REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERHE SCIENTIFIQUE

> UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA-BEJAIA FACULTE DE LA TECHNOLOGIE Département de Génie Civil

# MEMOIRE

En vue de l'obtention du Diplôme de Magister en Génie civil

**Option : Matériaux et Structures** 

## Thème :

Effet de la microsilice sur le comportement mécanique, le retrait et la résistance à l'action des sulfates du béton autoplaçant.

> <u>Présenté par</u> M<sup>elle</sup> Meziani Meriem

Devant le Jury :

President:Mr Kadri MohamedPromoteur:Mr Chelouah NasserExaminateurs:Mr Tahakourt A/KaderMr Bendadouche Hocine

Maître de conférences Maître de conférences Professeur Maître de conférences U. Boumèrdes U. A/MIRA de Bejaïa U. A/MIRA de Bejaïa U. A/MIRA de Bejaïa

# S<sup>ommaire</sup>:

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale	1
Partie théorique	
1. Définition	3
2. Composition d'un BAP	4
2.1. Le ciment	4
2.1.1. Le ciment Portland	4
2.2. Les granulats	6
2.2.1. Les gros granulats	6
2.2.2. Les granulats fins	6
2.3. Les additions minérales	7
2.3.1. Les fillers calcaires	7
2.3.2. La fumée de silice	8
2.3.3. Autres additions minérales	9
2.4. Les adjuvants	10
2.5. L'eau de gâchage	11
3. Formulation des bétons autoplaçants	11
3.1. Particularités de la formulation des bétons autoplaçants	12
3.2. La méthode japonaise	13
4. Méthodes de caractérisation à l'état frais	14
4.1. La fluidité	14
4.2. La mobilité	15
4.3. La stabilité	16
5. Propriétés des BAP à l'état durci	16
5.1. La résistance mécanique	16
5.2. Le retrait	17
5.3. Propriétés physico-chimiques et durabilité	22
5.3.1. La microstructure	22
5.3.2. Résistance aux sulfates externes	23
5.3.2.1. Mécanisme d'attaque des sulfates de sodium	24

5.3.2.2. Additions minérales et durabilité des bétons sous les sulfates	26
5.3.2.3. Facteurs influençant l'attaque des sulfates	27
5.3.3. Autres propriétés de durabilité	28
6. Enjeux des BAP	28
Partie Expérimentale	
Matériel et méthodes	
I. Caractérisation des matériaux	29
1.1. Origines des matériaux	29
1.2. Prélèvement des matériaux	30
1.2.1. Prélèvement sur le tas	30
1.2.2. Prélèvement au laboratoire	31
1.3. Analyse chimique des matériaux	31
1.4. Analyse granulométrique	36
1.4.1. La sédimentométrie	36
1.4.2. Analyse granulométrique par tamisage	39
1.5. Coefficient d'aplatissement	42
1.6. Masse volumique	46
1.6.1. Masse volumique absolue	46
1.6.2. Masse volumique apparente	48
1.7. Compacité des granulats	49
1.8. Propreté superficielle	51
1.9. Propreté des sables	53
1.9.1. Equivalent de sable à 10% de fines	53
1.9.2. Essai au bleu de méthylène	56
1.10. Essai de l'usure et au choc	57
1.10.1. Essai Los Angeles	57
1.10.2. Essai Micro-Deval	58
1.11. Essai de prise	59
1.12. Stabilité des ciments	60
II. Formulation et procédures expérimentales	61
2.1. Formulation	61
2.1.1. Formulation des bétons	61
2.1.2. Formulation des mortiers	64
2.2 Confection des bétons et des mortiers	69

2.2.1. Essais sur bétons à l'état frais	70
2.2.1.1. Masse volumique des bétons frais	70
2.2.1.2. Essai de consistance	70
2.2.1.3. Essai de ségrégation dynamique	70
2.2.1.4. Essai de ségrégation statique	71
2.2.1.5. La teneur en air des bétons frais	72
2.2.2. Essais sur bétons à l'état durci	73
2.2.2.1. Masse volumique des bétons durcis	73
2.2.2. Essai de compression	73
2.2.3. Essais sur mortiers	73
2.2.3.1. Dégradation des mortiers sous l'attaque des sulfates	73
2.2.3.1.1. Immersion des mortiers dans les solutions d'essais	74
2.2.3.1.2. Examen visuel de la dégradation des mortiers	75
2.2.3.1.3. Analyse minéralogique des mortiers par diffraction des rayons X	75
2.2.3.1.4. Expansion des mortiers	75
2.2.3.1.5. Evaluation des masses des mortiers	75
2.2.3.1.6. Comportement mécanique des mortiers	75
2.2.3.1.6.1. La résistance des mortiers à la flexion	76
2.2.3.1.6.2. La résistance à la compression des mortiers	76
2.2.3.2. Les variations dimensionnelles des mortiers à l'air libre	76
2.2.3.2.1. Le retrait des mortiers	76
2.2.3.2.2. La variation des masses des mortiers	77
Résultats et discussions	78
Essai sur bétons et mortiers	78
1. Sur bétons frais	78
2. Sur bétons durcis	81
3. Sur mortiers	83
Conclusion générale	100
Références normatives	102
Références bibliographiques	105
Annexes	

\_

### Liste des tableaux:

<u><b>Tableau 1</b></u> : Classification des environnements agressifs	23
<u><b>Tableau 2</b></u> : Prélèvement d'un échantillon sur stocks	31
<u><b>Tableau 3</b></u> : Masse de l'échantillon d'essai	31
<i>Tableau 4</i> : Compositions chimiques des ciments utilisés	32
<u><b>Tableau 5</b></u> : Composition de Bogue des deux ciments	32
<u><i>Tableau 6:</i></u> Composition chimique des additions minérales	33
<u><i>Tableau 7:</i></u> Analyse granulométrique des éléments fins	37
<u><i>Tableau 8:</i></u> Analyse granulométrique du sable 0/3	40
<u><b>Tableau</b></u> 9: Analyse granulométrique du gravier 3/8	41
<u><i>Tableau 10:</i></u> Analyse granulométrique du gravier 8/15	41
<u><b>Tableau 11:</b></u> Coefficient d'aplatissement du gravier 3/8	44
<u><b>Tableau 12:</b></u> Coefficient d'aplatissement du gravier 8/15	45
<u><b>Tableau 13:</b></u> Classement des granulats suivant leurs coefficients d''aplatissement	45
<u><i>Tableau 14:</i></u> Masses volumiques absolues des granulats par la méthode de l'éprouvette.	46
<u>Tableau 15</u> : Masses volumiques des fines	47
<u><b>Tableau 16</b></u> : Masses volumiques apparentes des granulats	48
<u><i>Tableau 17:</i></u> Résultats de la compacité obtenus pour les différents granulats	51
<u><b>Tableau 18</b></u> : Propreté superficielle des graviers utilisés	52
<u><b>Tableau 19</b></u> : La teneur en eau du sable 0/3	55
<u><i>Tableau 20</i></u> : La teneur en fines du sable 0/3	55
<u><i>Tableau 21</i></u> : Résultats de l'essai d'équivalent de sable	55
<u><i>Tableau 22:</i></u> Comparaison des résultats à la norme	55
<i>Tableau 23:</i> Los Angeles des graviers étudiés	58
<i>Tableau 24</i> : Résultats de l'essai au Micro-Deval	59
<u><b>Tableau 25</b></u> : Temps de début et de fin de prise	59

