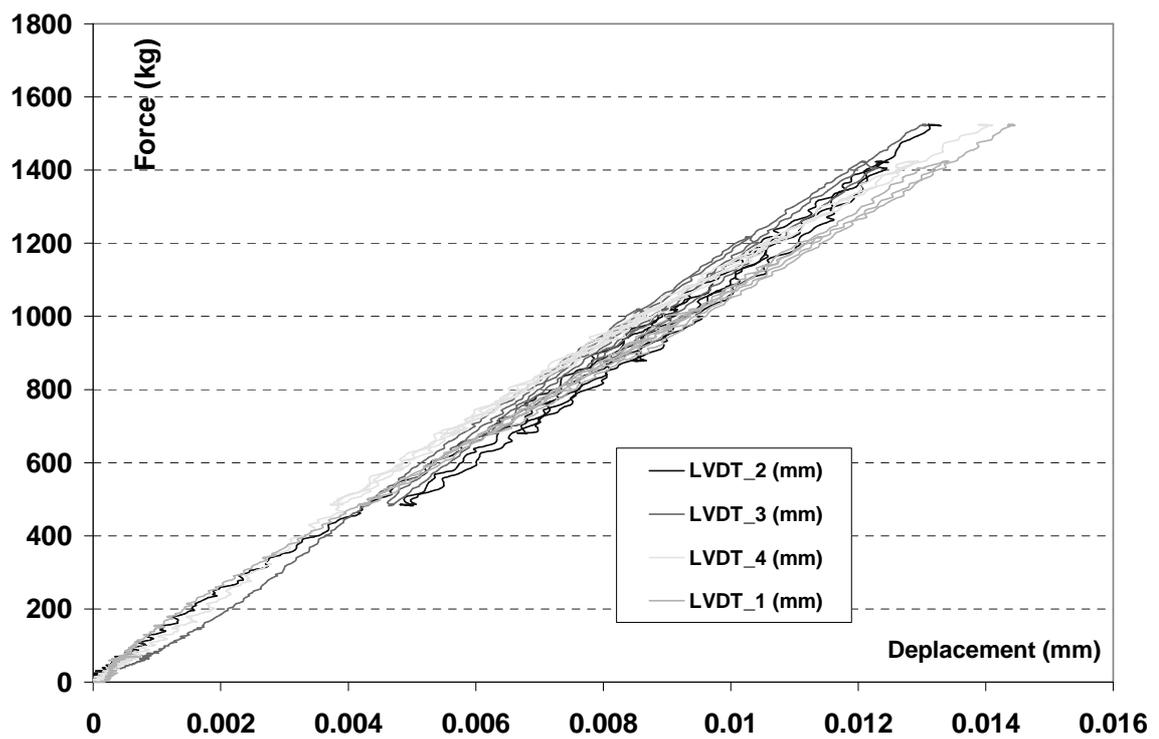


Figure 4.8 Ecarts de mesure entre les LVDT dus aux défauts de parallélisme et de surfacage de l'échantillon (mesure effectuée sur mortier à 15 % de fillers à 28 jours)

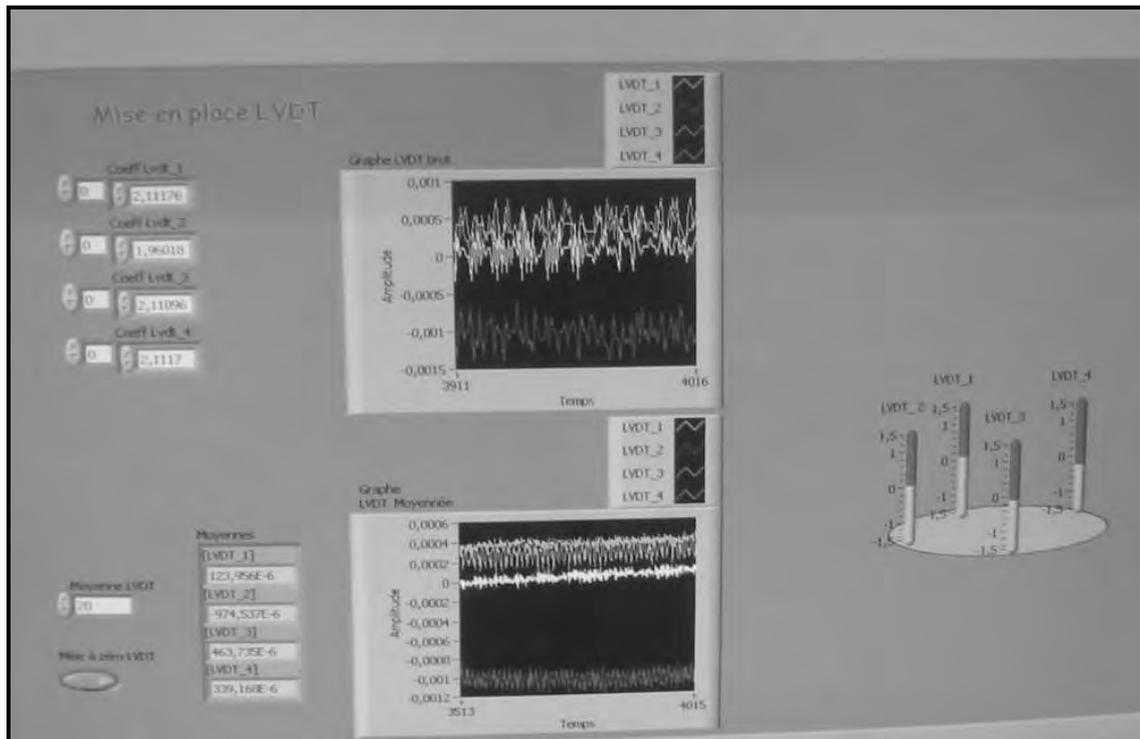


Figure 4.9 Exemple de suivi des écarts sur écran des LVDT dus aux défauts de parallélisme et de surfaçage de l'échantillon

Les modules d'Young des différentes formulations de mortiers à différents taux de fillers sont présentés sur la figure 4.10. Le module, les déformations longitudinales ont été mesurées sur trois éprouvettes cylindriques. Les résultats du module d'élasticité à 28 jours représentés sur la courbe sont la moyenne de trois essais pour chaque taux de fillers introduit dans le mortier. On observe que les mortiers confectionnés avec 15 % d'ajout de fillers améliorent de 2,8 % le module de d'élasticité par rapport au mortier de référence. Au delà, on observe une diminution progressive par palier variant de 8,57 à 16,3 % avec l'augmentation du taux de fillers. Cette évolution est étroitement liée à la variation du rapport E / C et la porosité (voir chapitre 3), contrairement à la résistance à la compression et traction par flexion qui ne sont pas influencées de la même manière que le module de Young.

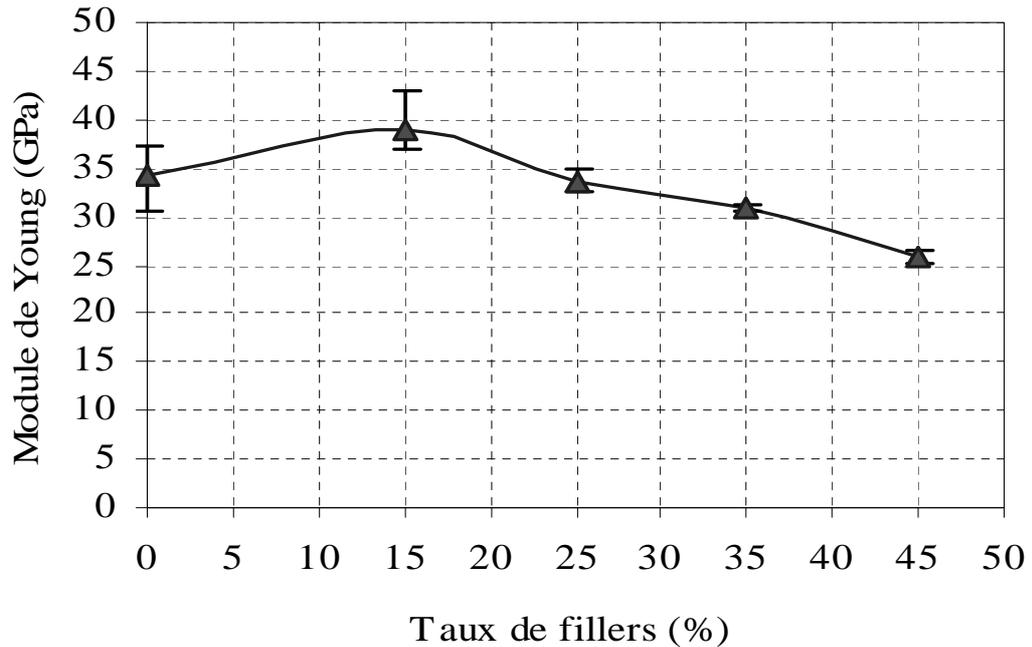


Figure 4.10 Evolution du module de Young des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers

4.4 Essais poro-mécaniques

4.4.1 Propriétés poro-mécaniques

Le milieu poreux saturé est considéré comme une superposition de 2 milieux continus occupant le même point géométrique : le squelette (solide + porosité occlusive) et le fluide (figure 4.11). Les caractéristiques des constituants du milieu poreux sont sous l'hypothèse d'une matrice élastique linéaire isotrope. Le comportement du fluide est également isotrope [Lion, 2004]. Les modules souvent utilisés dans la théorie des milieux poreux sont :

- coefficient de Biot b ,
- les modules d'incompressibilité du squelette K_u et K_b qui sont respectivement les modules non drainé et drainé,
- le module de compressibilité de la matrice solide K_s ;
- le module de compressibilité du fluide saturant K_f .

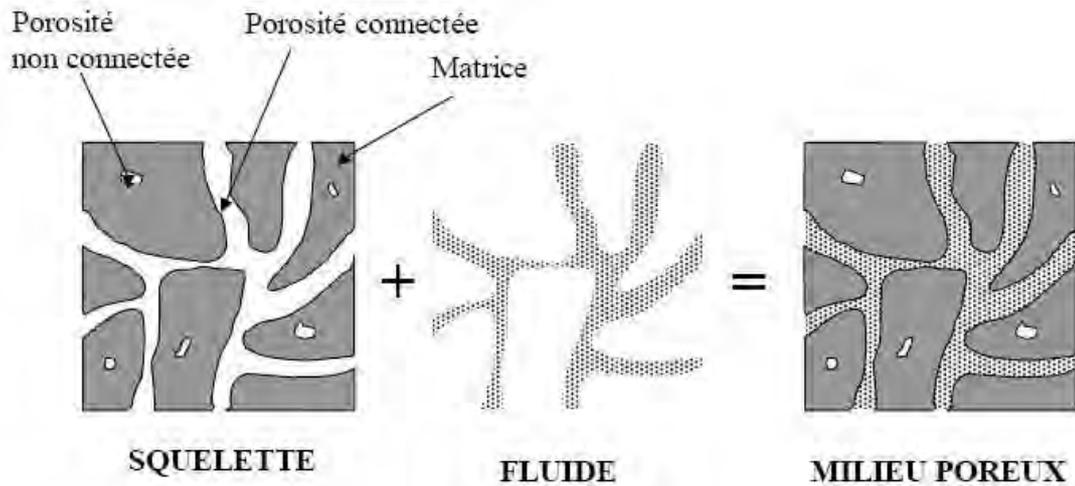


Figure 4.11 Description d'un milieu poreux saturé [Lion 2004]

Les relations principales entre les caractéristiques ci dessus sont :

$$b = 1 - \frac{K_b}{K_s} \text{ (Fonction de Biot),} \quad (\text{Eq 4.1})$$

$$\frac{1}{M} = \frac{b - \phi}{K_s} + \frac{\phi}{K_f} \quad (\text{Eq 4.2})$$

$$K_u = \frac{\phi \left(\frac{1}{K_s} - \frac{1}{K_f} \right) + \frac{1}{K_s} - \frac{1}{K_b}}{\phi \left(\frac{1}{K_s} - \frac{1}{K_f} \right) \frac{1}{K_b} + \left(\frac{1}{K_s} - \frac{1}{K_b} \right) \frac{1}{K_s}} \quad (\text{Eq 4.3})$$

où ϕ est la porosité.

Le coefficient de Biot b représente la proportion dans laquelle la pression interstitielle soulage le squelette de l'effet de la contrainte totale (en particulier la contrainte total moyenne). Le coefficient de Biot est toujours inférieur ou égale à 1, supérieur à la porosité Φ , et d'autant plus proche de Φ , que le matériau est peu poreux.

Le module d'incompressibilité non drainé K_b relie linéairement les déformations volumiques du squelette $\Delta \epsilon_v$ aux variations de la pression de confinement P_c dans un essai de compression isotrope ($\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 = P_c$) drainé c'est-à-dire sans variation de la pression interstitielle ($\Delta p_i = 0$).

4.2.2 Protocole d'essais poromécaniques et résultats

Pour la réalisation des essais de poro-mécaniques, une cellule hydrostatique a été utilisée (figure 4.12). Ces essais sont réalisés sur des éprouvettes de 37mm de diamètre et 74mm de long. Trois jauges de déformations ont été collées sur les éprouvettes de mortier à différents taux de fillers, deux jauges longitudinales et une jauge transversale sur chaque éprouvette (figure 4.13). Un câblage a été utilisé pour lier les jauges de déformations et la prise. L'argon a été utilisé comme fluide interstitiel. Dans le courant des essais poro-mécanique, la pression de confinement a été variée de 0 jusqu'à 200 bars. Les déformations ont été mesurées par un pont de jauges pour mesurer les déformations (figure 2.14).

L'éprouvette est installée dans une cellule hydrostatique de capacité de 200 MPa. Cette cellule hydrostatique comprend une embase inférieure, une embase supérieure, un fût et une tige de drainage souple (figure 4.15). L'éprouvette est placée sur l'embase inférieure. Lors de la mise en place de l'éprouvette, on a étalé une couche de Sika sur sa périphérie pour protéger les jauges et les câblages, puis on a mis l'éprouvette sur une jaquette en Viton rectifié. Une huile hydraulique est utilisée comme fluide de confinement et la pression de confinement est appliquée en pressant une pompe Enerpac manuellement. La pression de confinement a été lue par un manomètre disposé sur l'embase supérieure (figure 4.15).

Un flux de gaz traversait l'éprouvette en régime permanent. L'argon qui est un gaz idéal à cause de son inertie a été injecté vers l'extrémité inférieure de l'éprouvette pendant que la pression de l'extrémité supérieure était à pression atmosphérique, Avant de commencer l'essai on attend, afin d'assurer la stabilisation du gaz, puis on mesure la diminution de pression injectée en fonction du temps.

Le module d'incompressibilité du squelette drainé K_b a été mesuré pour tous les mortiers à différents taux de fillers (0, 15% 25 % 35 % et 45%). Par contre le coefficient de Biot b et le module de compressibilité de la matrice K_s a été mesuré uniquement pour le mortier à 15 % de fillers et comparer au mortier classique à $E/C = 0.5$ (à 0 % de fillers).