<u><b>Tableau 26</b></u> : Résultats de l'essai de Le Chatelier				
<i>Tableau 27 :</i> Composition du béton autoplaçant	62			
<i>Tableau 28 :</i> Masse du sable dans le béton	63			
<u><b>Tableau 29 :</b></u> Composition finale du béton autoplaçant	64			
<i>Tableau 30</i> : Calcul de la surface occupée par le sable 0/3	67			
<i>Tableau 31 :</i> Calcul de la surface occupée par les graviers 3/8	67			
<i>Tableau 32:</i> Calcul de la surface occupée par les graviers 8/15	68			
<u><b>Tableau 33</b></u> : Les surfaces des graviers à remplacer avec les sables	68			
<u><b>Tableau 34</b></u> : Composition du mortier de béton équivalent	69			
<u><b>Tableau 35</b></u> : Les masses volumiques fraîches des bétons	78			
<u><i>Tableau 36:</i></u> Consistance des bétons autoplaçants	78			
<u><i>Tableau 37:</i></u> Résultats de l'essai de la boite en « L »	79			
<i>Tableau 38:</i> Résultats de l'essai de stabilité au tamis	79			
<i>Tableau 39:</i> Teneur en air des bétons	80			

.

## Liste des figures :

<i>Figure 1:</i> Schéma d'hydratation initiale d'un grain de ciment	5
<i>Figure 2:</i> Résistance à la compression des phases du ciment	5
<i>Figure 3:</i> Résistance à la compression en fonction du taux des fillers calcaires	7
<u>Figure 4:</u> Principes de base de formulation d'un BAP	12
<i>Figure 5:</i> Organigramme de la méthode d'Okamura	14
<i>Figure 6:</i> Phénomène du retrait	17
<i><u>Figure 7:</u></i> Relation entre la perte d'eau, l'humidité relative et le retrait de séchage de la pâte de ciment hydraté	19
<i><u>Figure 8:</u></i> Comparaison des retraits de dessiccation d'un béton vibré et de cinq BAP	20
<i>Figure 9:</i> Retrait de dessiccation des BAP (SCC) et des bétons traditionnels de même rapport E/C	20
<i>Figure 10:</i> Taux d'évaporation d'eau d'un BAP avec différents E/C	21
<i>Figure 11:</i> Influence des fillers calcaires sur le retrait	22
<i><u>Figure 12</u>:</i> Evolution des quantités cumulées d'ions OH- et Ca <sup>2+</sup> relâchés et de la minéralogie de la partie altérée pour une pâte de ciment par une solution sulfatée	24
<i>Figure 13:</i> Ettringite secondaire vue au microscope électronique à balayage	25
<i><u>Figure 14</u>:</i> Influence du dosage en ciment et de la teneur en C <sub>3</sub> A sur la dégradation des bétons	27
<u>Figure 15:</u> Diffractogramme du filler calcaire	33
<i><u>Figure 16:</u></i> Diffractogramme de la fumée de silice	34
<u>Figure 17:</u> Diffractogramme du sable 0-3	34
<i>Figure 18:</i> Diffractogramme du gravier 3-8	35
<u>Figure 19:</u> Diffractogramme du gravier 8-15	35
<i><u>Figure 20:</u></i> Courbe granulométrique des ciments	37
<i>Figure 21:</i> Courbes granulométriques du filler calcaire	38
<u>Figure 22 :</u> Courbe granulométrique de la microsilice	38
<i>Figure 23:</i> Courbes granulométriques des granulats utilisés	42
<u>Figure 24:</u> Essai équivalent du sable	54
<u>Figure 25:</u> Test au bleue du méthylène	57

<i>Figure 26:</i> Passage d'un béton à un MBE	65
<u>Figure 27:</u> Essai d'étalement des bétons autoplaçants	70
<i>Figure 28:</i> Essai de la boite en « L »	71
<i>Figure 29:</i> Essais de ségrégation au tamis	71
<u>Figure 30:</u> Vérification de la ségrégation des bétons	72
<i><u>Figure 31</u></i> : Vérification du ressuage des bétons frais	72
<u>Figure 32:</u> Immersion des mortiers dans les solutions d'essais	74
<u>Figure 33:</u> Mesure du retrait libre de dessiccation	77
<u>Figure 34 :</u> Masses volumiques durcies des bétons	81
<i>Figure 35:</i> Evolution de la résistance à la compression des bétons	82
<u>Figure 36:</u> Mortiers conservés dans les solutions d'essai pendant 90 jours	83
<u>Figure 37 :</u> DRX des mortiers MSC II conservés dans les solutions Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et Ca(OH) <sub>2</sub> pendant 90 jours	84
<u>Figure 38:</u> DRX des mortiers MFC II conservés dans les solutions Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et Ca(OH) <sub>2</sub> pendant 90J	85
<i>Figure 39:</i> DRX des mortiers MFC I conservés dans des solutions de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et Ca(OH) <sub>2</sub> pendant 90J.	86
<i><u>Figure 40:</u></i> Expansion des mortiers avec microsilice	87
<i>Figure 41:</i> Expansion des mortiers avec filler et ciment CEM II	87
<i>Figure 42:</i> Expansion des mortiers avec filler et ciment CEM I	88
<i>Figure 43:</i> Expansion des mortiers dans la solution du sulfate de sodium	89
<i><u>Figure 44:</u></i> Evolution des masses des échantillons dans le temps	90
<i><u>Figure 45:</u></i> Résistance à la flexion des mortiers de la solution de sulfate de sodium	91
<i><u>Figure 46</u></i> : Résistance à la flexion des mortiers de la solution saturée de chaux	91
<i><u>Figure 47</u></i> : Evolution des flexions des mortiers conservés dans les solutions d'essai	92
<i><u>Figure 48</u></i> : Résistance à la compression des mortiers de la solution de sulfate de sodium	93
<i><u>Figure 49</u></i> : Résistance à la compression des mortiers de la solution saturée de chaux	93
<i><u>Figure 50:</u></i> Comparaison des résistances à la compression des mortiers dans les deux solutions	93
<i>Figure 51:</i> Evolution du retrait libre de dessiccation	97
<i>Figure 52:</i> Perte de masse des mortiers en fonction du temps	99

## Introduction générale

Le béton est actuellement l'un des matériaux de construction les plus utilisés à travers le monde grâce à la simplicité de sa fabrication et de sa mise en place. Depuis sa découverte, ce matériau n'avait que peu évolué mais, ces dernières années, d'importantes avancées ont été réalisées en améliorant certaines caractéristiques existantes, en particulier avec l'apparition des bétons de hautes performances, des bétons de poudres réactives et des bétons de fibre. Ces bétons visent tous un gain de résistance et de durabilité mais nécessitent une mise en œuvre appropriée. De ce point, une autre étape a été franchie avec l'arrivée du béton autoplaçant qui constitue une nouvelle technologie de construction [9].

Le béton autoplaçant (BAP) est très fluide, se mis en place sous le seul effet de la gravité, donc sans aucun compactage interne ou externe même dans les architectures complexes et très encombrées. [14, 83]

Cette mise en place, sous son propre poids, nécessite une très grande fluidité mais il est indispensable que le béton conserve sa stabilité et assure une parfaite homogénéité. Ces deux propriétés contradictoires sont assurées par l'emploi des superplastifiants et l'incorporation des additions minérales dans leurs compositions [9].

Dans notre étude, le ciment Portland est accompagné de la microsilice ou du filler calcaire afin d'évaluer l'effet du type de l'addition sur les propriétés du béton frais et durci. Des mortiers estimés équivalents aux bétons autoplaçants sont aussi étudiés pour caractériser leurs résistances mécaniques en compression et en flexion, leurs déformations libres sans charges et leurs durabilités dans le milieu agressif de sulfate de sodium (4,5%).

Ce mémoire a été mené pour répondre à certaines questions concernant l'évolution des propriétés physico-chimiques et mécaniques des bétons avec différentes additions minérales et ciments.

Vu l'utilisation des additions minérales de réactivités différentes, lequel des bétons présente un meilleur comportement mécanique.

Compte tenu du volume important de pâte dans les BAP, comment évoluent les déformations différées libres sans chargement (retrait) des mortiers de bétons équivalents ?

Du point de vue de la durabilité, plus précisément de la résistance vis-à-vis le sulfate de sodium, lequel des trois bétons présente plus de performance ?

Notre étude a donc pour objet de répondre à toutes ces questions.

La première action menée dans le présent travail est de répertorier et de synthétiser les documents existants dans la bibliographie qui touchent le BAP du côté physico-chimique et mécanique. Cette partie relate les différentes caractéristiques intrinsèques aux BAP et les données utiles à l'évaluation des résultats obtenus dans notre travail expérimental.

La caractérisation des bétons à l'état frais ainsi que leurs propriétés mécanique et de durabilité à l'état durci sont aussi abordés avec citation des données de plusieurs publications.

Afin d'arriver aux résultats souhaités, de différents essais ont été effectués sur diverses compositions de BAP et de leurs mortiers équivalents. Cette partie expérimentale décrit en détail les matériaux utilisés et les formulations des trois bétons autoplaçants avec leurs mortiers équivalents étudiés au cours de travail.

Après avoir noté les différents résultats de l'évolution des grandeurs mesurées, la dernière partie de ce mémoire confronte les résultats de nos essais aux réglementations en vigueurs et aux données de la littérature qui nous permettent d'établir des conclusions sur les facteurs étudiés.

Une conclusion générale clôture cette étude en synthétisant les principaux résultats trouvés. Des perspectives sont aussi élaborées à la fin de ce mémoire pour compléter les données et d'apporter plus d'informations sur ce type de béton.

## Partie Théorique

L'idée d'un mélange de béton qui peut être rendu compacte et mis en place dans les coffrages, purement au moyen de son propre poids et sans besoin de vibration, a été considéré la première fois au Japon en 1983, quand la production des bétons est devenue une matière d'intérêt important pour le pays. Pendant cette période, le Japon souffrait d'une réduction du nombre d'ouvriers habiles dans l'industrie du bâtiment [55, 86, 113].

En 1986, Okamura a proposé l'utilisation des bétons autoplaçants après avoir effectué une étude fondamentale sur la fluidité du béton et avoir développer un mélange fortement liquide qui a une excellente déformabilité [86].

En 1988, les premiers prototypes pratiques du BAP ont été produits en utilisant des matériaux déjà sur le marché. En 1996, les pays européens ont commencé pour la première fois à formuler ces bétons et les utilisés dans la construction de ponts, des murs et des tunnels. [86, 113].

En 2003, les instituts de production de la préfabrication américaine ont pu définir les BAP comme [75] :

- 0 Un béton fluide et non ségrégable qui peut remplir le coffrage sans consolidation ;
- Un béton fortement réalisable pour les structures complexes ;
- Un béton qui tient son homogénéité dans n'importe quel type de coffrage.

#### 1. Définition

Pour cesser la réduction de la qualité des constructions due à une mauvaise mise en place du matériau et à la vibration qui exige un savoir faire, les Japonais ont remédié à un matériau très fluide, capable de se compacter sous son propre poids. Ce matériau initialement appelé béton de haute performance, est aujourd'hui connu sous le nom béton autoplaçant, autocompactant, ou autonivellant, selon son application [73].

Le terme BAP se rapporte dans un type spécial de mélange de béton, caractérisé par une grande fluidité et une résistance élevée à la ségrégation et qui peut être moulu sans vibration [28].

L'emploi combiné des superplastifiants avec une teneur relativement élevée en fines, en termes de ciment et d'additions minérales, a rassemblé ces caractéristiques contradictoires dans un BAP.

#### 2. Composition d'un BAP

Le BAP est un mélange fluide, qui convient aux travaux dans des conditions difficiles et en structures à ferraillage très encombré. En principe, les matériaux constitutifs d'un BAP restent les mêmes que ceux traditionnellement utilisés dans le béton vibré. Cependant, la technologie d'un BAP est basée sur l'ajout ou le remplacement partiel du ciment par des additions minérales [47].

#### 2.1. Le ciment

Pour résoudre des problèmes spéciaux de technologie, plusieurs types de ciments sont employés dans la construction et dans les industries de bâtiment. [84]

Tous les ciments qui sont conformes à la norme EN 197-1 peuvent être utilisés pour la production d'un BAP. Le bon choix du type de ciment est généralement dicté par les exigences spécifiques du béton, mais la grande quantité des bétons d'aujourd'hui emploie le ciment Portland. [15, 90].

#### 2.1.1. Le ciment Portland

Le ciment Portland est constitué principalement de quatre phases minérales, les silicates bicalciques et tricalciques, l'aluminate tricalcique et l'aluminoferrite tétracalcique, qui sont responsables du processus d'hydratation, de la résistance et de la durabilité.

La réaction de ses différentes phases avec l'eau forme un processus très complexe qui est l'hydratation du ciment portland.