Figure 4. 12 *Photo de la cellule hydrostatique*



Figure 4.13 *Eprouvette instrumentée*



Figure 4.14 photo du matériel à mesurer les déformations (pont de jauges)

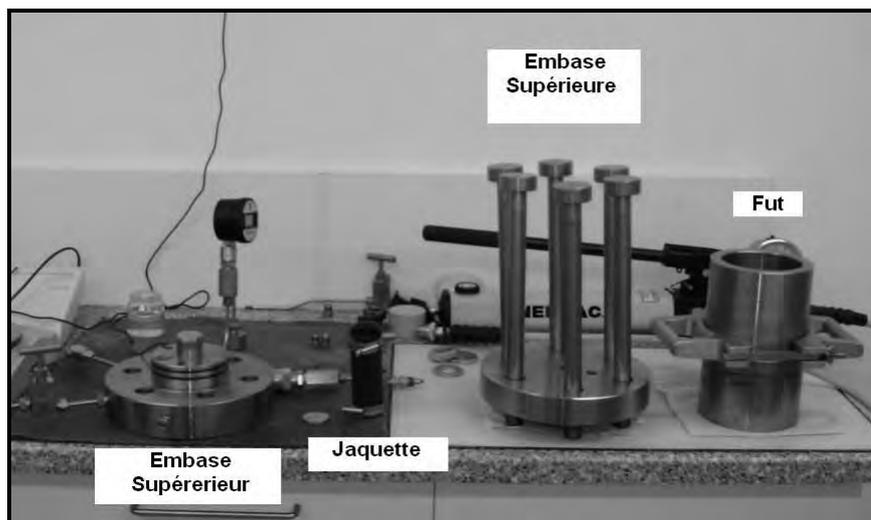


Figure 4.15 Différents éléments constituant la cellule

La réalisation de l'essai a nécessité de maintenir le fluide interstitiel constant correspondant à pression constante pendant l'essai. P_i (pression d'injection) égale à P_{atm} (pression atmosphérique) pour obtenir la condition drainée.

Le module de compressibilité du squelette drainé K_b est la pente linéaire de la courbe pression de confinement P_c / déformation volumique du squelette dans le cas drainé ε_v^b . C'est à dire pente de la courbe (P_c, ε_v^b) .

L'expression de K_b est alors:

$$K_b = \frac{P_c}{\varepsilon_v^b} \quad (\text{Eq 4.4})$$

où ε_v^b est la déformation volumique du squelette dans le cas drainé.

Un exemple de calcul du coefficient K_b pour les mortiers à 15 % de fillers est représenté sur la figure 4.16.

Pour évaluer le module de compressibilité de la matrice K_s , il a été d'abord choisi une pression de confinement P_c qui était constante pendant l'essai. La pression injectée $P_{i\text{ amont}}$ était toujours la même que la pression sortie $P_{i\text{ aval}}$ en condition non drainée où la valeur de pression P_i était maintenue toujours inférieur eà la pression de confinement P_c .

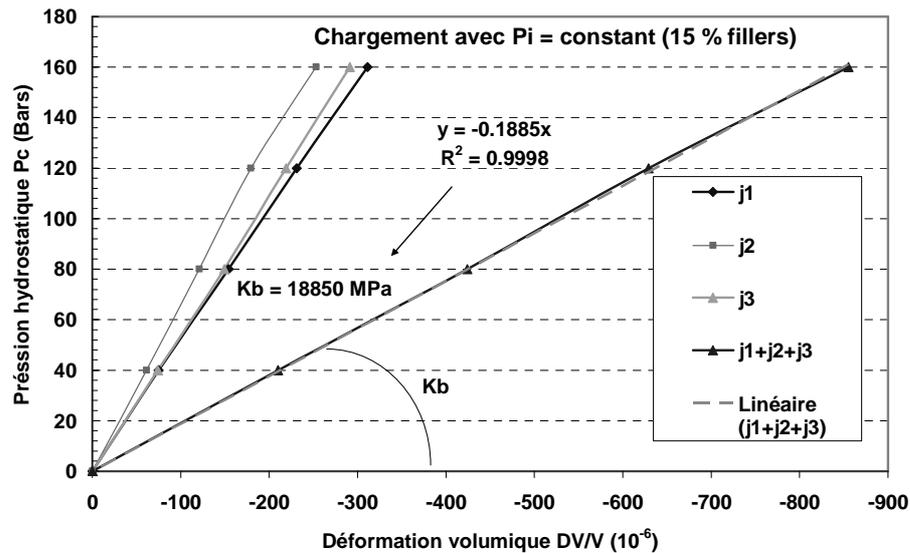


Figure 4.16 Mesure du module d'incompressibilité en condition drainé K_b pour le mortier à 15 % de fillers

Après avoir déterminé le module d'incompressibilité en condition drainé K_b et tracé la courbe de pression interstitiel (P_i) en fonction de la déformation volumique du squelette (ε_v), on détermine H qui est la pente de la courbe (P_i, ε_v). Connaissant K_b et H, le coefficient de Biot b sera le rapport entre K_b et H.

$$b = \frac{K_b}{H} \tag{Eq 4.5)}$$

b Coefficient de Biot

K_b Module d'incompressibilité du squelette drainé

H Pente de la courbe linéaire (P_i, ε_v).

Le module d'incompressibilité de la matrice K_s est définie comme la pente de la courbe (P_c, ε_v^s).

L'expression suivante est utilisée pour déterminer K_s [Lion 2004].

$$\frac{1}{K_s} = \frac{1}{K_b} - \frac{1}{H} \quad (\text{Eq 4.6})$$

K_s Module d'incompressibilité de la matrice.

K_b Module d'incompressibilité du squelette drainé

H Pente de la courbe linéaire (P_i, ε_v).

La figure 4.17 montre les résultats du module d'incompressibilité de la matrice (K_s) d'un mortier à 15 % de fillers. La valeur de K_s obtenue est de 40000 MPa. Le coefficient de Biot b obtenu est de 0.528. Cette. En général, la valeur du coefficient de Biot b est égale 0,5 à 0,6 pour un mortier de référence avec $E/C=0,5$. Les valeurs obtenues (**figure 4.16**) pour $b = 0.528$ et $K_s = 40000$ MPa confirment bien que le mortier est moins poreux qu'un mortier de référence à $E/C = 0.5$ (dépourvu de fillers) ou b est en moyenne égale à 0.605 et $K_s = 34719$ MPa [Loosveldt 2002]. La valeur du coefficient de Biot b est fonction de la porosité des matériaux. Le coefficient de Biot croit avec l'augmentation de la porosité (il tend vers 1, cas des craies). De même, lorsque la porosité est très faible (cas des marbres) le coefficient de Biot tend vers 0. Dans le cas de la porosité très faible, le squelette du matériau est pratiquement composé de la matrice solide, la porosité est un facteur influant sur le coefficient de Biot.

Certains auteurs [Zimmerman 2000], ont même réajusté l'intervalle de définition du coefficient de Biot, et plus précisément sa limite basse, en fonction de la porosité :

$$\frac{3\phi}{2+\phi} \leq b \leq 1 \quad (\text{Eq 4 .7})$$

Dans notre cas la porosité à l'eau du mortier à 15 % de fillers présente une valeur minimale (5.7 %) par rapport aux mortiers à 25, 35, 45 % où on a observé (cf § chapitre 2) que la porosité augmente avec l'ajout de fillers et ayant pour valeur variant de 8 à 10,4 %. Par contre elle reste comparable au mortier de référence voire plus faible

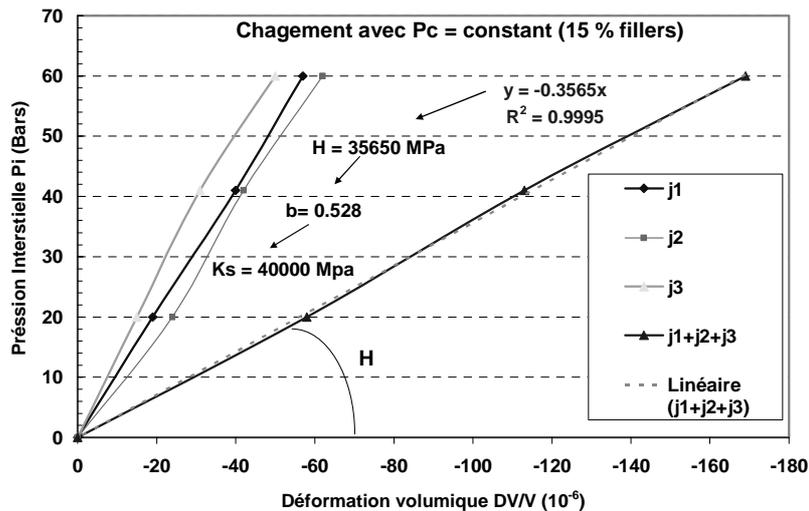


Figure 4.16 Mesure du module d'incompressibilité de la matrice pour le mortier à 15 % de fillers

(Porosité moins de 6 % par rapport au mortier à 0 % de fillers qui est de 6 %, voir ch 2). Cela explique pourquoi la valeur obtenue du coefficient de Biot b pour le mortier à 15 % de fillers reste dans de la fourchette minimale qui est $b = 0.5$.

Pour le coefficient K_b , des exemples de détermination graphiques du coefficient d'incompressibilité du squelette drainé (K_b) pour un taux d'incorporation de fillers 0, 15, 25, 35 et 45 % sont respectivement représentés, dans les figures 4.17, 4.18, 4.19 4.20 4.21. Pratiquement dans la majorité des essais, le coefficient d'incompressibilité de la matrice au chargement est supérieur ou égal au coefficient d'incompressibilité de la matrice au déchargement (figure 4.17, 4.18, 4.19). Ces écarts sont principalement dus à d'une part, la fermeture de la microfissuration (réversible à long terme), et d'autre part, les difficultés de contrôle de la pression interstitielle, en particulier au coeur de l'échantillon, qui n'a pas le temps de se dissiper totalement entre deux mesures et deux paliers de pression (Phénomène observé aussi par Loosveldt, 2002). Finalement, pour la suite de nos résultats, nous avons pris en compte les valeurs de K_b mesurées en chargement.

Les résultats de la variation du module d'incompressibilité K_b des mortiers (valeurs moyennes de trois échantillons), élaborés en fonction du taux de fillers sont synthétisés sur la figure 4.22. On peut observer trois paliers bien distincts.

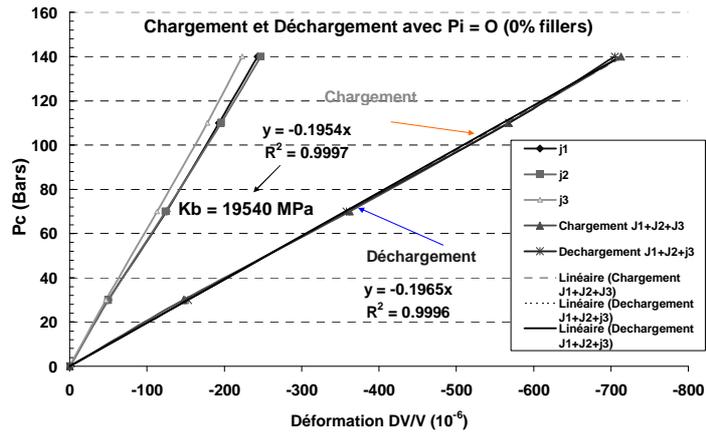


Figure 4.17 Résultat de mesure du module d'incompressibilité drainé K_b pour le mortier à 0 % de fillers

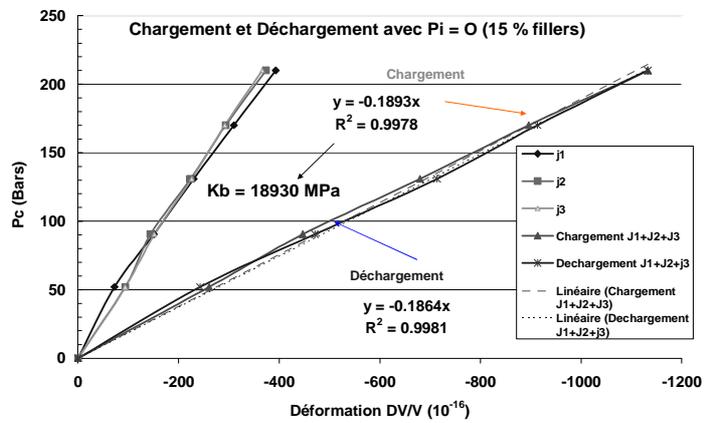


Figure 4.18 Résultat de mesure du module d'incompressibilité drainé, K_b , pour le mortier à 15 % de fillers

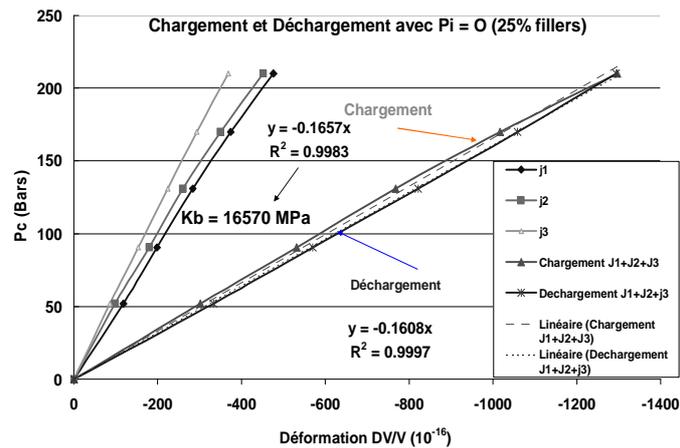


Figure 4.19 Résultat de mesure du module d'incompressibilité drainé, K_b pour le mortier à 25 % de fillers

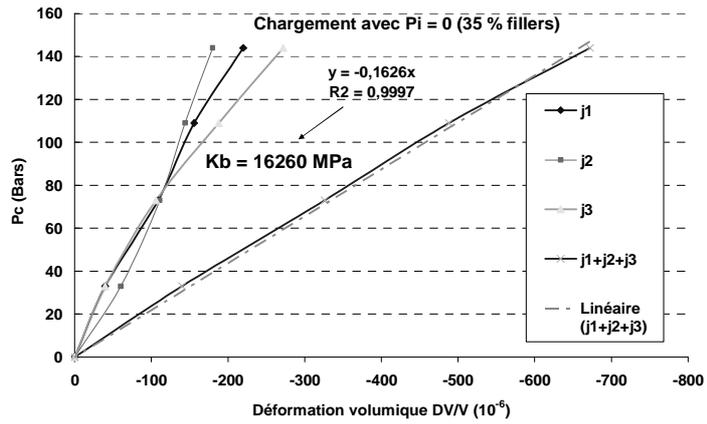


Figure 4.20 Résultat de mesure du module d'incompressibilité drainé K_b pour le mortier à 35 % de fillers

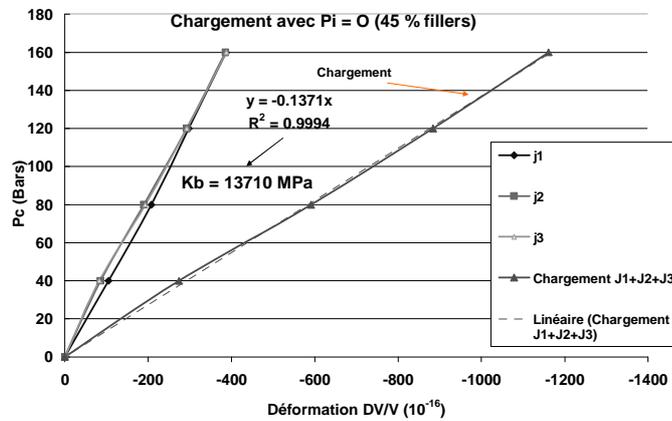


Figure 4.21 Résultat de mesure du module d'incompressibilité drainé K_b pour le mortier à 45 % de fillers

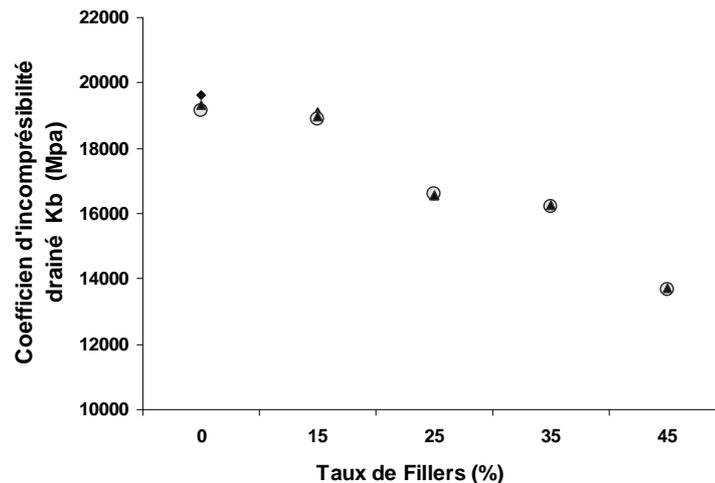


Figure 4.22 Evolution du module d'incompressibilité drainé K_b des mortiers élaborés en fonction du taux de fillers

- le premier palier correspond au coefficient d'incompressibilité de l'ordre de 19000 (18976- 19330) enregistré pour le mortier de référence et celui à 15 % de fillers.