Les silicates (C<sub>2</sub>S et C<sub>3</sub>S), représentent environ 70 % des constituants du ciment, réagissent avec l'eau et produisent des silicates de calcium hydratés (C-S-H), dont les principales propriétés mécaniques de la pâte en dépendent, et de la portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>), qui contribue à la durabilité suivant les réactions ci-dessous [15, 62, 104]:

$$2 C_2S + 4 H_2O \longrightarrow C_3S_2H_3 + Ca(OH)_2$$
$$2 C_3S + 6 H_2O \longrightarrow C_3S_2H_3 + 3 Ca(OH)_2$$

Les aluminates ( $C_3A$  et  $C_4AF$ ) [figure] réagissent avec l'eau et les sulfates contenus dans le gypse pour former, dès les premiers instants du contact eau-ciment, des sulfoaluminates de calcium hydraté insoluble (ettringite primaire) suivant les réactions ci-dessous :

$$C_3A + CaSO_4 + 26 H_2O \longrightarrow C_3A. 3 CaSO_4. 32 H_2O$$
 (ettringite primaire)  
 $C_4AF + CaSO_4 + 26 H_2O \longrightarrow C_2(AF) - 3 CaSO_4 - 32 H_2O$ 



Fig. 1 : Schéma d'hydratation initiale d'un grain de ciment [108].

Une fois tous le gypse est consommé, l'ettringite devient une source d'ion sulfate pour les aluminates non encore hydratés pour former des mono-sulfoaluminates ( $C_3A$ .  $CaSO_4$ . 12 H<sub>2</sub>O) et parfois des aluminates hydratés secondaires ( $C_4AH_{13}$ ) [10, 15, 104].

Les vitesses d'hydratation des différents composants du ciment sont différentes. En effet, le  $C_3A$  dès son contact avec l'eau, s'hydrate, suivis de  $C_3S$  puis de  $C_2S$  et enfin de  $C_4AF$ . Leurs effets sont aussi variables suivant la figure ci-dessous :



Fig. 2 : Résistance à la compression des phases du ciment [15].

#### 2.2. Les granulats

Le développement de l'utilisation des BAP a prouvé que ce béton peut être produit avec succès en utilisant une large gamme de granulats [75].

Les granulats sont des matériaux dérivés pour la plus part du temps des pierres concassées, des graviers normaux et des sables utilisés comme remplisseur économique, fournissent au béton sa stabilité dimensionnelle et sa résistance à l'usure [38].

Afin d'obtenir une bonne qualité de béton, les granulats doivent être durs et forts. La roche molle ou poreuse peut limiter la résistance à l'usure, et parfois, elle peut se décomposer pendant le malaxage du béton et diminue ainsi la maniabilité en augmentant le volume de fine.

Le taux d'humidité, l'absorption de l'eau et la teneur en fines des granulats doivent être surveillés étroitement et sans interruption pour la production de béton. En effet, les granulats doivent être exemptes des impuretés comme la vase, l'argile et les matières organiques qui nuisent la surface du granulat et l'isole de la matrice cimentaire provoquant ainsi une réduction de la résistance [47,75].

#### 2.2.1. Les gros granulats

Tous les granulats conformes à la norme EN 12-620 sont appropriés pour la production des BAP. Les granulats légers peuvent être utilisés mais ils peuvent émigrer sur la surface si la viscosité du béton est basse ce qui ne peut pas être détecté par l'essai de ségrégation par le tamis [15].

La taille maximale des gros granulats est souvent déterminée à base de l'espacement des barres de ferraillage pour éviter leurs blocages. Elle est souvent limitée à 16 mm, mais elle peut être comprise entre 12 et 20 mm [90].

La forme des gros granulats influence directement l'écoulement d'un BAP ; plus sphérique sont les particules moins est le blocage, et plus l'écoulement est important [15].

#### 2.2.2. Les granulats fins

L'influence des granulats fins sur les propriétés fraiches du BAP est sensiblement plus grande que celle des gros granulats. Les fractions granulaires de dimension inférieure à 0,125 mm sont considérées comme des fines et doivent être prises en considération en calculant le rapport eau/poudre [15, 90].

#### 2.3. Les additions minérales

En raison des propriétés exigeantes des BAP, des additions minérales sont couramment utilisées pour maintenir sa cohésion et sa résistance à la ségrégation. Elles sont employées soit en plus soit comme remplacement partiel du ciment selon les propriétés du matériau et l'effet désiré sur le béton [15].

L'utilisation des additions minérales est très importante, car elles sont moins réactives à court terme, ce qui permet de prolonger le temps d'ouvrabilité et aussi la combinaison de plusieurs matériaux de granularités différentes permet d'améliorer la granulométrie du mélange [64].

#### 2.3.1. Les fillers calcaires

Le filler calcaire est un matériau inerte très finement broyé à une finesse à peu près identique à celle du ciment Portland, qui peut être un matériau naturel ou provenant du traitement de certains minéraux inorganiques. En raison de ses propriétés physiques, il a un effet bénéfique sur certaines caractéristiques du béton (maniabilité, perméabilité, masse volumique...). Cependant, il est essentiel que ses propriétés soient constantes. En effet, il ne doit pas accroitre le besoin en eau d'un béton et ne doit pas conduire à une régression de sa résistance à long terme [84].

Turcry et al (2005) ont trouvé que la résistance à la compression d'un béton diminue avec le taux de substitution du ciment par le filler calcaire (fig.3). Cela vient principalement de l'augmentation du rapport eau /ciment, étant donné que le volume de la pâte et le dosage en eau restent constants [107].



Fig. 3 : Résistance à la compression en fonction du taux des fillers calcaires [107].

#### 2.3.2.La fumée de silice

La fumée de silice est un coproduit de l'industrie du silicium et de ses alliages ou du zirconium. Le silicium et le ferrosilicium sont fabriqués dans des fours à arc dans lesquels le quartz est réduit en présence de charbon. Durant cette réaction, un composé gazeux, SiO<sub>2</sub>, se forme et s'échappe vers la partie supérieure du four, où il s'oxyde et se condense sous forme de particules ultrafines de silice (diamètre compris entre 0,1 et 1  $\mu$ m) récupérées par la suite dans un système de dépoussiérage [26, 45, 82]. Elle est de couleur foncée ou claire selon son contenue en carbone [84, 102]. Elle est aussi désignée sous le nom microsilice ou fumée de silice condensée. C'est une poudre ultra fine de surface spécifique d'environ 20.000 m<sup>2</sup>/kg et d'une densité relative de 2.2 à 2.5, composée de particules sphériques vitreuse pleines de la silice amorphe (85-96 % de SiO<sub>2</sub>) 50 à 100 fois plus fines que le ciment (95 % < 1µm) [26, 38, 102].