- le deuxième palier dont le coefficient d'incompressibilité d'environ 16500 (16570-16256) observé pour le mortier à 25 % et 35 % de fillers.
- le troisième palier qui est le dernier (à 45 % de fillers) correspond au plus faible coefficient d'incompressibilité qui est de 13700.

D'une générale on peut dire, que le module d'incompressibilité K_b diminue progressivement avec l'ajout de taux de fillers surtout au delà de 15%. Néanmoins cette diminution devient significative (5630 MPa, soit 29 %) pour les mortiers où le taux fillers ajoutés est de 45 %. Pour les mortiers dosés à 25 et 35 % de fillers, la diminution enregistrée est de l'ordre de 16 % (soit 3700 MPa). Ceci est évidemment étroitement lié à la microstructure des mortiers, selon le dosage en fillers incorporés, notamment la porosité (chapitre 3). Ce résultat a été aussi observé pour l'effet de Klinkenberg, et l'absorption capillaire (Chapitre 3) où on a vu que ces paramètres sont très influencés pour les mortiers dosés à 45 % de fillers.

4.5 Synthèse et conclusion

Les propriétés ont été étudiées en fixant une maniabilité constante pour tous les mortiers. Les résultats montrent que la teneur optimale en fillers de 15 % (équivalant à 45% par rapport au poids du ciment introduit) a permis l'obtention de bonnes performances (14 MPa d'augmentation par rapport au mortier de référence). Toutefois, les résistances restent meilleures par rapport au mortier de référence pour des ajouts allant jusqu'à 35 % (équivalant à 105 % par rapport au poids du ciment introduit), malgré l'augmentation considérable de la porosité avec l'ajout important de fillers. Mise à part l'effet remplisseur des fillers, ceci ne peut être expliqué que par l'effet physique de la nucléation hétérogène et la formation d'aluminates et de carboaluminates. En revanche, le module d'élasticité comme pour la masse volumique (Chapitre 3) diminuent considérablement avec l'augmentation de la porosité des mélanges obtenus.

Le module d'incompressibilité K_b diminue progressivement avec l'ajout de fillers surtout au delà de 15%. Néanmoins cette diminution devient significative pour les mortiers où le taux fillers ajoutés est de 45 %. Ceci est évidemment étroitement lié à la microstructure des mortiers, selon le dosage en fillers incorporés

4.6 Références bibliographiques

[Agoustini 2006], Agoustini F 2006

Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins

Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille

[Agoustini et al 2007], Agoustini F., Lafhaj Z., Skoczylas F., Loodsveldt H., 2007

Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar,

Cem. Concr. Res. vol 37 (1) pp 71–78

[Baron, 1996], Baron J., 1996

Les additions normalisées pour le Béton In les bétons bases et données pour leur formulation, Association technique, industrie des liants hydrauliques, 1996, Edition Eyrolles, Paris, pp 47-57,

[Lawrence et al, 2005], Lawrence P., Cyr M., Ringot E., 2005

Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength,

Cem. Concr. Res, vol 35, Issue 6, pp 1092-1105,

[Loosveldt 2002], Loosveldt. H 2002 Eude expérimentale des comportements hydraulique et promecanique d'un mortier sain ou dégradé

Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille

[Lion, 2004] Lion M, 2004

Influence de la température sur le comportement photomécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales,

Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille France.

[Nonat, 1994] Nonat A, 1994

Interactions between chemical evolution hydration and physical evolution (setting) in the case of tricalcium silicate,

Matériaux and strictures, vol 27,168 pp 187-195,

[Soroka et Stern, 1976] Soroka I., Stern N., 1976

Calcareous fillers and compressive strength of portland cement,

Cem. Concr. Res. vol 6 (3), pp 367–376,

[Yurtdas, 2003], Yurtdas I, 2003.

Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice cimentaire : étude expérimentale sur mortiers.

Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille France.

[Zimmerman, 2000] Zimmerman R.W., 2000.

Coupling in poroelasticity and thermoelasticity,

International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 37, pp. 79-87,

CHAPITRE 5

INFLUENCE DE L'AJOUT DE TAUX ELEVE DE FILLERS CALCAIRES SUR LA DURABILITE DES MORTIERS

5.1 Introduction.....	113
5.2 Perméabilité au gaz.....	113
5.2.1 Notion de perméabilité	113
5.2.2 Loi de Darcy.....	114
5.2.3 Phénomènes de glissement – Effet Klinkenberg.....	116
5.2.4 Protocole d'essais de perméabilité.....	118
5.2.5 Résultats d'essai de perméabilité et effet de Klinkenberg.....	120
5.3 Retrait et perte en poids	121
5.3.1 Protocole d'essais de retrait et perte en poids	123
5.3.2 Variation du retrait et perte en poids	125
5.4 Essai gel dégel.....	128
5.4 1 Procédure expérimentale gel dégel.....	125
5.4 2 Résultats des essais gel dégel et analyse.....	128
5.5 Synthèse et Conclusion.....	133
5.6 Références bibliographiques.....	135

5.1 Introduction

Le Comportement des matériaux cimentaires à base de sable fillérisé dans un environnement agressif dépend des facteurs complexes et multiples liés d'une part à l'environnement et d'autre part au matériau lui-même (nature et dosage des constituants, conditions). Ce chapitre est donc structuré en trois parties.

La première partie est consacrée aux essais de perméabilité au gaz, l'évolution de la perméabilité en fonction du pourcentage de fillers et la mise en évidence de leur rôle de remplisseur sont ainsi exposées.

La deuxième partie présente les résultats des essais de variations dimensionnelles et pondérales, suivre dans le temps l'évolution du retrait et de la perte en poids.

La troisième partie a pour objectif de tester les mortiers à taux élevé de fillers comparés au mortier de référence, retenus pendant 250 cycles de gel dégel dans le but d'évaluer les altérations des performances. Les déformations ont été évaluées au moyen de mesures de déformation et de la perte en poids.

5.2 Perméabilité au gaz

5.2.1 Notion de perméabilité :

La perméabilité du béton mesure la capacité de ce matériau poreux à être traversé et pénétré par des fluides sous un gradient de pression, le flux se produit dans le réseau poreux, qui comporte la porosité initiale. Son unité est l'unité de surface (m^2) et elle est une propriété intrinsèque de l'espace poreux (tortuosité, connectivité, surface spécifique, taille des pores...) qui est un facteur influant sur la valeur de la perméabilité [Dana et al 1999 ; Dullien et al 1992].

5.2.2 Loi de Darcy :

Darcy en 1856, a établi une relation entre la vitesse de percolation d'un fluide dans un milieu poreux et le gradient de pression du fluide qui le traverse. Cette relation s'appuie sur les hypothèses suivantes :

- Les forces d'écoulement dues à la viscosité prédominent sur les forces d'inertie.
- Le milieu poreux est totalement saturé par une seule phase fluide.
- Les écoulements du fluide sont supposés laminaires.
- Le fluide d'infiltration est inerte vis-à-vis du milieu poreux, c'est-à-dire qu'il n'y a aucune interaction chimique ou physique entre le fluide et le matériau.

La première hypothèse concerne l'isotropie du milieu poreux et par conséquent de la perméabilité. La perméabilité est définie par un scalaire indépendamment de la direction de l'écoulement. Dans notre étude, on considère uniquement le cas d'un écoulement unidirectionnel tout en négligeant l'effet des pertes de charge associées aux différences d'altitude. Cette caractéristique de perméabilité est liée à la loi de Darcy:

$$\vec{V} = -\frac{K}{\mu} \overrightarrow{GradP} \quad (\text{Eq 5.1})$$

où \vec{V} est la vitesse de filtration,
 μ la viscosité dynamique du fluide,
 K la perméabilité intrinsèque
et P la pression du fluide de percolation.

La loi de Darcy ne prend en compte que la viscosité dynamique et le gradient de pression du fluide de percolation. Ceci permet de rappeler que c'est la viscosité du fluide qui gouverne l'écoulement, lequel peut d'ailleurs être appelé écoulement visqueux. La figure 5.1 donne un exemple du profil des vitesses d'un fluide visqueux dans un tube capillaire.

L'hypothèse prise est que les vitesses sont nulles aux parois du tube capillaire pour un écoulement visqueux. Cette condition est satisfaite lorsque le fluide de percolation

est un fluide visqueux qui adhère aux parois des pores. Si le fluide de percolation est liquide, l'adhésion du liquide aux parois des pores satisfait cette condition. Dans notre étude expérimentale le fluide de percolation est un gaz (Argon), il faudra alors prendre en compte les phénomènes de glissement aux parois des pores c'est l'effet Klinkenberg

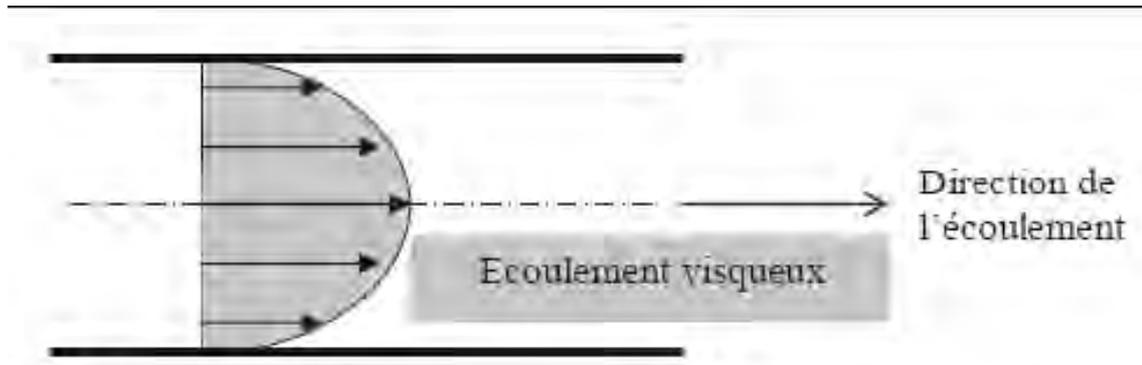


Figure 5.1 Exemple de Profil des vitesses d'un fluide visqueux dans un tube capillaire [Lion 2004].

Les principales formules utilisées pour la calcul de la perméabilité sont

$$V_x = -\frac{K_x}{\mu} \text{grad } p(x) = -\frac{K_x}{\mu} \frac{dp}{dx}$$

$$Q_{moy} = \frac{V_r * \Delta p_i}{p_{moy} * \Delta t}; \quad p_{moy} = \frac{p_i + p_f}{2}$$

$$V = \frac{Q_{moy}}{A}, \quad V = -\frac{K_x}{\mu} \text{grad } p(x) \Rightarrow K = \frac{V * \mu}{\text{grad } p(x)}$$

$$\text{on a : } p(x) = \sqrt{p_i^2 * (1 - \frac{x}{h}) + p_0^2 * \frac{x}{h}} \Rightarrow \text{grad } p = \frac{(p_0^2 - p_i^2)}{2 * h * \sqrt{p_i^2 * (1 - \frac{x}{h}) + p_0^2 * \frac{x}{h}}}$$

$$\Rightarrow \text{grad } p /_{x=0} = \frac{p_0^2 - \Delta p_i^2}{2 * p_i * h}$$

$$d'où \quad K = \frac{V * \mu}{\text{grad } p /_{x=0}} = \frac{V_r * \Delta p_i}{p_{moy} * \Delta t * A} * \frac{2 * \mu * p_i * h}{p_0^2 - \Delta p_i^2}$$

(Eq 5.2)

Où : K est la perméabilité en m^2 .

$r V$ est le volume de réservoir tampon qui est $0.42 l$.

$moy P$ est la pression moyenne.

$i \Delta p$ est la pression différentielle.

$i p$ est la pression d'injection.

Δt est le temps nécessaire pour la chute de $i \Delta p$ correspondant.

A est l'aire de la surface latérale de l'échantillon utilisé.

h est la hauteur de l'échantillon utilisé.

μ est la viscosité du gaz utilisé pour l'essai.

Pour l'Argon c'est $2.20 \cdot 10^{-5} pa.s$

Pour l'Hélium c'est $1.96 \cdot 10^{-5} pa.s$

5.2.3 Phénomènes de glissement – Effet Klinkenberg

L'écoulement des gaz dans les milieux poreux n'est pas régi uniquement par la viscosité contrairement à l'écoulement des liquides : il comprend à la fois un écoulement de glissement et un écoulement visqueux. Les phénomènes de glissement dus aux chocs entre les parois des pores et les molécules de gaz sont d'autant plus accentuées que le libre parcours moyen des molécules est grand. Il y a par conséquent un rapport entre la taille (ou le diamètre moyen) des pores et l'intensité des phénomènes de glissement (figure 5.2). Plus les pores sont de petite taille et plus les molécules de gaz ont tendance à subir des chocs contre les parois des pores. Ces perturbations font intervenir la microstructure des matériaux et le libre parcours moyen des molécules de gaz. Ce dernier paramètre dépend de la pression de gaz : quand la pression augmente, le libre parcours moyen des molécules diminue. Afin d'atténuer les phénomènes de glissement, il faut à ce moment que la pression du gaz en percolation soit élevée. Dans l'absolu, on peut même dire que si la pression du gaz tendait vers l'infini, l'écoulement par glissement serait alors totalement éliminé et il ne subsisterait que l'écoulement visqueux.

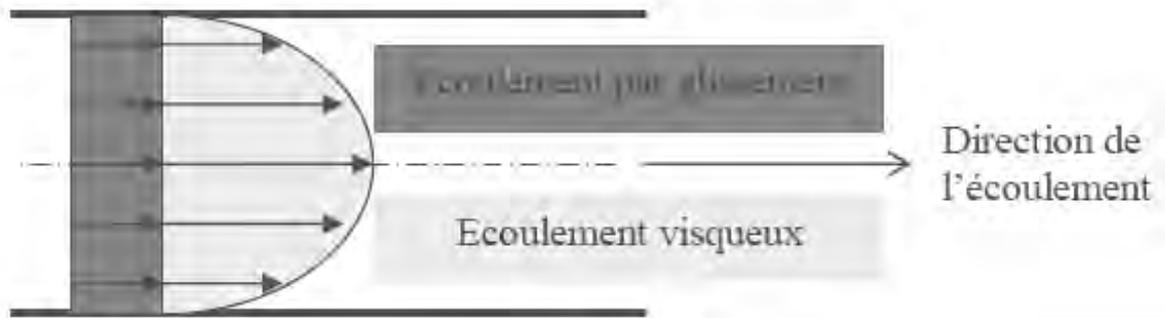


Figure 5.2 : Profil des vitesses d'un gaz dans un tube capillaire [Lion 2004].

On appelle perméabilité apparente la perméabilité d'un matériau pour lequel le fluide de percolation est un gaz. Ce terme est utilisé afin de la différencier de la notion de perméabilité intrinsèque qui est indépendante de la nature du fluide percolant.

Malgré qu'il existe plusieurs approches expérimentales pour déterminer la perméabilité intrinsèque et par conséquent le coefficient β de Klinkenberg [Klinkenberg 1941], l'approche de Klinkenberg est la plus utilisée actuellement du fait de sa validation par plusieurs chercheurs et sa simplicité [Abbas 98, Perraton 92, 99].

La théorie de Klinkenberg qui a développé en 1941 consiste à formuler une relation linéaire entre la perméabilité apparente et la perméabilité intrinsèque [Klinkenberg 1941]

$$K_{app} = K_{int} \left(1 + \frac{\beta}{P_m}\right) \quad (\text{Eq 5.3})$$

où K_{app} est la perméabilité apparente,

K_{int} la perméabilité intrinsèque,

β le coefficient de Klinkenberg

P_m la pression moyenne du gaz.

Cette théorie de Klinkenberg considère que la perméabilité apparente évolue de manière linéaire en fonction de l'inverse de la pression moyenne de gaz. On peut déterminer la perméabilité intrinsèque à partir de schéma de principe de Klinkenberg. Elle correspond à la valeur de la perméabilité apparente lorsque l'inverse de la pression moyenne de gaz tend vers 0, c'est-à-dire lorsque la pression tend vers l'infini. Le coefficient de Klinkenberg peut alors être calculé à partir de la pente de la droite représentée sur la Figure 5.3. Le coefficient de Klinkenberg peut également

être exprimé en fonction de la morphologie de l'espace poreux de la manière suivante (Klinkenberg, 1941).

$$\beta = \frac{4c\bar{\lambda} p_m}{r}$$

(Eq 5.4)

Le coefficient de Klinkenberg est une caractéristique intrinsèque qui explique l'influence de la morphologie de l'espace poreux sur l'intensité des phénomènes de glissement. Le coefficient de Klinkenberg dépend uniquement de la taille moyenne des pores (r) : β augmente lorsque r diminue.

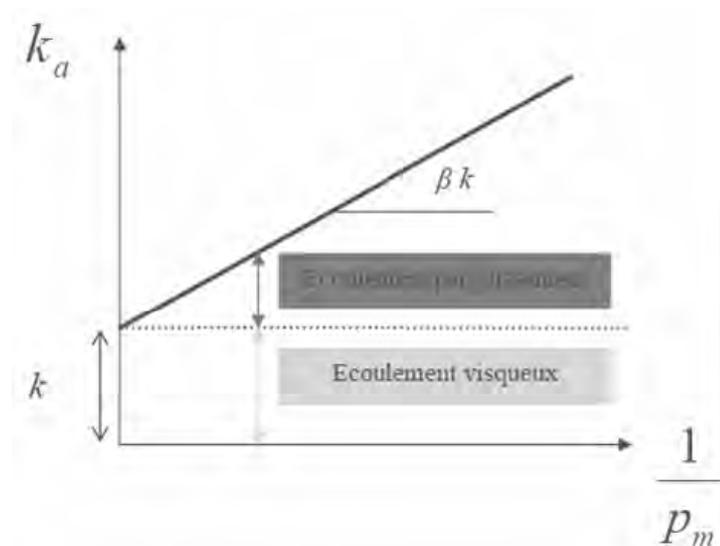


Figure 5.3 Principe de Klinkenberg [Lion 2004].

5.2.4 Protocole d'essais de perméabilité

Les échantillons cylindriques ($\varnothing=37$ mm, $h=74$ mm) ont été préalablement séchés à l'étuve à 65 °C de manière à évacuer l'eau se trouvant dans les pores du matériau. Les mesures de perméabilité ont été réalisées en plaçant l'échantillon protégé par une jaquette sur l'embase inférieure de la cellule hydrostatique. Le matériau a été soumis à une pression de confinement de 4.2 MPa . Une huile hydraulique (HF95Y Enerpac) est utilisée comme fluide de confinement et la pression de confinement est appliquée en pressant une pompe Enerpac manuellement. La pression de confinement a été lue par un manomètre disposé sur l'embase supérieure. Le gaz utilisé est inerte ; c'est de l'argon pur, de viscosité $2.2 \cdot 10^{-5}$ Pa.s à 20 °C. Celui ci est injecté à une pression interstitielle $P_i = 1,8$ MPa sur la face inférieure de

l'échantillon. Le drainage est fait à partir de la face supérieure à la pression atmosphérique, jusqu'à obtention du régime permanent d'écoulement dû au gradient de pression (Loosveldt H et al 2002). Les figures 5.4 et 5.5 montrent les photos et le schéma de l'équipement de perméabilité

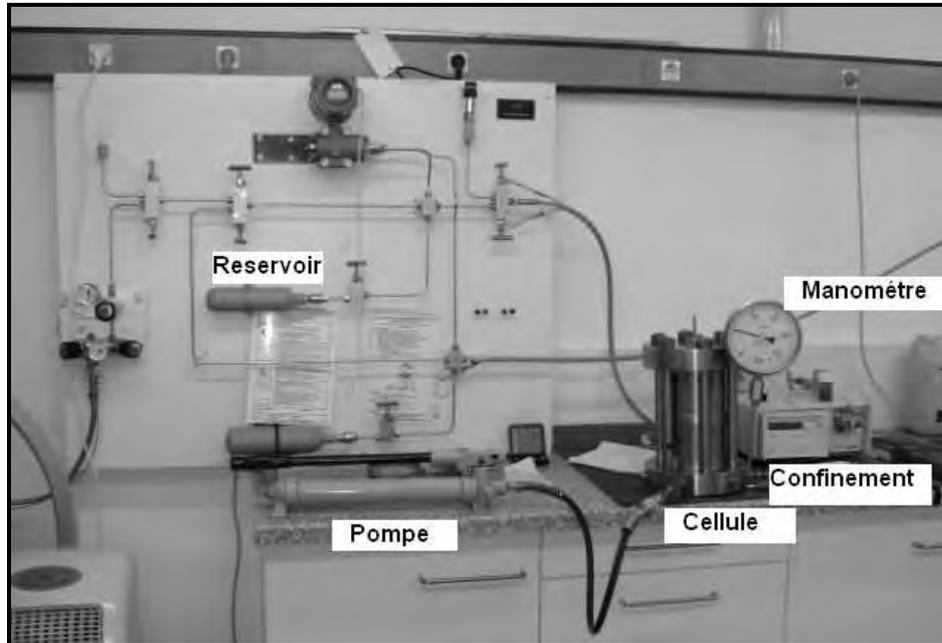


Figure 5.4 Photo du dispositif expérimental de perméabilité au gaz

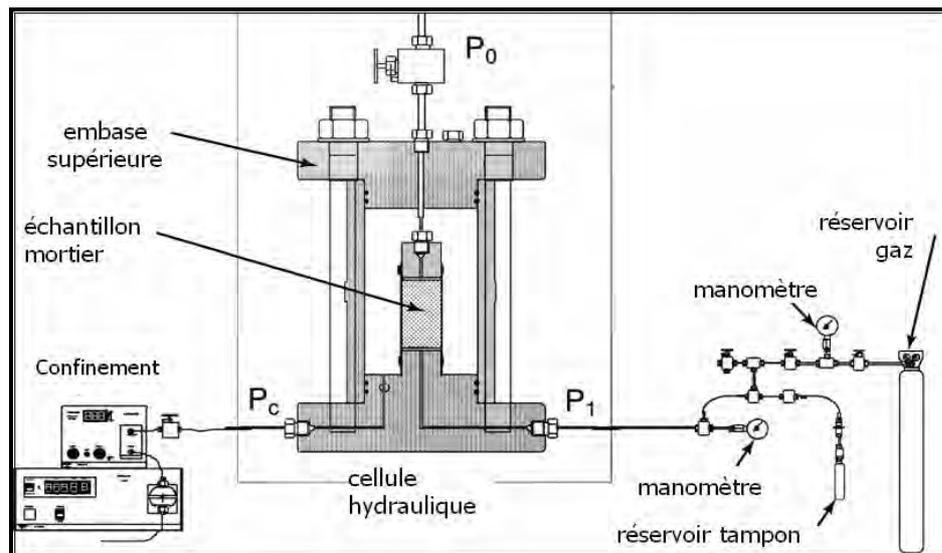


Figure 5.5. Schéma du dispositif expérimental de perméabilité au gaz

La loi de Darcy à l'essai du flux d'une dimension nous permet de calculer la perméabilité intrinsèque :

$$V = -\frac{K}{\mu} \text{grad}P(x) \text{ or } V = -\frac{K}{\mu} \frac{dP}{dx} \quad (\text{Eq 5.5})$$

$$\text{avec } P(x) = \sqrt{P_i^2 \left(1 - \frac{x}{h}\right) + P_o^2 \frac{x}{h}} \quad (\text{Eq 5.6})$$

$$\text{et } V = \frac{Q}{A} \quad (\text{Eq 5.7})$$

où A et h sont respectivement la surface et la hauteur de l'éprouvette, Q le débit volumique et μ la viscosité dynamique du fluide de percolation, P_i la pression injectée et P_o la pression atmosphérique.

5.2.5 Résultats d'essai de perméabilité et effet de Klinkenberg.

Comme il a été précisé précédemment, la perméabilité a été mesurée sur des échantillons secs (après étuvage). Les résultats obtenus ont été calculés à partir de la moyenne de trois essais (sur deux échantillons différents). La figure 5.6 représente la variation de la perméabilité apparente K_{app} pour différente pression d'injection (1MPa, 2MPa, 3MPa) avec une pression de confinement constante ($P_c = 5 \text{ Mpa}$) en fonction des additions de fillers dans le mortier. On observe que K_{app} diminue progressivement avec l'ajout de fillers ainsi que la perméabilité intrinsèque K_{int} (figure 5.7) qui varie de $4 \cdot 10^{-17}$ à $1 \cdot 10^{-16}$. Le mortier le moins perméable (pour K_{app} et K_{int}) a été obtenu pour les additions de fillers à 15 %.

L'évolution du coefficient de Klinkenberg β en fonction du taux de fillers (figure 5.8) met en évidence l'augmentation du coefficient β de 0.167 à 0.5 MPa ce qui traduit que la taille des pores diminue avec l'ajout de fillers. Ce résultat est confirmé par l'examen au MEB (Cf § chapitre 3) où on observe clairement que la taille des pores diminue pour les mortiers à forte teneur en fillers (45 %), elle est nettement plus petite que ceux à 15 % de fillers et ceci indépendamment de la variation de la porosité observée qui augmente avec les ajouts importantes de fillers (à partir

de 15 %). Ceci indique que le volume des hydrates formés par le liant est un indicateur du degré d'interconnexion du réseau poreux. Les mortiers qui sont un peu moins perméables ont été observés pour les taux de fillers de 15 et 25 %. La manifestation de l'apport physico-chimique de l'addition sur la structuration de la matrice cimentaire est probablement à l'origine de ce phénomène. Cela dépend de la façon dont les hydrates s'assemblent, de leur arrangement dans l'espace et de leur liaison [Baron, 1996]. Certains auteurs [Uchikawa H et Hamhara H, 1996] ont montré que l'ajout de poudres minérales dans le béton réduit la taille des produits d'hydrations, empêche le dépôt de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en vertu de leur rôle remplisseur et par conséquent diminue la taille des pores. Cela qui favorise l'obtention de mortiers peu perméables pour des additions calcaires allant jusqu'à 35 %.

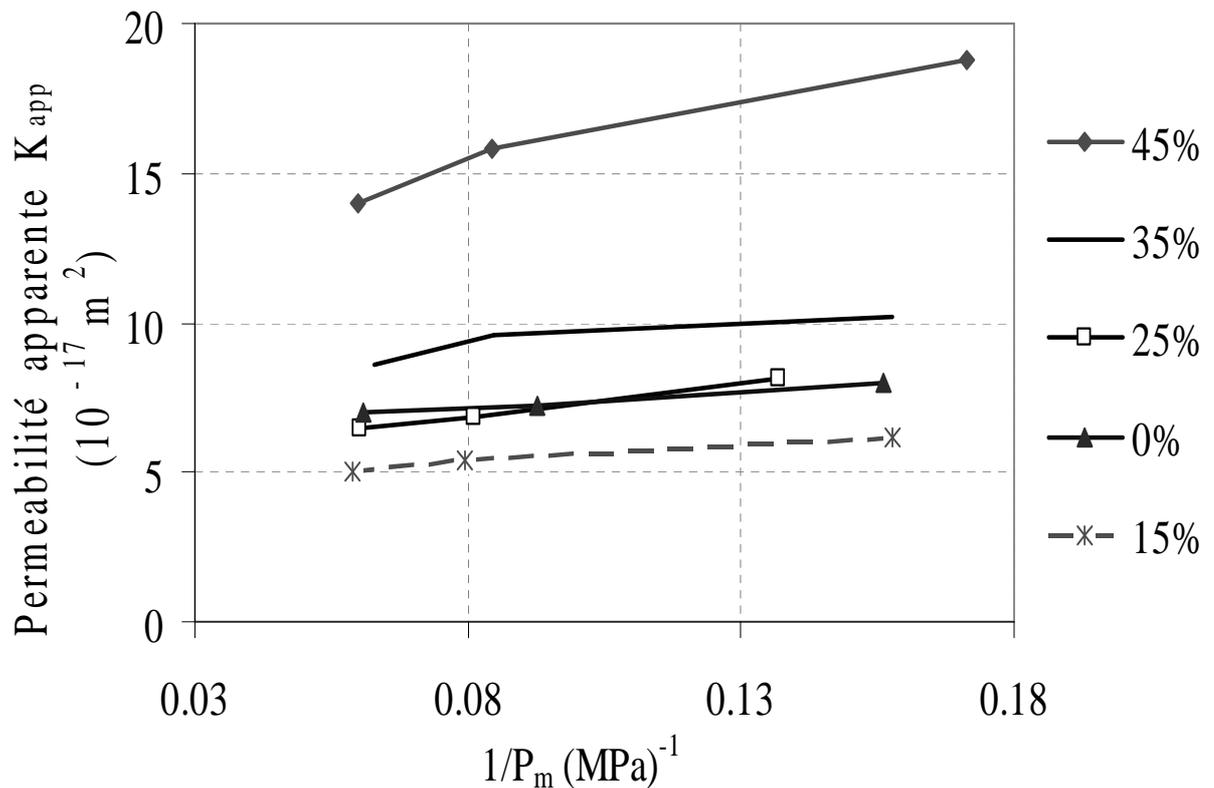


Figure 5.6. Evolution de la perméabilité apparente K_{app} en fonction de $(1/P_m)$ et pourcentage de fillers