L'utilisation de la fumée de silice comme addition minérale dans un béton est commencée en 1950 à l'institut de la technologie norvégien. Dans les années 1970, après l'arrivée des superplastifiants, l'emploi de la microsilice dans les laboratoires et sur le plan pratique a commencé dans plusieurs pays Scandinaves : la Norvège, la Suède, le Danemark et l'Islande. Depuis lors, la microsilice et les superplastifiants sont devenus des matériaux complémentaires dans la fabrication des BAP avec une grande cohésion du mélange frais [28].

Habituellement, après que la fumée de silice soit ajoutée au béton, la matrice devient très dense, cet effet a été attribué à son extrême finesse [38, 68, 102]. En effet, les grains extrêmement fins viennent se fixer très près des granulats (c.à.d : à l'interface pâte-granulats). Ce même effet diminue le ressuage et augmente la compacité ; mais certains constructeurs jugent que ses effets rendent le béton difficile à mettre en place [99]. Cette remarque explique pourquoi une teneur trop faible en fumée de silice (< 5 %) n'augmente pas la résistance du béton, elle ne peut pas recouvrir le volume des granulats manquants. Il est aussi évident qu'un volume trop élevé (> 10 %) n'est pas plus efficace, le surplus ne se fixe pas à la surface des granulats [84].

La fumée de silice étant un matériau pouzzolanique très réactif, dès son contact avec une solution d'hydroxyde de calcium se dissout en quelques minutes. En effet, le silicate de calcium hydraté (C-S-H) se forme sur la surface des grains de la microsilice dès que le liquide interstitiel est saturé en portlandite, suivant la réaction ci- dessous [102, 111] :

Fumée de silice + Portlandite \_\_\_\_ silicate de calcium hydraté

$$Ca(OH)_2 + H_2O + SiO_2 \longrightarrow CaO-SiO_2-H_2O$$
  
(C-S-H)

Cette réaction est initialement très rapide, la moitié de la fumée de silice se dissout en une journée et les deux tiers en trois jours, mais ultérieurement, elle devient très lente. Trois quart seulement sont hydratés en 90 jours [84]. La progression de cette réaction peut être suivit dans le temps en mesurant la quantité de Ca(OH<sub>2</sub>) présente dans la pâte du ciment hydraté [11].

Une des conséquences de cette grande réactivité immédiate est que l'eau du mélange est très rapidement consommée. La microstructure dense de la pâte du ciment hydraté rend difficile la pénétration de l'eau externe ce qui cesse l'évolution de la résistance plus tôt. Des travaux de recherches ont montré que la résistance à la compression d'un béton avec la fumée de silice n'évolue pas à partie de 56 jours.

La haute réactivité de la fumée de silice provient de sa grande surface spécifique qui accélère les réactions d'hydratation du ciment. La finesse de ses particules la rend un site de nucléation et de germination des cristaux de  $Ca(OH_2)$  [3, 11, 104, 83].

Khayat et Aïtcin (1993), ont constaté que l'ajout de la fumée de silice améliore également la rhéologie du béton fabriqué d'une manière considérable. En effet, ces particules, de forme sphérique, jouent un rôle de lubrifiant avec un comportement semblable à celui d'un roulement à bille. Cependant, sa surface spécifique élevée en fait un matériau très demandeur en eau. L'augmentation du dosage en fumée de silice entraîne un accroissement de la friction entre les particules fines, rendant le béton plus collant et cohésif. Une plus grande cohésion permet de réduire les risques de ressuage ou de ségrégation mais, elle rend le béton plus sensible au retrait plastique, particulièrement, dans les zones où l'évaporation est intense [63].

D'après, Terence (2005), les étalements des bétons avec et sans fumée de silice sont légèrement différents. Pour une même maniabilité, l'étalement d'un béton avec la microsilice doit être augmenté d'environ 40 à 50 mm pour atteindre l'étalement d'un autre béton sans microsilice [102].

#### 2.3.3. Autres additions minérales

La métakaolinite et les pouzzolanes naturelles sont également utilisables comme ajouts minéraux dans les BAP, leurs effets sur les bétons doivent être soigneusement évalués individuellement à court et à long terme [15].

#### Les cendres volantes

Les cendres volantes sont des matériaux très intensivement utilisés dans le domaine de la construction. Ce sont des résidus inorganiques, non combustibles, finement divisés, rassemblés

par précipitation des gaz d'échappement de n'importe quel four industriel. La plupart de ces particules sont des sphères pleines de dimensions allant de 1 à 100  $\mu$ m [38]. Il s'est avéré que ce sont des additions efficaces pour les BAP fournissant une cohésion accrue et une sensibilité réduite aux changements de la teneur en eau. Les niveaux élevés des cendres volantes peuvent produire une fraction de pâte qui si cohésive qu'elle puisse être résistante à l'écoulement [15].

#### Les laitiers de haut Fournaux

Ce sont des sous produits des processus métallurgiques, de la production des métaux du minerai ou de l'amélioration des métaux impurs. Les laitiers utilisés dans les bétons proviennent de la production les minerais du fer riches en chaux, en silice et en alumine.

Les laitiers réagissent lentement avec l'eau, la réaction pour qu'un béton atteigne une résistance accrue et identique à celle d'un béton avec ciment Portland seul à 28 jours peut prendre des mois [15].

#### 2.4. Les adjuvants

Les adjuvants sont des produits chimiques organiques ou inorganiques, incorporés en faible quantité (moins de 5% de la masse du ciment) sous forme de poudre ou de solution, avant ou pendant le malaxage, dans le but de modifier certaines propriétés du béton, qu'il soit à l'état frais, pendant la prise et le durcissement ou à l'état durci [18, 108].

Chaque adjuvant est défini par une seule fonction principale et peut présenter une ou plusieurs fonctions secondaires [108]. On distingue essentiellement les adjuvants accélérateurs ou retardateurs de prise, les adjuvants réducteurs d'eau (plastifiant), les hauts réducteurs d'eau (superplastifiant ou fluidifiant) et les entraîneurs d'air.

Les adjuvants réducteurs d'eau et hauts réducteurs d'eau, comme leur nom l'indique, permettent de diminuer la quantité de l'eau de gâchage tout en ayant une bonne maniabilité du béton à l'état frais lors de sa mise en œuvre. Les fluidifiants sont des macromolécules de composition organique ayant une propriété dispersante. Ils agissent de deux manières :

- En s'adsorbant sur les particules du ciment, ils réduisent les forces d'attraction intergranulaires par la diminution des forces de Van der Waals ou la diminution de l'énergie superficielle du minéral ;
- En créant des forces de répulsion : encombrement stérique des molécules ou répulsion électrostatique. En effet, ces molécules sont généralement de charge négative.

Les superplastifiants sont des adjuvants à haut pouvoir de réduction d'eau. Ils ont pour rôle de maintenir une maniabilité donnée tout en diminuant la quantité d'eau dans le béton. Ils permettent ainsi d'obtenir un béton plus résistant en raison de la réduction de l'eau [7].