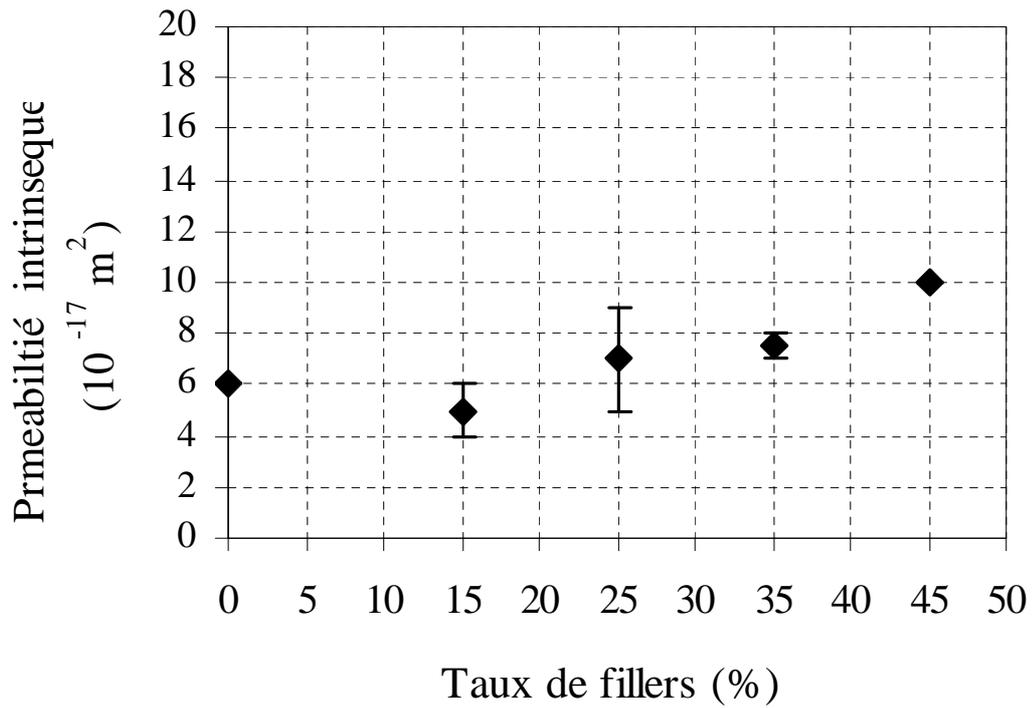


Figure 5.7 Evolution de la perméabilité intrinsèque en fonction du pourcentage de fillers

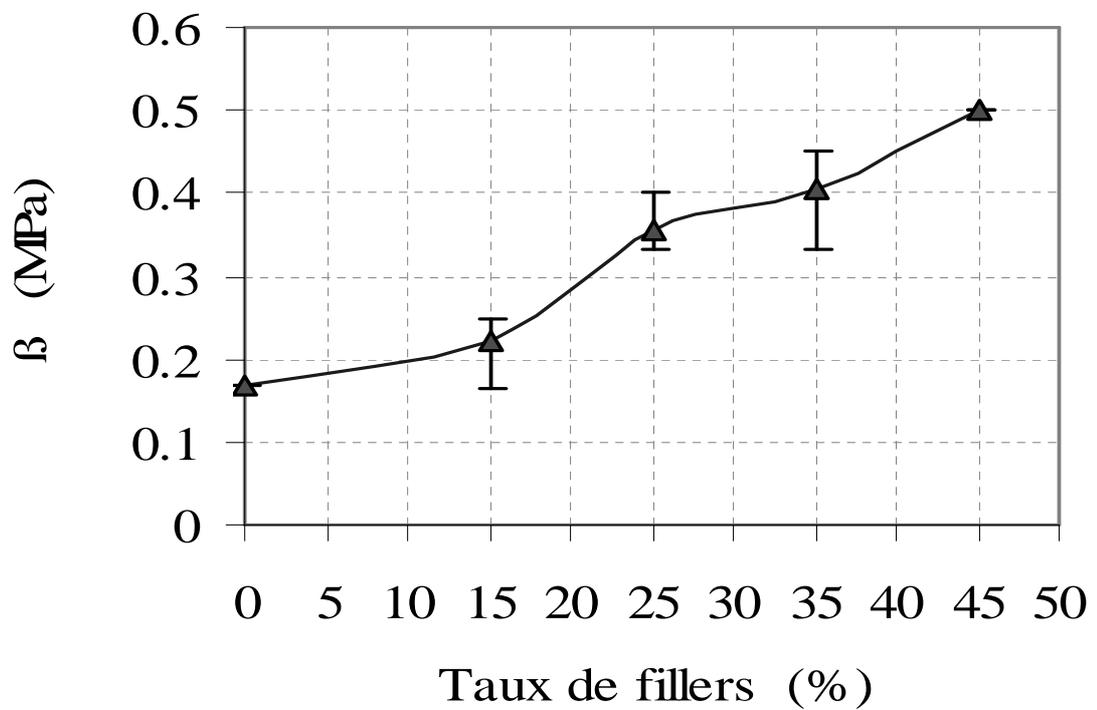


Figure 5.8 Variation du coefficient de Klinkenberg β en fonction du pourcentage de fillers

5.3 Retrait et perte en poids

5.3.1 Protocole d'essais de retrait et perte en masse

Les essais de retrait et perte en masse sont réalisés sur éprouvettes prismatiques 2x2x16 cm munies de plots aux extrémités. Des moules prismatiques 2x2x16 ont été spécialement confectionnée pour effectuer ces essais (figure 5.9). Les mesures sont effectuées à l'aide d'un retractomètre après 6 mois de conservation dans l'eau mélangé à la chaux. La conservation est faite dans une salle régulée à $20\text{ C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ par contre le contrôle de l'hygrométrie à été assuré par des solutions salines saturées (d'après OILM *) conservés dans des dessiccateurs étanches (figure 5.10). Selon l'hygrométrie désirée, les échantillons ont été progressivement conservées dans des dessiccateurs à hygrométrie relative contrôlée variant 97.6 à $23 \pm 0.5\%$ (voir tableau 5.1) Le passage d'un milieu à un autre se fait une fois que le retrait et la perte de poids sont stabilisés. Les éprouvettes sont disposées de manière à ce que chacune d'elles soit distante des voisines d'au moins 1 cm, et qu'elle soit entourée d'air sur toutes ses faces. Les mesures sont faites dans l'axe longitudinal des éprouvettes, entre deux plots métalliques noyés dans le mortier. L'étalonnage du rétractomètre est effectué à l'aide d'une tige étalon en Invar qui sert de référence de mesure. L'expression du retrait se traduit par le rapport de la variation de longueur de l'éprouvette (ΔL) sur sa longueur de base (L). Malgré la diminution de longueur des éprouvettes, ce rapport est généralement exprimé positivement en $\mu\text{m/m}$ et est représenté en fonction du temps.

Tableau 5.1 *Correspondance dss solutions salines saturée utilisé et l'hygrométrie choisie pour la conservation des prismes dans les dessiccateurs étanches.*

Solution saline Utilisée	K_2SO_4	KCL	IK	NaBr	K_2SO_3	KCH_3CO_2
Correspondance HR (%) at 20 °C	97.6±0.5	85.1±0.5	69,9±0.5	59,1±0.5	43.2±0.5	23±0.5



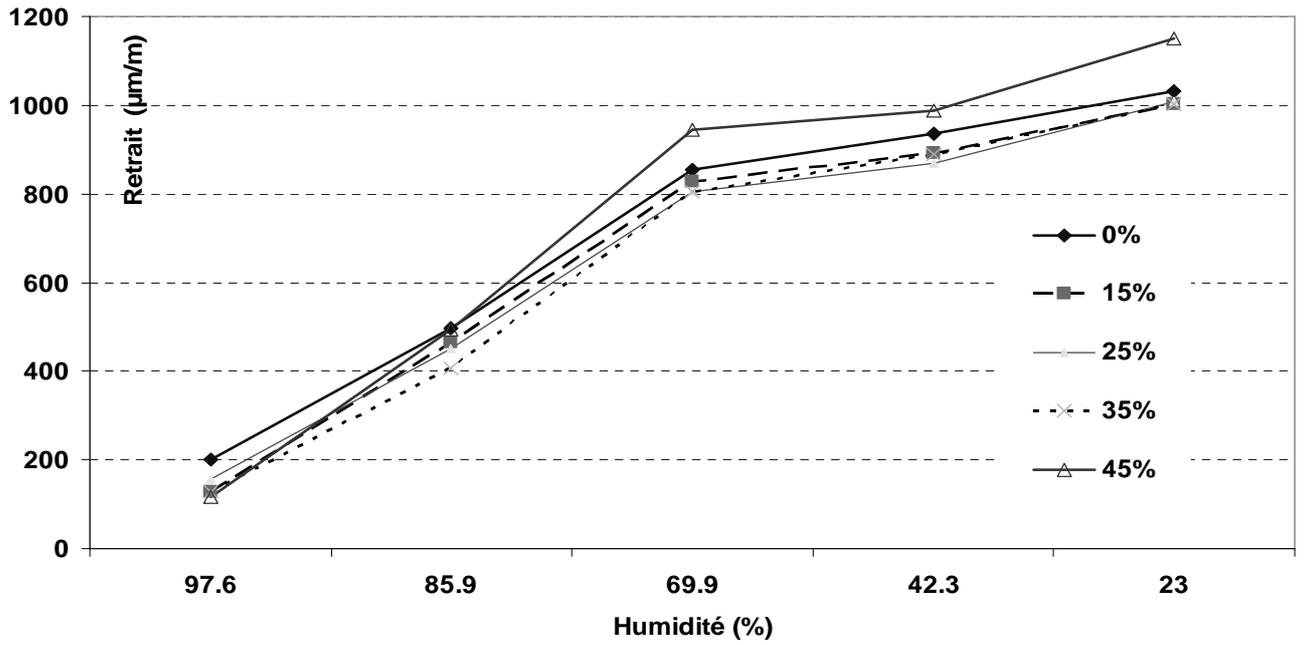
Figure 5.9 Photos des moules ayant servis à la confection des prismes $2 \times 2 \times 16$ cm³



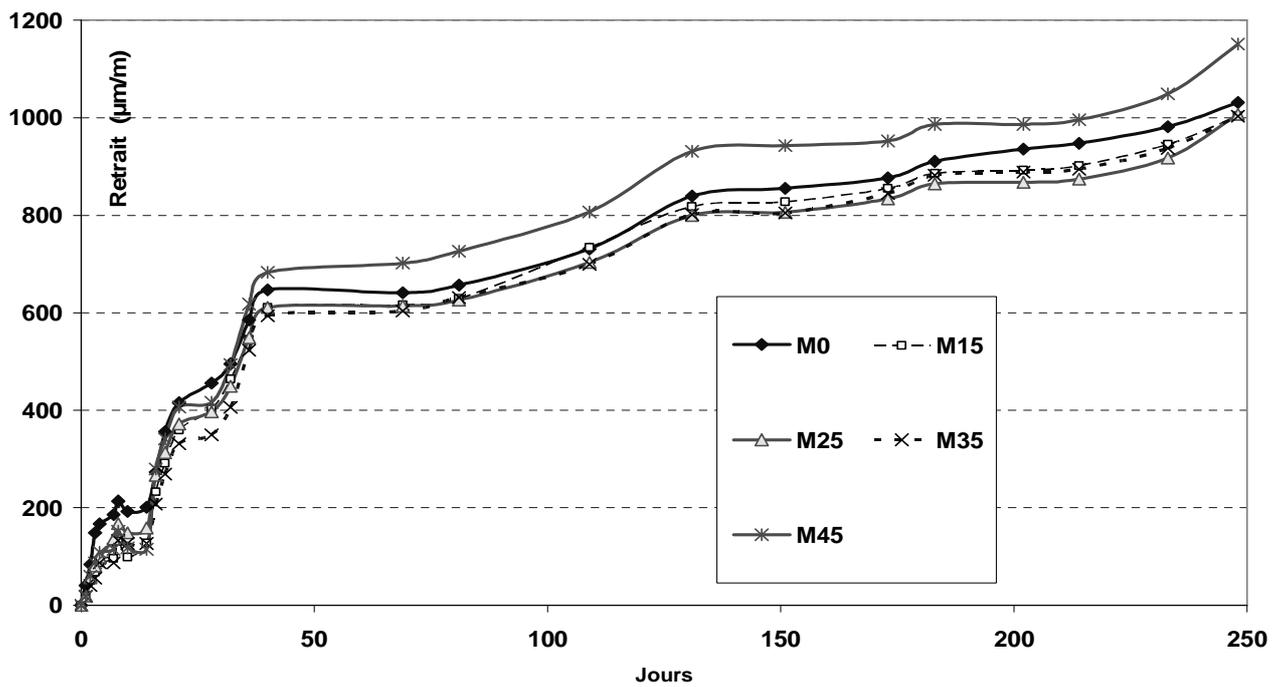
Figure 5.10 Appareils de mesure du retrait (rétractomètre) et dessiccateur ayant servis à la conservation des échantillons à hygrométrie contrôlée

3.3 Variation du retrait et perte en masse

Les mesures de retrait et perte en masse du mortier ont été mesurées sur 2 éprouvettes prismatiques pour chaque taux de fillers. Les courbes des figures 5.11 et 5.12 représentent respectivement les variations dimensionnelles du retrait et les pertes de masse subies en fonction du taux de fillers (conservé à une température constante à 20 °C et HR variant de 97,6 à 23 %). Les résultats des figures 5.11 et 5.12 montrent que le retrait et la perte de masse du mortier à base de fillers reste comparable au mortier témoin pour un taux de fillers allant jusqu'à 35 %. La baisse graduelle de humidité fait que certaines catégories de pores s'assèchent en premier, c'est l'eau libre dans les grands pores capillaires ($> 0,05 \mu\text{m}$) qui commence à s'échapper. Cette perte d'eau provoque relativement peu de retrait, 126 à 210 μm et une perte de masse = 0,011 à 0,018 %. (à 97,6 % d'humidité). Pour des taux d'humidité égale à 59,9 %, c'est l'eau non libre qui s'évapore en provoquant un retrait important de 799 à 930 μm et perte de masse = 1,2 à 2,4 %. Lorsque le taux d'humidité devient inférieur à 50 % (HR= 42,3 et % 23%), l'eau adsorbée puis zéolithique (interlayer) qui commence à s'évaporer dans les petits capillaires. Ce processus produit des tensions capillaires qui compriment les parois des pores et provoquent une diminution de volume de la pâte, avec un rétrécissement de 935 à 1002 μm et une perte de masse de 2,1 à 4,1 %. L'eau zéolithique est responsable des pressions de disjonction qui écartent les feuillets de C-S-H. Si cette eau disparaît le système se contracte et le volume diminue. Comme pour l'absorption capillaire, le retrait et la perte en masse les plus importants ont été enregistrés pour un taux de fillers de 45 % (Pour HR = 23 %, retrait 1151 μm et perte de masse = 4,1%). Par contre pour les taux de fillers allant jusqu'à 35 % le retrait (1004 à 1007 μm) est comparable au mortier de référence (1031 μm).

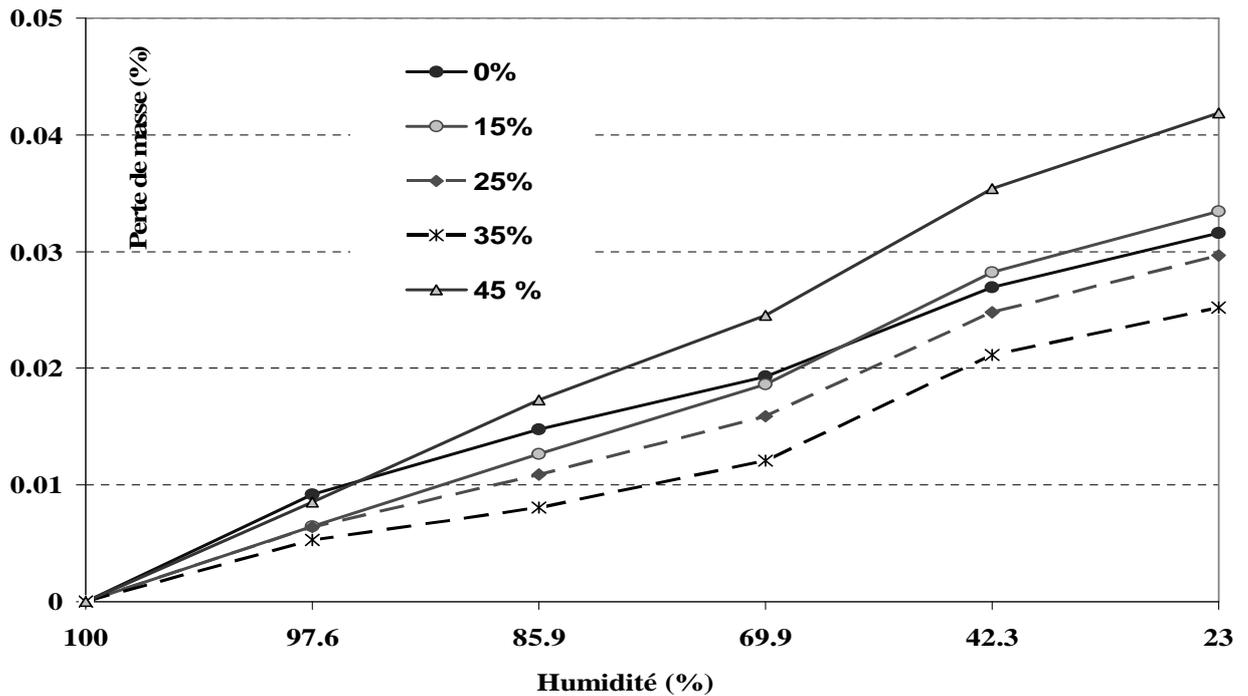


a. Retrait total en fonction de l'hygrométrie

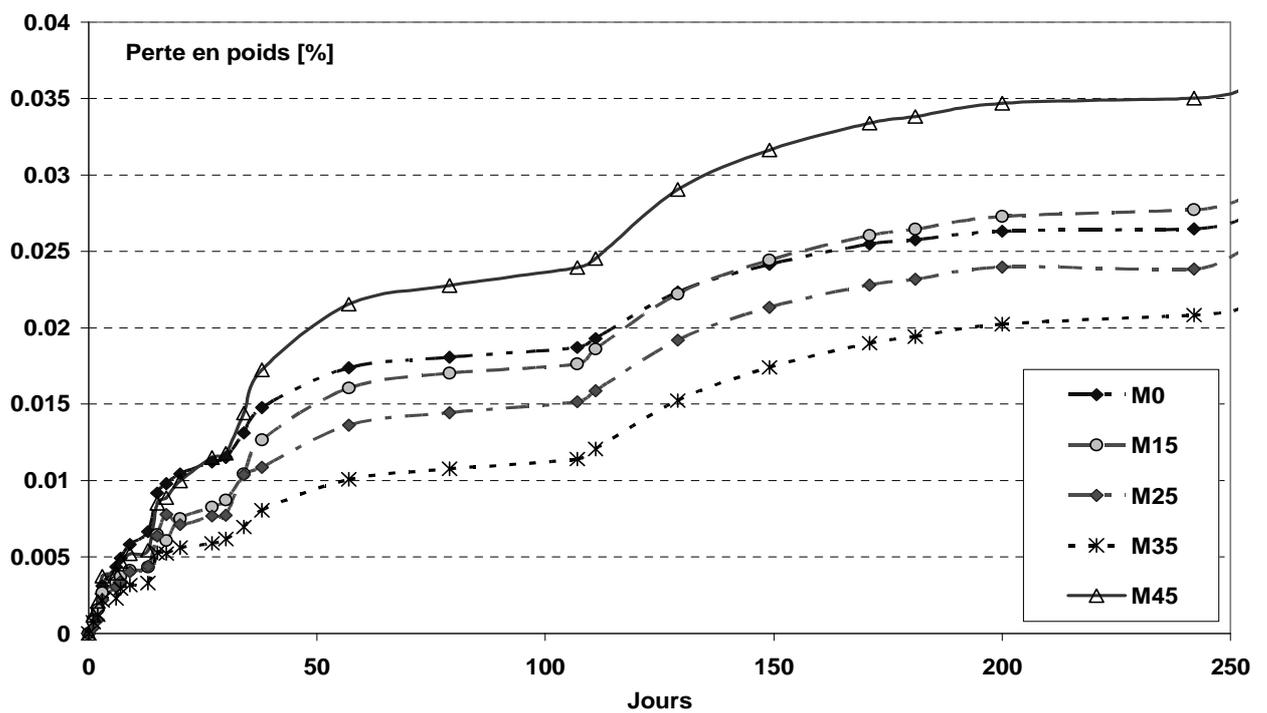


b. Retrait total en fonction du nombre de jours

Figure 5.11 Evolution des variations dimensionnelles dû au retrait subi en fonction du taux de fillers (conservé à une température constante à 20 °C et HR variant de 97,6 à 23 %).



a. Perte de masse en fonction de l'hygrométrie



b. Perte de masse en fonction du nombre de jours.

Figure 5.12 Evolution de la perte de masse dû au retrait subi en fonction du taux de fillers (conservé à une température constante à 20 °C et HR variant de 97,6 à 23 %).

5.4 Essai gel dégel

5.4 1 Procédure expérimentale gel dégel

Il existe plusieurs moyens d'évaluer la dégradation d'échantillons soumis à des cycles de gel/dégel. Toutefois, certaines méthodes de mesure comme l'écaillage des bétons soumis à l'action des sels ou le suivi de l'évolution du module élastique ne sont pas toujours exploitables ou interprétables. La difficulté, de trouver des indicateurs de dégradation réellement représentatifs, est soulignée dans les travaux de R. Zaharieva et J. Marchand [Zaharieva 2004, Marchand 1994]. La variation des caractéristiques mécaniques est significative, seulement à un stade avancé de dégradation et, par conséquent, ne peut être utilisée comme un critère fiable pour la résistance au gel. Parmi toutes les méthodes non destructives, la mesure des déformations subies par les échantillons semble être le meilleur indicateur de la microfissuration interne provoquée par la dégradation et donc être très représentative de la durabilité d'un mortier ou béton soumis à des cycles de gel/dégel.

Nous avons choisie d'étudier la déformation (gonflement) et perte de masse sur des éprouvettes prismatiques $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}^3$ munies de plots de déformation. Pour chaque dosage en fillers, deux éprouvettes ont ainsi été suivies pendant 250 cycles de gel/dégel. L'objectif est de tester les performances de durabilité des mortiers fortement chargés en fillers afin d'évaluer les conditions d'utilisation des matériaux. La procédure, consiste en une immersion des échantillons durant 45min dans une eau à $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, suivie d'une conservation à une température de -18°C durant 8 à 14h. Les désordres ont été évalués au moyen de mesures de la déformation et perte de masse sur des échantillons prismatiques $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}$.

5.4 2 Résultats des essais gel dégel et analyse.

Sur les figures 5.14 et 5.15 sont reportées respectivement les déformations et les pertes de masses des prismes $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}$ en fonction du nombre de cycles pour

chaque taux de fillers (15, 25, 35, 45 %) comparées au mortier de référence (0 % de fillers). Les observations générales permettent d'abord de confirmer que l'incorporation de fillers calcaires dans les mortiers améliore significativement la résistance du mortier au gel dégel. Les figures 5.15 donnent une preuve convaincante de l'amélioration de la durabilité obtenue avec ajout de fillers. Les déformations (gonflement) et les dégradations de surface par écaillage sont moins importantes par rapport au mortier de référence (sans addition).

Les déformations enregistrées montrent que les mortiers dépourvus de fillers présentent un gonflement qui est pratiquement le double des mortiers confectionnés avec fillers. A 250 cycles de gel/dégel, les mortiers dosés avec les fillers présentent un gonflement ne dépassant pas les 270 μm . Par contre les mortiers dépourvus de fillers calcaires présentent un gonflement nettement plus important, de l'ordre 650 μm .

Cependant les mortiers qui ont subi le minimum de gonflement correspondent à ceux dont le taux de fillers est de 45 et 35 %. Ceci est évidemment étroitement relié à la microstructure notamment la porosité, la taille et l'interconnexions des pores et l'absorption.



Figure 5.13 Photo de conservation des échantillons de mortier (Primes $2 \times 2 \times 16 \text{ cm}^3$) dans le congélateur

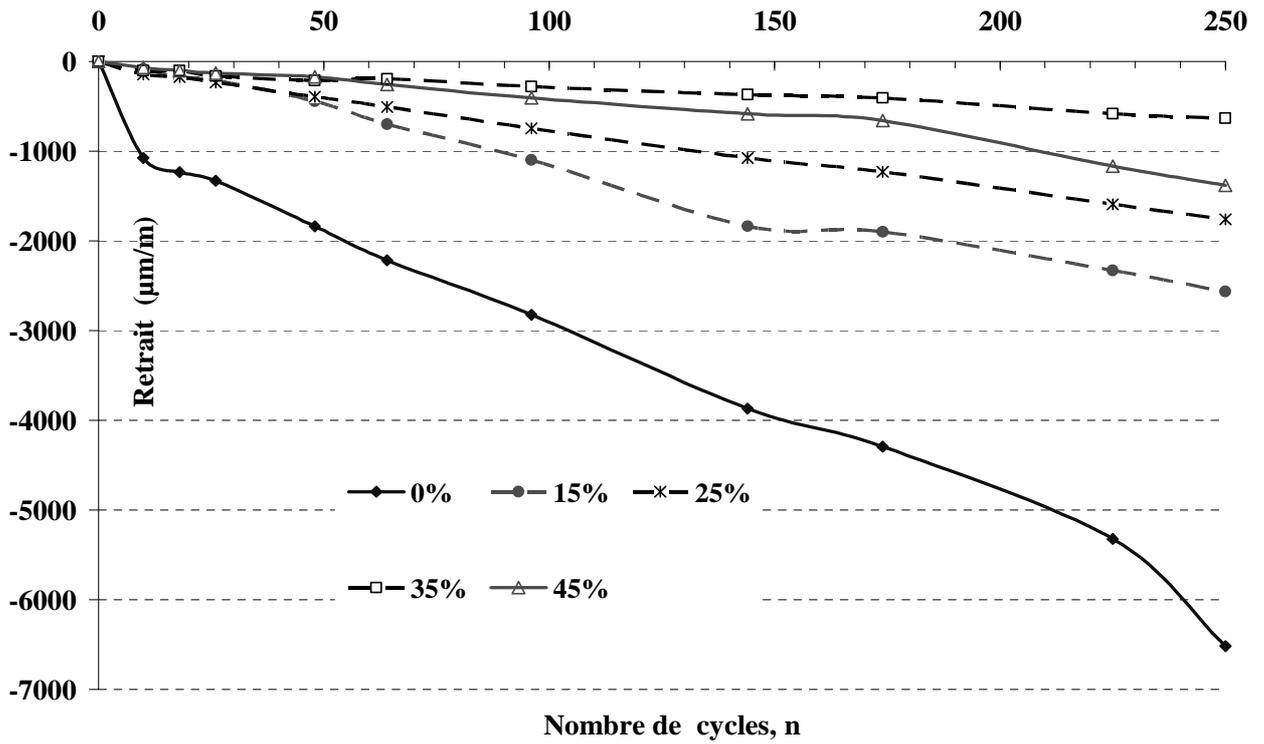


Figure 5.14 Evolution des déformations (gonflement) en fonction du nombre de cycles de gel dégel pour chaque taux de fillers introduit dans le mortier.

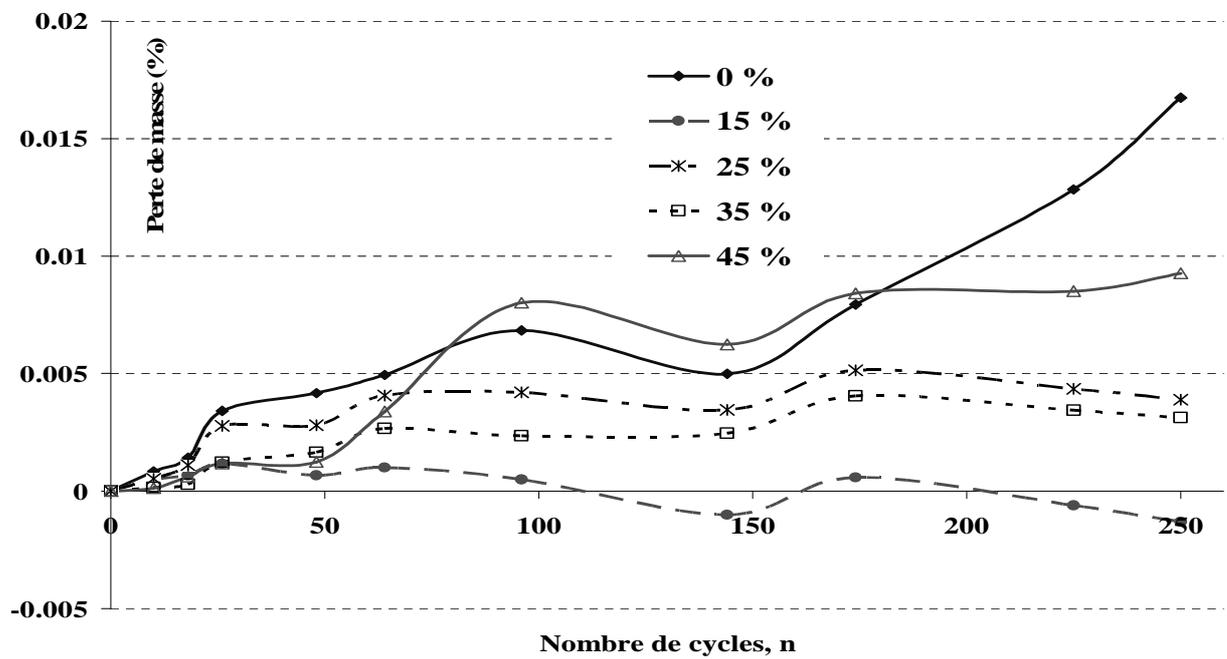


Figure 5.15 Evolution de pertes de masses en fonction du nombre de cycles de gel dégel pour chaque taux de fillers introduit dans le mortier.

Dans les plus petits pores, les cristaux de glace ont des difficultés à se former, l'eau tente de migrer vers les lieux où elle peut geler. Les bulles d'air entraînées, dans la pâte, servent de chambres vides dans lesquelles l'eau qui migre pénètre, diminuant ainsi les pressions et prévenant la détérioration du mortier. Au dégel, la majeure partie de l'eau retourne dans les capillaires sous l'effet de l'action capillaire et de la pression de l'air comprimé dans les bulles. Les bulles sont ainsi prêtes à protéger le mortier contre le prochain cycle de gel.

À mesure que l'eau gèle dans le mortier, elle engendre des pressions osmotiques et hydrauliques dans les capillaires et les pores de la pâte de ciment. Si la pression excède la résistance en traction de la pâte, la cavité se dilate et se rompt.

Dans notre étude, les mortiers à forte taux de fillers (25, 35, 45 %) présente une porosité relativement plus élevée par rapport au mortier témoin et mortier dosé à 15 %, donc les pores sont plus nombreux mais leurs tailles est nettement plus petites, comme nous l'avons pu le confirmé dans nos résultats de porosité, MEB, et Klinkenberg. On peut dire que dans ce cas, les fillers ont joués un peu le rôle d'entraîneur d'air du moment qu'ils ont pu créer des pores de petite taille connectés entre eux. Ceci a empêché l'eau de geler vu que les pores sont de très petites tailles et plus nombreux, ce qui a facilité l'émigration de l'eau vers d'autres pores en évitant leur stagnation dans les pores. L'expansion de volume due au gel accentue les mouvements d'eau au sein de la porosité, ainsi l'eau ne gèle pas facilement. Ceci contribue à protéger ainsi le mortier contre le prochain cycle de gel.