#### 2.5. L'eau de gâchage

L'eau de gâchage est un ingrédient essentiel du béton et joue deux fonctions principales : confère au béton sa maniabilité à l'état frais (ses propriétés rhéologiques) et assure l'hydratation des grains de ciment. La quantité d'eau utilisée ou plus précisément le rapport eau/ciment a une forte influence sur la porosité, la perméabilité, la résistance mécanique, la durabilité, la microstructure du béton et la cinétique d'hydratation du ciment [85]. L'eau de gâchage peut avoir plusieurs origines, mais seule l'eau potable est présumée conforme aux exigences de la norme NF EN 1008, les autres eaux comme l'eau récupérée de la fabrication de bétons, eaux d'origine souterraine, eaux naturelles de surface et eaux de rejet industriel, eaux de mer et eaux saumâtres, doivent être soumises à des essais de contrôle préliminaires [18, 108].

#### 3. Formulation des bétons autoplaçants

Formuler un béton ordinaire est devenu une chose facile avec la méthode Dreux-Gorisse qui propose des abaques d'estimation du dosage en eau et en ciment pour obtenir l'affaissement souhaité [106]. Aujourd'hui, le problème de formulation est détourné vers les bétons autoplaçants. Dont d'abord, de nouveaux constituants tels que les adjuvants et les additions minérales sont venus s'ajouter à la panoplie classique des granulats et du ciment. Ensuite, le nombre de caractéristiques recherchées est augmenté, depuis son comportement rhéologique à l'état frais jusqu'à sa durabilité dans différents ambiances [32,106].

Comme la méthode de Dreux-Gorisse ne tient pas en compte les adjuvants et les additions minérales, elle est exclue de la formulation des bétons autoplaçants. Cette dernière se base essentiellement sur l'expérience pour définir certaines plages d'évolution de chaque constituant et la formulation se fait par tâtonnement par rapport à ces plages.

Il existe trois recettes principales pour formuler les bétons autoplaçants :

- a. La première est basée sur l'utilisation d'un agent de viscosité et d'un superplastifiant ;
- b. La deuxième contient une teneur en fines élevée et un superplastifiant ;
- c. La troisième combine les deux méthodes précédentes, pour réduire la sensibilité aux variations de la teneur en eau d'un mélange contenant beaucoup de fines

La figure ci-dessous, illustre d'une façon complète les différentes caractéristiques d'un béton autoplaçant et les principes de base de sa formulation.

DEFORMABILITE	STABILITE	PAS DE BLOCAGE	
<ol> <li>Augmenter la déformabilité de la pâte :         <ul> <li>Utiliser un superplastifiant ;</li> <li>Equilibre eau /fines.</li> </ul> </li> <li>Réduire le frottement entre les particules :         <ul> <li>Bas niveau de gros granulat, haut niveau de pâte ;</li> <li>Utiliser un ajout minéral.</li> </ul> </li> </ol>	<ol> <li>Limiter la ségrégation ;         <ul> <li>Limitation du volume des granulats ;</li> <li>Réduction de la taille maximale des granulats ;</li> <li>Utilisation d'un agent de viscosité.</li> </ul> </li> <li>Minimiser le ressuage :         <ul> <li>Faible contenu d'eau ;</li> <li>Faible rapport eau/fines ;</li> <li>Utiliser des fines de grande surface spécifique ;</li> </ul> </li> </ol>	<ol> <li>Augmenter la cohésion pour réduire la ségrégation durant l'écoulement :         <ul> <li>Faible rapport eau/fines ;</li> <li>Utiliser un agent de viscosité.</li> </ul> </li> <li>Espacement des armatures compatible avec 1e volume el la taille maximum des gros granulats :         <ul> <li>Faibles volume et taille maximale des gros granulats ;</li> <li>Utiliser des granulats.</li> </ul> </li> </ol>	
	BETON AUTOPLACANT		

Fig. 4 : Principes de base de formulation d'un BAP [35, 97]

#### 3.1. Particularités de la formulation des bétons autoplaçants

Malgré les différences existantes entres les méthodes de formulations, certaines caractéristiques demeurent intrinsèques aux bétons autoplaçants et restent inchangées.

#### a. Un volume de pâte élevé

Vu les exigences de déformabilité et de remplissage des bétons autoplaçants, leurs formulations sont définies par un volume de pâte important (ciment + addition minérale + eau + air + adjuvant), typiquement de 330 à 400 l/m<sup>3</sup> [9, 29].

#### b. Quantité de fines élevée ( $\Phi < 80 \ \mu m$ )

Pour assurer une maniabilité suffisante tout en limitant les risques de ségrégation et de ressuage, les bétons autoplaçants contiennent une quantité de fines importante (500 kg/m<sup>3</sup>) [29]. Toutefois, le liant est composé de deux, voire plus, constituants (ciment + addition

minérale) pour diminuer le surcoût de la formule et la chaleur d'hydratation trop grande du ciment seul [9].

#### c. Utilisation d'un superplastifiant

Comme les bétons autoplaçants sont sur-dosés en éléments fins, l'emploi des superplastifiants est recommandé pour atteindre la fluidité désirée. Toutefois, un surdosage en superplastifiant peut augmenter la sensibilité du béton à des variations en eau vis-à-vis de la ségrégation et du ressuage, c'est pourquoi son dosage est proche de sa saturation [29].

#### d. Faible volume de gravillon

Comme les granulats sont à l'origine du blocage d'un béton en milieu condensé, il faut en limiter leur volume et généralement le rapport G/S est maintenu proche de un. Bien évident, ce rapport peut être revu à la baisse ou à la hausse selon le confinement de l'élément à bétonner [29].

#### 3.2. La méthode japonaise

Plusieurs méthodes de formulation de béton autoplaçant ont été mise au point à savoir la méthode de Sakarta et les trois approches d'optimisation (du mortier, du volume de pâte et du squelette granulaire).

La méthode japonaise proposée en 1993 par l'équipe du professeur Okamura, connue sous le nom de la méthode de formulation basée sur l'optimisation du mortier, est celle optée dans ce travail [35].

Elle propose de formuler le béton autoplaçant en composant en premier son mortier. Les bétons ainsi obtenus sont sous dosés en graviers et par conséquent loin d'un optimum économique.

Le principe de formulation est comme suit :

- Le volume de sable est posé arbitrairement à 40 % du volume du mortier du béton ;
- Les dosages en eau et en superplastifiant sont déterminés expérimentalement au moyen d'essais sur mortier (étalement avec cône à mortier et l'écoulement à l'entonnoir);
- Le dosage en gravillon est soigneusement déterminé pour minimiser le blocage ;
- La quantité du ciment doit être au minimum égal à 350 kg/m³ ;
- Les rapports E/C et C/A peuvent être choisis sur des critères de résistance.



Fig. 5 : Organigramme de la méthode d'Okamura [97].