Par ailleurs nous avons pu observer que l'effet cumulatif des cycles successifs de gel dégel finit par causer une importante expansion et détérioration des mortiers en surface. La détérioration s'est manifestée par l'écaillage et de l'effritement. Les observations visuelles des échantillons (voir photo figure 5.16) et les pertes de masse (figure 5.15) permettent d'apprécier les dégradations. On peut constater que le mortier présentant la plus faible porosité (à 15 % de fillers) a subi le moins de dégradation et la plus faible perte de masse (± 0.2 %). Par contre le béton de référence (à 0 % de fillers) et celui dosé à 45 % de fillers (qui présente une forte porosité et surtout vulnérable à l'absorption) ont subi des écaillages et de l'effritement plus important et des pertes de masse doubles voire triples (0.4 %, pour $n = 250$ cycles) par rapport aux autres (0.8 % à 1,7 % pour $n = 250$ cycles). On peut remarquer que malgré que les mortiers dosés à 25 et 35 % de fillers qui ont une porosité plus élevée que le mortier de référence, n'ont pas subi les mêmes

dégradations de surface et une perte en masse modère. Evidement ceci est étroitement relié a la taille et a l'interconnections des pores et la capacité d'absorption des mortiers. Nous rappelons les résultats de l'absorption (Cf § Chapitre 3) ont montré que l'absorption capillaire est faible pour les fillers dosé à 25 et 35 %. Ce qui peut expliquer en partie ce phénomène.

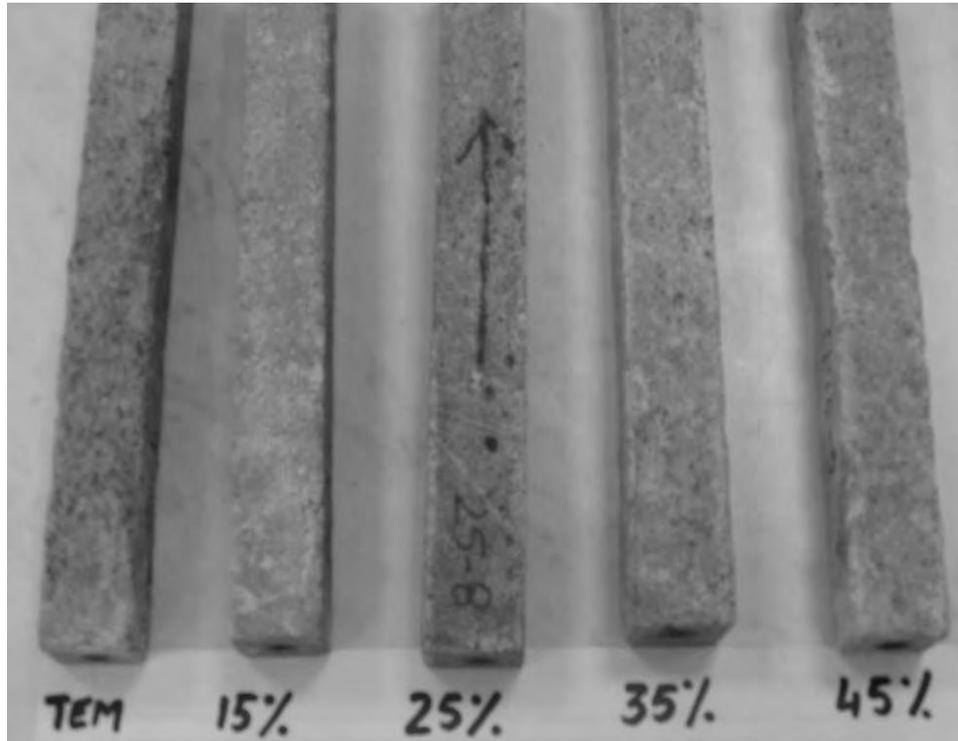


Figure 5. 16 Photographie de la dégradation des mortiers (de référence "TEM" , 15, 25, 35 et 45 % d'ajout de fillers) après 250 cycle de gel dégel.

5.5 Synthèse et Conclusion

Ce chapitre a été entièrement consacré à l'étude de la durabilité des mortiers.

- L'évolution de la perméabilité apparente et intrinsèque ainsi que l'effet de Klinkenberg en fonction du pourcentage de fillers et la mise en évidence de leur rôle de remplisseur ont été étudiés.
- Les variations dimensionnelles et pondérales ont été suivies dans le temps
- Des essais de gel dégel pendant 250 cycles ont été évalués au moyen de mesures de déformation et de la perte en poids.

A la lumière des résultats, il ressort que la perméabilité apparente K_{app} diminue progressivement avec l'ajout de fillers ainsi que la perméabilité intrinsèque K_{int} . Le mortier le moins perméable (pour K_{app} et K_{int}) a été obtenu pour les additions de fillers à 15 %. L'évolution du coefficient de Klinkenberg β en fonction du taux de fillers met en évidence l'augmentation du coefficient β de 0.167 à 0.5 MPa, ce qui traduit que la taille des pores diminue avec l'ajout de fillers. Ce résultat est confirmé par l'examen au MEB où on observe clairement que la taille des pores diminue pour les mortiers à forte teneur en fillers (45 %), elle est nettement plus petite que ceux à 15 % de fillers et ceci indépendamment de la variation de la porosité observée qui augmente avec les ajouts de fillers (à partir de 15 %). Les mortiers les moins perméables ont été observés pour les taux de fillers de 15 et 25 %.

Les résultats du retrait et les pertes de masse, montrent que les mortiers à base de fillers restent comparables au mortier témoin pour un taux de fillers allant jusqu'à 35 %. Comme pour l'absorption capillaire, les valeurs les plus importantes du retrait et la perte en masse ont été enregistrées pour les taux de fillers de 45 % (Avec HR = 23 %, retrait 1151 μm et perte de masse = 4,1%). Par contre pour les taux de fillers allant jusqu'à 35 %, le retrait (1004 à 1007 μm) est comparable au mortier de référence (1031 μm).

Les résultats de gel dégel permettent d'abord de confirmer que l'incorporation de fillers calcaires dans les mortiers améliore significativement la résistance du mortier au gel dégel. Les déformations (gonflement) et les dégradations de surface par écaillage sont moins importantes par rapport au mortier de référence (sans

addition). Ceci est évidemment étroitement relié à la microstructure notamment la porosité, la taille et l'interconnexion des pores et l'absorption.

Par ailleurs nous avons pu observer que l'effet cumulatif des cycles successifs de gel dégel finit par causer une importante expansion et détérioration des mortiers en surface. On a constaté que le mortier présentant la plus faible porosité (à 15 % de fillers) a subi le moins de dégradation et la plus faible perte de masse (± 0.2 %). Par contre le mortier de référence (à 0 % de fillers) et celui dosé à 45 % de fillers (qui présente une forte porosité et surtout vulnérable à l'absorption) ont subi des écaillages et des effritements plus importants et des pertes de masse doubles voire triples (0.4 %, pour $n = 250$ cycles) par rapport aux autres (0.8 % à 1,7 % pour $n = 250$ cycles).

5.6 Référence bibliographique

Baron J., 1996

Les additions normalisées pour le Béton In les bétons bases et données pour leur formulation, Association technique, industrie des liants hydrauliques, Edition Eyrolles, Paris, (1996) 47-57.

Dana, E. Skoczylas F 1999

Gas relative permeability and pore structure of sandstones, International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences vol 36, pp 613-625,

Dullien F.A.L 1992

Porous media, fluid transport and pore structure,
2nd edition, Academic Press, 1992,

Hélène Loosveldt, Zoubeir Lafhaj, Frédéric Skoczylas, 2002

Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar,
Cement and Concrete Research 32 (2002) 1357-1363

Klinkenberg L.J., 1941

The permeability of porous media to liquids and gases,
API Drilling and Production Practices, pp. 200-213,

Marchand, J., E. Sellevold, and M. Pigeon., 1994

The deicer salt scaling deterioration of concrete an overview.
In ACI-SP-145, pp. 1–46.

Maxime L., 2004

Influence de la température sur le comportement photomécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales,
Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille France.

Uchikawa H., Hamhara H., 1996

Influence of microstructure on the physical properties of concrete prepared by substituting mineral powder for part of fine aggregate,
Cem and Conc Res, 101

Zaharieva, R., F. Buyle-Bodin, and E. Wirquin, 2004

Frost resistance of recycled aggregate concrete.
Cem and Conc Res vol 34, pp 1927–1932.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Les mortiers confectionnés en introduisant différents taux de fillers calcaires (jusqu'à 45%) par substitution au sable ont été comparés afin de valoriser des sables présentant des taux élevés de fillers. Ces mortiers ont été formulés en maintenant une maniabilité constante. Les propriétés rhéologiques, physiques, mécaniques microstructurale et la durabilité ont été étudiées en utilisant des techniques expérimentales variées. L'absence de constituants potentiellement nuisible comme l'argile a été vérifiée par le biais de l'analyse DXR, et la valeur eu bleu de Méthylène. Les résultats montrent que la teneur optimale en fillers de 15 % (équivalant à 45% par rapport au poids du ciment introduit) a permis l'obtention de bonnes performances (14 MPa d'augmentation par rapport au mortier de référence). Toutefois, les résistances restent meilleures par rapport au mortier de référence pour des ajouts allant jusqu'à 35 % (équivalent à 135 % par rapport au poids du ciment introduit), malgré l'augmentation considérable de la porosité avec l'ajout important de fillers. Mise à part l'effet remplisseur, ceci ne peut être expliqué que par l'effet physique de la nucléation hétérogène et la formation d'aluminates et de carboaluminates.

En revanche, le module d'élasticité et la masse volumique diminuent considérablement avec l'augmentation de la porosité des mélanges obtenus. A des taux élevés de fillers, la porosité augmente, par contre la taille des pores diminue. Ce résultat a été confirmé par l'augmentation du coefficient de Klingerber β (avec l'ajout de fines) et l'examen de la microstructure au MEB. L'absorption capillaire est significative pour des taux élevés de fillers (à 45 %).

La perméabilité intrinsèque et apparente varie peu et semble être peu influencée par l'ajout de fillers. L'apport physico-chimique de l'addition sur la structuration de la matrice cimentaire est probablement à l'origine des phénomènes observés. Ceci dépend de la façon dont les hydrates s'assemblent, de leur arrangement dans l'espace et de leur liaison. L'ajout de fillers dans les mortiers réduit la taille des produits d'hydratation, empêche le dépôt de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ce qui favorise la diminution de la taille des pores. Cependant, une étude physico-chimique et microstructurale approfondie apporteront certainement des réponses plus claires à ces phénomènes.

Les résultats des variations dimensionnelles des retraits et les pertes de masse subies en fonction du taux de fillers (conservé à une température constante à 20 °C et HR variant de 97,6 à 23 %) montrent que le retrait et la perte de masse du mortier à base de fillers restent comparables au mortier témoin pour les taux de fillers allant jusqu'à 35 %.

Les résultats de gel dégel appréciés à partir des déformations et les pertes de masse des mortiers en fonction du nombre de cycles (250 cycles) pour chaque taux de fillers (15, 25, 35, 45 %) comparés au mortier de référence (0 % de fillers), permettent de confirmer que l'incorporation de fillers calcaires dans les mortiers améliore significativement la résistance du mortier au gel dégel. Les déformations (gonflement) et les dégradations de surface par écaillage sont moins importantes par rapport au mortier de référence (sans addition). Nous avons remarqué aussi que les mortiers dosés à 25 et 35 % de fillers ayant une porosité plus élevée que le mortier de référence, n'ont pas subi les mêmes dégradations de surface et une perte en masse modérée. Evidemment ceci est étroitement relié à la taille et à l'interconnection des pores et la capacité d'absorption des mortiers.

A la lumière de ces résultats on peut conclure que l'utilisation de sables à des taux élevés de fillers allant jusqu'à 35 % (ce qui représente 105% par rapport au poids du ciment), n'affecte pas en particulier les résistances mécaniques, le retrait, la résistance au gel dégel et les propriétés de transfert du mortier. Il est à signaler que ces résultats ont été obtenus dans des conditions idéales de laboratoire en utilisant du sable normalisé. Des essais de convenance restent nécessaires afin de s'assurer de leurs conformités. Ceci présente un intérêt certain tant sur le plan de l'exploitation des ressources régionales que sur celui de l'environnement et de l'économie, notamment en Algérie, et aussi pour les principaux pays européens. Il sera aussi intéressant de se pencher sur le potentiel des attaques chimiques (eau de mer, de l'acide, les sulfates, le lessivage, etc..) pour une meilleure évaluation de la durabilité.

Publications relatives aux travaux de thèse

Publication Internationale

Y. Benachour, C. A Davy, F. Skoczylas, H. Houari

Effect of a high calcite filler addition upon microstructural, mechanical, shrinkage and transport properties of a mortar,

Cement and Concrete Research 38 (2008) 727–736,) **impact factor 1.028**

(0008-8846/\$ – see front matter © 2008 Elsevier

td.doi:10.1016/j.cemconres.2008.02.007)

Communications Internationales avec Proceedings Edités

Y. Benachour, C. A Davy, F. Skoczylas, H. Houari

Effect of a high calcite filler addition upon microstructure and freeze/thawing resistance of a mortar. *Proceeding of 8th International Conference on Creep, Shrinkage and Durability of Concrete and Concrete Structures Organized, by Japan Concrete Institute and IA-CONCREEP, October 27 - 29, 2008 in Tokyo, Japan, pp 993 – 998* Proceeding Publié par CRC Press, **Taylor and Francis** Group, Balkema Ed. ISBN/ISSN 978-0-415-48509-8

Y. Benachour, C. A Davy, F. Skoczylas, H. Houari

Performance assessment of a mortar added with high calcareous filler amounts

*Proceeding of 3rd International Conference on coupled T-H-M-C processes in geo-systems: Fundamentals, modeling, experiments & applications June 2-6, 2008, Lille France (Publié par **ISTE et Wiley**) pp 563-570. (ISBN 978-1-84921-043-1)*

Communications Internationales avec proceeding.

Y. Benachour, F. Skoczylas, H. Houari

Physical mechanical and transfer properties of mortar: Effect of limestone filler addition, *Proceeding of Twelfth international Colloquium structural and geotechnical Engineering (12th ICSGE - Cairo, 2007) 10-12 December 2007 Ain Shams University Cairo, Egypt MAT 007-1*

Y. Benachour, F. Skoczylas, H. Houari

Etude expérimentale des matériaux fortement chargés en fillers calcaire.

Proceeding du Colloque international « Sols et Matériaux à problèmes » 9-11 février 2007 Tunisie pp 272-279

H. Houari, Y Benachour, F. Skoczylas,

Physical mechanical and transfer properties of mortar: Effect of limestone filler addition.

Proceeding of The Seventh International Saudi Engineering Conference Riyadh 3,4,5/12/2007 Arabie Saoudite, vol III pp 151-160. (Publié par king Saudi University Press ISBN 978 9960 55 2002 (set))

Communications orales avec actes

Benachour Y

Analyse de l'influence des fillers sur les résistances du béton,
Séminaire national sur la qualité des bétons de construction, organisé par
PUBLITECH, Alger, pp 89-99, 26 et 27 mars 1996

Y. Benachour

Influence de la variation des fillers sur les caractéristiques du béton du
Béton hydraulique,
Séminaire National organisé par le ministère de l'habitat, Annaba. 26 Mai 1999.

Y. Benachour

Analyse de l'influence de la variation des fillers sur les résistances du
Béton hydraulique,
Séminaire National organisé par le ministère de l'habitat, Annaba. 26 Mai 1999.