#### 4. Méthodes de caractérisation à l'état frais

Le comportement d'un BAP à l'état frais se différencie notablement de celui d'un béton traditionnel par son ouvrabilité, sa mobilité en milieu confiné ou non confiné et sa stabilité vis-à-vis de la ségrégation et du ressuage [14].

Pour la caractérisation des BAP à l'état frais de nombreuses méthodes sont définies dans la littérature, mais, on ne retrouve pas des essais normalisés. La voie prometteuse aujourd'hui est de caractériser ces bétons par leurs viscosités et leurs écoulements [63].

Les principales caractéristiques des BAP sont : La fluidité, la mobilité et la stabilité.

#### 4.1. La fluidité

Le terme fluidité caractérise la capacité d'un béton à s'écouler sans obstacles sous son propre poids.

L'essai de référence utilisé dans ce type d'écoulement est l'essai au cône d'Abrams qui est traditionnellement utilisé pour mesurer l'affaissement d'un béton. Comme l'affaissement d'un BAP est total, on réalise une mesure du diamètre de la galette formée après étalement [6, 14].

Pour la détermination de l'étalement, le cône est placé sur une plaque imperméable et rigide, puis il est rempli du béton. Le cône est ensuite soulevé, le diamètre moyen de la galette du béton ainsi que le temps T500 (temps correspondant à un étalement de 500 mm) sont mesurés [41, 58, 85, 110]. En fonction du diamètre mesuré, les BAP sont définis suivant différentes classes d'écoulement, donc par type d'application.

*Classe 1 : 550-650 :* convient aux structures non ou légèrement renforcées, aux petites sections pour empêcher le long écoulement horizontal et aux moulages par un système d'injection de pompe (tunnel).

*Classe 2 : 650-750 :* convient à beaucoup d'applications normales comme les murs et les colonnes.

*Classe 3 : 750-850 :* béton produit avec des granulats de taille maximale réduite, employé dans les applications verticales et les structures très encombrées ayant une forme complexe.

#### 4.2. La mobilité

Lors de sa mise en œuvre, le BAP traverse des milieux confinés puis se stabilise sous sa gravité et remplie les coffrages ; afin de rester homogène tout au long de son mouvement, il doit avoir une bonne résistance à la ségrégation dynamique. Donc éviter toute séparation entre les gros granulats et la phase suspendante.

Aucun essai de référence n'a encore fait l'unanimité, mais tous ont pour objectif d'évaluer la capacité du béton à s'écouler dans un milieu confiné [9]. Parmi les essais existants, on cite l'essai à la boite en L, l'essai à la boite en U et l'essai d'écoulement modifié [6].

Le dispositif de l'essai de la boite en L est constitué d'une boite en forme de « L » dont la partie verticale est remplie de béton et séparée de la partie horizontale par une trappe.

Après une minute de repos, on ouvre la trappe et le béton s'écoule à travers trois armatures de diamètre  $\Phi$ 14 espacées de 39 mm. Après que le béton soit mis en place, une lecture des hauteurs des bétons H2 et H1 dans la partie horizontale et verticale respectivement est faite. Le taux de remplissage H2/H1 doit au minimum être égal à 0,8 [9, 14, 33, 58, 110].

#### 4.3. La stabilité

L'aptitude d'un BAP à préserver son homogénéité après une mise en place correcte (absence de ségrégation dynamique) est aussi importante ; car elle conditionne ses caractéristiques à l'état durci en termes de sa résistance mécanique, son retrait et sa durabilité [90].

Le phénomène de ségrégation statique est complexe, car il n'est pas décelable en surface sauf s'il s'accompagne d'un ressuage.

Différents essais peuvent être utilisés pour caractériser cette propriété du béton. On cite à titre d'exemple l'essai au cylindre, l'essai à la colonne et l'essai au tamis.

La stabilité au tamis consiste à évaluer le pourcentage en masse de la laitance d'un échantillon de béton de  $4,8 \pm 0,2$  kg passant à travers un tamis de 05 mm. [33, 58, 85].

Les critères d'acceptation d'une formulation des BAP sont classés comme suit : [9, 14]

 $0\% \le P_{Laitance} \le 5\%$ : Stabilité très importante (mortier très visqueux);

 $0 \% \le P_{Laitance} \le 15 \%$ : Stabilité satisfaisante ;

 $15 \% \leq P_{Laitance} \leq 30 \%$ : Stabilité critique ;

 $P_{Laitance} > 30 \%$ : Stabilité très mauvaise.

#### 5. Propriétés des BAP à l'état durci

Comme tous les bétons, le BAP peut être proportionné pour avoir des propriétés à l'état durci considérablement variable [41].

Les différences de ces propriétés entre le BAP et le béton traditionnel peuvent être attribuées à trois sources principales : proportion modifiée du mélange, microstructure et homogénéité améliorées et manque de vibration ce qui élimine les défauts et assure la distribution uniforme des granulats.

Afin d'évaluer les caractéristiques des BAP, plusieurs travaux de recherches ont été introduits. Les différentes approches de formulation, varient les propriétés durcies associés au BAP d'une étude à une autre.

#### 5.1. La résistance mécanique

La résistance mécanique est l'une des caractéristiques essentielles du béton qui est souvent employé comme un élément porteur. Le taux de travail d'un ouvrage en béton dépend de sa résistance mécanique qui évolue avec le durcissement du béton. La résistance mécanique d'un béton est approximativement connexe à sa porosité, qui est alternativement liée au rapport eau/ciment et le degré d'hydratation. Les caractéristiques des granulats peuvent aussi jouer un rôle important dans la résistance mécanique d'un béton. La taille, la forme, l'obliquité, la texture et la minéralogie des granulats affectent la qualité de la zone de transition et le lien entre le granulat et la pâte, ce qui affecte significativement sa résistance [41, 18].

D'autres facteurs principaux affectent la résistance mécanique d'un béton : le type du ciment, de l'adjuvant, de l'addition minérale et de la formule de composition du mélange.

L'utilisation des additions calcaire dans une formulation accélère la résistance mécanique du béton au jeune âge. Ces fillers defloculés par les superplastifiants, favorisent l'hydratation du ciment et forment une matrice cimentaire très dense [8].

Assie (2005) signale que la résistance à la compression, le retrait et les propriétés de transferts sont équivalents entre un béton autoplaçant et un béton vibré en comparant les résultats expérimentaux qu'il a obtenu avec les données bibliographiques [8].

L'incorporation de la fumée de silice avec un superplastifiant adéquat dans un mélange de BAP, améliore sa résistance à long terme et augmente sa compacité.

#### 5.2. Le retrait :

Le retrait est une variation dimensionnelle du béton en l'absence de chargement, du à l'élimination d'une partie de l'eau de gâchage et aux réactions d'hydratation des grains de ciment. Le siège du retrait se situé dans la pâte du ciment (Fig.6).