Guemmedi Z, Y. Benachour H. Houari

Influence de la variation des fillers sur les performances du béton : -condition
Locale,
*Séminaire National organisé par le ministère de l'habitat, Tlemcen le 20 octobre
1999.*

Y. Benachour

Analyse de l'influence de la variation des fillers sur les performance du
Béton hydraulique,
Séminaire National organisé par le ministère de l'habitat, Annaba. 26 Mai 1999

Y. Benachour. H. Houari , F. Scokzylas

Le rôle des ajouts de fillers dans le béton hydrauliques.

*Séminaire sur les sous produits industriels et développement durable organisé par le
laboratoire de matériau et durabilité des bétons en collaboration avec le CTCEst,
GESIBAT, GRANITEX, ENTEC 2004.*

Y. Benachour, F. Skoczylas, H. Houari

Etude expérimentale de l'influence sur l'effet de l'ajout de taux élevé de fillers
calcaire sur les propriétés mécaniques, microstructural, de transfert et durabilité des
mortiers.

*jours Scientifique du Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions « Les
bétons dans tous leurs états » 31Mars 01 Avril 2008, Constantine*

Références Bibliographiques

[Agoustini 2006] Agoustini F 2006

Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins

Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille

[Agoustini 2007], Agoustini F., Lafhaj Z., Skoczylas F., Loodsveldt H., 2007

Experimental study of accelerated leaching on hollow cylinders of mortar,

Cem. Concr. Res. vol 37 (1) pp 71–78

[Baron 1996], Baron J., 1996

Les additions normalisées pour le Béton In les bétons bases et données pour leur formulation, Association technique, industrie des liants hydrauliques,

Edition Eyrolles, Paris, pp 47-57

[Bédérina et al 2005], Bédérina, M.. Khenfer, M. Dheilily, R.M. Quéneudec, M ,2005

Reuse of local sand: effect of limestone filler proportion on the rheological and mechanical properties of different sand concretes,

Cem. Concr. Res. vol 35 pp 1172–1179.

[Benachour 1992], Benachour Y. 1992.

Analyse de l'influence du sable de mer et du sable de carrière sur les caractéristiques du béton,

Thèse de magister, université Mentouri Constantine Algérie,

[Benachour 1996], Benachour Y., 1996

Analyse de l'influence des fillers sur les résistances du béton,

Séminaire national sur la qualité des bétons de construction, organisé par PUBLITECH, Alger, pp 89-99, 26 et 27 mars

[Bessa-Badreddine, 2004] Bessa-Badreddine, A. 2004

Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers,

Thèse de Doctorat, Université de Cergy Pontoise, France,

[Benezet et, Benhassaine 1999], Benezet J. C., Benhassaine A. 1999,

Influence de la taille des particules sur la réactivité pouzzolanique de poudres de quartz,

Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, 219, 17-28.

[Bessey 1938], Bessey G. E. 1938,

Procd. Symp. Chem. Cements, Stockholm, 186.

[Cabrea et Nwaunani, 2001], Cabrea J.G Nwaunani S.O., 2001

The microstructure and chloride ion diffusion characteristic of cements containing metakaolin and fly ash.

6th International Conference on fly ash fume, slag and natural pouzzlans in concrete
Bangkok, Vol 1 N°8 pp 385-400

[Carles-Gibergues 1961], Carles-Gibergues A. 1961,

Contribution minéralogique à l'étude des propriétés pouzzolaniques des cendres volantes des principales centrales thermiques françaises,
Thèse de doctorat de spécialité, Université de Toulouse

[Castellote et al 2004], Castellote, M, Alonso, C., Andrade. C., Turrillas, X Campo, J, 2004

Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction,
Cement and Concrete Research vol 34 pp 1633-1644.

[Celik et Mamer, 1996], Celik T., Mamer K., 1996

Effects of crushed stone dust on some properties for concrete. Cement and Concrete Research Vol 26 N°7 pp 1121-1130,

[Chapelle 1958], Chapelle J. 1958,

Attaque sulfo-calciqque des laitiers et des pouzzolanes,
Thèse Doctorat Aix Marseille.

[Chloup-Bondant 1996], Chloup-Bondant M. 1996,

Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire,
Thèse de doctorat université Henry Poincaré, Nancy 1.

[Cyr M. 1999], Cyr M. 1999

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 de l'INSA de Toulouse.

[Costa et Masazza 1981], Costa U., Masazza F. 1981,

Natural pozolanas and fly ashes,
Boston, material research society, procedings symposium n annual meeting, 16-18, 134-144.

[Daudon 2001], Daudon J. L 2001.

Thermogravimétrie, Techniques de l'ingénieur, traité Analyse et Caractérisation,

[Davy, 2008], Davy, C.A. 2008

Intervention dans le cours de mastère de recherche en Génie Civil « Matériaux du Génie Civil » (F. Skoczylas),

[De Larrard, 1988], De Larrard F., 1988

Formulation des bétons et propriétés des bétons à très hautes performance », Rapport de recherche LCPC N°149,

[Donza et al 2002], Donza H., Cabrera, O., Irassar E.F., 2002

High-strength concrete with different fine aggregate
Cement and Concrete Research 32, pp 1755–1761,

[Dupain et al 2000], Dupain, R., Lanchon. R., Saint Arroman. J.C., 2000

Granulats, sols, ciments et bétons – Caractérisation des matériaux de génie civil par les essais en laboratoire.

2^{ème} édition conforme aux normes européennes. Editions Educalivre. ISBN : 2- 7135-2064-9.

[Dreux 1969], Dreux G., 1969.

Contribution à l'étude de l'influence de la finesse des sables sur diverses qualités des bétons,

Annales de l'ITPB n.261,

[Emerson, 1990], Emerson, M. 1990,

Mechanisms of water absorption by concrete, in: R. Dhir, J. Green (Eds.),
Proceedings of the International

Conference on Protection of Concrete, Univ. of Dundee, Chapman and Hall, pp. 689–700.

[Escadeillas, 1988], Escadeillas G. 1988,

Les ciments aux fillers calcaires : contribution à leur optimisation par l'étude des propriétés mécaniques et physiques des bétons fillérisés,
UPS Toulouse.

[Gawerska Hager 2004], Gawerska Hager, I 2004.

Comportement à haute température des bétons à haute performance—évolution des principales propriétés mécaniques,

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et de l'école Polytechnique de Cracovie France,

[Guemmadi, 1999], Guemmadi Z, Y. Benachour H. Houari, 1999.

Influence de la variation des fillers sur les performances du béton : -condition Locale,

Séminaire National organisé par le ministère de l'habitat, Tlemcen.

[Haddad. O 2005], Haddad. O. Aggoun, S Nachnour, L. 2005

Extension de la méthode mortier béton équivalent aux bétons autoplaçants,
Annales du bâtiment et des travaux publics n°5, pp . 13-17,

[Han 2006] Han . Yixiun, 2006

Etude expérimentale sur le comportement du béton à haute température

Mémoire de DEA Ecole Centrale de Lille Laboratoire de Mécanique de Lille France.

[Hawkins et al 2003], Hawkins, P Tennis, P Detwiler R, 2003

The use of limestone in Portland cement: a state of- the-art review,
Portland cement Association, Report n. EB227.

[Husson 1991], Husson B. 1991,
utilisation des cendres volantes à sulfite de calcium dans les bétons hydrauliques.
Thèse doctorat INSA, France

[Jiang 1996], Jiang S., Van Damme H. 1996,
influence de fillers de nature différente sur l'hydratation et la texture des pâtes de
C3S, Université d'Orléan, CNRS, rapport CRMD-ATILH.

[Kara, 2001], Kara, A.R. 2001.
Influence des additions minérales sur le besoin en eau et les résistances
mécaniques des mélanges cimentaires,
Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, France,

[Koutchoukali et al 1991], Koutchoukali N., Adjali S., Benachour Y., 1991.
Reconnaissance des sables de concassage de la région de Constantine,
Séminaire national organisé par l'ERCEst et CTC Est, Béjaia(Algérie) pp 99-110, 1
et 2 juin,

[Lawrence, 2000], Lawrence. P, 2000
Sur l'activité des cendre volantes et des additions minérales chimiquement inertes
dans les matériaux cimentaires
Thèse de doctorat, 'université Paul Sabatier Toulouse III, France

[Lawrence et al 2005], Lawrence P., Cyr M., Ringot E., 2005
*Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine constituents
on compressive strength,*
Cem. Concr. Res, vol 35, Issue 6, pp 1092-1105,

[Le Roux et Unikowski 1980], Le Roux A., Unikowski. Z. 1980
Mise en évidence des fines argileuses dans les granulats à béton,
Bull des liaisons des L.P.C N°110,

[Lewandowski 1983], Lewandowski. R 1983
Versuchreihe mit flugasche-Einfluss von Flugasche-staeuben unterchiedlicher Qualitaet
auf die Betoneigenschaften
Baugewerbe, , PP 44-49

[Lion, 2004], Lion, M 2004
*Influence de la température sur le comportement photomécanique ou hydraulique
d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales,*
Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de
Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille France.

[Long et al] Long T. Phan, Nicholas J. Carino,
*Code Provisions for High Strength Concrete Strength-Temperature Relationship at
Elevated Temperature, Building and Fire Research Laboratory,*
National Institute of Standards and Technology, Maryland, USA.

[Loukili, et al 1999], Loukili, A., Khelidj, A., Richard, P.,1999

Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenously shrinkage of ultra-high-strength concrete,

Cement and Concrete Research Vol 29, pp 577-584.

[Meland, 1983], Meland I. 1983,

Influence of condensed silica fume and fly ash on the heat evolution in cement pastes,

SP 79-34, in Fly Ash, Silica Fumes, Slag & other mineral by-products in concrete,665-676, Détroit.

[Maltais et Marchand 1997], Maltais Y., Marchand J. 1997

Influence of curing temperature on cement hydration and mechanical strength development of fly ash mortars,

Cement and Concrete Research, Vol 27, n°7, 1009-1020.

[Minoux 1994], Minoux M. A. 1994

Cendres volantes et micro-cendres :

procédés d'obtentions conséquences physiques et chimiques, thèse doctorat INSA.

[Mohan et Taylor, 1981], Mohan K., Taylor F. W. 1981,

Pastes of tricalcium silicate with fly ash analytical electron microscopy, triamphyl silication and other studies,

Boston : material research society : effects of fly ash incorporation in cement and concrete, 16-18, 194-203.

[Moosberg-Bustnes, 2004] Moosberg-Bustnes. H., Lagerblad B., Forssberg E., 2004

The function of fillers in concrete,

Mat. Struct. 37 (2004) 74–81.

[Moundjed et Obeid 2001], Moundjedet G Obeid W, 2001

Modélisation du comportement thermo-hygromécanique des bétons à hautes températures,

Rapport intermédiaire pour le livre BHP, document MOCAD,

[Mounanga, 2003], Mounanga, P, 2003

Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge: hydratation, retraits, propriétés thermo-physiques,

Thèse de Doctorat de l'École Doctorale de Mécanique, Thermique et Génie Civil de Nantes France.

[Moosberg-Bustnes et al, 2004], Moosberg-Bustnes H., Lagerblad B., Fotsberg E, 2004

The function of fillers in concrete,

Materials and Structures, Vol 37, pp 74-81

[Msaad, 2005], Msaad, Yahia 2005.

Analyse des mécanismes d'écaillage du béton soumis à des températures élevées,

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées France,

[Murat, 1983], Murat. M. 1983

Hydration reaction and hardening of calcined clays and related minerals : I. preliminary investigations of metakaolin
Cement and concrete research, vol 13 N°2, pp :59-66

[Neville, 2000], Neville. A. M, 2000

Propriétés des bétons, translated from English by CRIB (Sherbrooke-Laval, Canada), Eyrolles Ed., Paris, 2000.

[Nonat, 1994], Nonat A., 1994

Interactions between chemical evolution hydration and physical evolution (setting) in the case of tricalcium silicate,
Materials and Structures, vol 27, 168 pp 187-195,

[Oliveira. et al 2005], Oliveira. A. P, Jalali S., Fernandes J. M. et Torres E., 2005

L'emploi de métakaolin dans la production de béton écologiquement efficace
Materials and Structures vol 38, n° 3, pp 403-410 April,

[Ollivier, 1981], Ollivier J.P., 1981

Contribution à l'étude de l'hydratation de la pâte de ciment Portland au voisinage des granulats
Thèse d'état, Université Paul Sabatier de Toulouse

[Oriol, 1995], Oriol. M., 1995 ,

Etude de la réaction pouzzolanique ciment-métakaolin par traitement micro-ondes. Application à l'élaboration de composites ciment-fibres
Thèse nouveau doctorat Institut national des sciences appliquées de Lyon, Villeurbanne, FRANCE

[Orlans, 1989], Orlans. P., 1989

Etude physico-chimique des oxydes de zirconium et de dioxyde d'alumine-zincone
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées 1989

[Pala. Et al 2007], Pala. M., Özbay M., Öztaş A et Yuce I M., 2007

"Appraisal of long-term effects of fly ash and silica fume on compressive strength of concrete by neural networks",
Construction and Building Materials, Volume 21, Issue 2, pp 384-394.

[Le Roux et Unikowski, 1980], Le Roux A., Unikowski. Z., 1980

Mise en évidence des fines argileuses dans les granulats à béton,
Bull des liaisons des L.P.C N°110, Nov-Déc ,

[Rabor et al 1980], Rabor R., Coulon C., Hamel C., 1980

Contribution à l'amélioration de l'essai d'équivalent de sable,
Bull des liaisons des LCPC n° 110,

[Regourd et Gautier 1980], Regourd M., Gautier E. 1980,

Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré,

AITBTP 387.

[Soroka et Stern 1976], Soroka I., Stern N., 1976
Calcareous fillers and compressive strength of Portland cement,
Cem. Concr. Res. vol 6 (3), pp 367–376,

[Takemoto et Uchikawa 1980], Takemoto K., Uchikawa H. 1980,
Hydration of pozzolanic cement,
Proceedings of the 7th international congress on the chemistry of cement, vol 1,
principals reports, S.IV.2/1-IV.2/29.

[Topçu, 2003], Topçu I B., Ugulru Ali., 2003
Effect of the use of mineral fillers in the properties of concrete, Cement and Concrete
Research 33, pp 1071–1075,

[Torben et Hansen 1990], Torben C. Hansen 1990,
Long term strength of high fly ash concretes,
Cement and Concrete Research, Vol 20, 193-196.

[Trang, 1980], Trang N L., 1980
l'essai au bleu de méthylène, un progrès dans la mesure et contrôle de la propreté
des granulats,
Bull des liaisons des LPC N°107 mai-juin,

[Uchikawa et al 1996] Uchikawa, H. Hanehara, S. Hirao, H, 1996
Influence of microstructure on the physical properties of concrete prepared by
substituting mineral powder for part of fine aggregate,
Cem. Concr. Res. vol 26 (1)) pp 101–111.

[Yogendran et al 1987], Yogendran, V Langan, B.M. Haque, M.N. Ward, M.A1987
Silica-fume in high-strength concrete,
ACI Mater. J. 124–129.

[Waller, 1999], Waller V. 1999,
Relations entre composition des bétons, exotherme en cours de prise et résistance
en compression,
Thèse doctorat ENPC. Paris

[Yurtdas, 2003], Yurtdas I, 2003.
Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice
cimentaire : étude expérimentale sur mortiers.
Thèse de doctorat. Université des Sciences et Techniques de Lille, Laboratoire de
Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107), Ecole Centrale de Lille France.

[Zimmerman 2000], Zimmerman R.W., 2000.
Coupling in poroelasticity and thermoelasticity,
International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, Vol. 37, pp. 79-87,