Fig. 6 : Phénomène du retrait [16].

Au moment du coulage, le béton est un mélange de particule en suspension. Pendant cette période, dite dormante, les réactions d'hydratation commencent et les premiers hydrates se forment. Le volume de ces hydrates étant inférieur aux réactifs, ce qui conduit à un retrait chimique appelé la contraction de Le Chatelier [104].

Avant le début de prise, le béton se trouve en phase plastique non cohésive. Pendant cette période, l'eau de gâchage n'est pas encore liée aux constituants du ciment, elle n'est retenue que physiquement et mécaniquement donc elle peut s'évaporer comme elle peut être absorbée par un coffrage en bois trop sec ou par des granulats poreux non humidifiés, et le béton subit une contraction volumique nommée retrait plastique qui est une déformation libre due à des phénomènes physico-chimiques (la gravité, les réactions d'hydratation, et les échanges thermiques avec l'extérieur) [42].

D'après Détriché (1996), ce retrait est d'origine exogène, la déformation engendrée se produit pendant un temps limité. Elle apparait dés que la surface d'exposition est exempte de l'eau de ressuage et son début coïncide avec le début de la prise qui est aussi la fin du ressuage. La fin de la période du retrait coïncide à peu près avec la fin de la prise [34].

A partir du début de prise, le volume des hydrates augmente et forme un squelette de plus en plus dense. Comme l'eau dans les pores ne peut pas compenser la diminution du volume, elle se transforme en vapeur ; ce qui engendre des tensions capillaires et par la suite, une compression du squelette rigide (retrait d'auto-dessiccation).

Après la prise, le béton subit trois types de retraits.

*Le retrait thermique :* Cette contraction se manifeste pendant un temps variant de quelques dizaines d'heures à quelques semaines après la mise en œuvre du béton. Elle est due au fait que les réactions d'hydratations du ciment sont fortement exothermiques. Ce retrait provoque l'élévation de la température au sein du béton et par la suite sa diminution jusqu'à la valeur initiale ; ce cycle est accompagné d'une expansion suivie d'une contraction [34].

*Le retrait endogène :* Contraction dû à l'hydratation du ciment, dit endogène parce qu'il est relié aux matériaux avec absence de tout échange d'eau avec l'extérieur. Connu sous le nom d'autodessication qui est une conséquence macroscopique de la contraction chimique qui augmente avec la diminution du rapport eau/ciment [43, 53].

Certains auteurs, Acher et *al.* (2004), ont annoncés que les bétons autoplaçants particulièrement ceux confectionnés avec la fumée de silice ont un retrait endogène plus important à celui des bétons ordinaires du fait que la taille moyenne des pores est réduite [1].

Le retrait de séchage : Est un retrait de dessiccation qui se développe à partir de la surface de l'élément de béton durci exposé à l'air ambiant, son intensité dépend de la réserve d'eau disponible dans le matériau après les réactions d'hydratation, et donc directement du rapport E/C et de l'hygrométrie ambiante. L'eau contenue dans les pores s'évapore vers le milieu ambiant et crée une contraction de l'élément en béton [53].

La cause principale du retrait de séchage est l'assèchement progressif de la pâte du ciment. Lorsqu'on abaisse graduellement le taux d'humidité on observe que certaines catégories de pores s'assèchent en premier [44, 46].

- Dès que l'humidité est inférieure à 100 %, c'est l'eau libre dans les grands pores capillaires (> 0,05 μm) qui commence à s'échapper (zone A) (Fig.7). Cette perte d'eau provoque relativement peu de retrait.
- Pour des taux d'humidité compris entre 50% et 90%, C'est l'eau non-libre qui s'évapore.
   Cette évaporation provoque un retrait important (zone B).
- Lorsque le taux d'humidité devient inférieur à 50%, l'eau adsorbée dans les petits capillaires commence à s'évaporée. Ce processus produit des tensions capillaires qui compriment les parois des pores et provoquent une diminution de volume de la pâte.
- Pour un taux d'humidité inférieur à 30%, l'eau zéolithique (interlayée, qui n'est pas chimiquement combinée dans les structures de C-S-H mais retenue entre ses feuillets) devient instable et commence à s'évaporer. 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 (retrait).



Fig. 7 : Relation entre la perte d'eau, l'humidité relative et le retrait de séchage de la pâte de ciment hydraté [46].

La synthèse du document présenté ici ne s'attache qu'au retrait de séchage. Ce type de retrait hydrique permet de différencier au mieux les BAP des BV et les différents BAP de formulations variées. En effet, la quantité élevée des BAP en pâte, les rend susceptible d'être les plus déformables. Cependant, les données de la littérature ont tendance à ce contredire ; et ce parce que les formulations comparées sont bien différentes.

Certains auteurs trouvent que les BAP sont les plus susceptibles d'être déformés. Et que ce retrait est plus faible quand le rapport G/S des BAP est plus élevé [41].



Fig. 8 : Comparaison des retraits de dessiccation d'un béton vibré et de cinq BAP [9]

Esping (2007) annonce que ce type de retrait est moins important dans les BAP que dans les bétons vibrés. En effet, augmenter le volume de la pâte pour une même quantité de l'eau et diminuer le rapport E/F réduit le retrait de séchage [44].



Fig. 9 : Retrait de dessiccation des BAP (SCC) et des bétons traditionnels de même rapport E/C [9].

```
Page 20
```

D'après Acher (2004), Comme le retrait de séchage dépend de la quantité de l'eau libre dans la pâte du béton, il est donc plus important dans les bétons ordinaires que dans les bétons autoplaçants [1].

Contrairement au retrait endogène, le retrait de séchage décroit avec la diminution du rapport E/C.



Fig. 10 : Taux d'évaporation d'eau d'un BAP avec différents E/C [44].

Vu l'utilisation des additions minérales dans les BAP, il est intéressent de connaitre leurs effets sur son retrait.

Les granulats retiennent le retrait de la pâte du ciment. Plus le volume de granulats est élevé, plus la stabilité dimensionnelle est importante. Une diminution de la taille maximale des gros granulats, qui a comme conséquence d'augmenter le volume de pâte, engendre un retrait de séchage important [15].

Le retrait d'un béton avec la fumée de silice est un peu plus important, généralement de 15 %, que celui d'un béton confectionné avec du ciment Portland seul [84].

Turcry et *al.* (2005) ont constaté que l'emploi des fillers calcaires dans un béton induit une augmentation de la compacité et par conséquent une baisse du transfert d'humidité donc du retrait de séchage [107].



Fig. 11 : Influence des fillers calcaires sur le retrait [107].

#### 5.3. Propriétés physico-chimiques et durabilité

La durabilité est généralement utilisée pour caractériser de façon très générale la résistance d'un béton face à l'attaque d'un agent agressif physique ou chimique. Elle dépend des facteurs qu'il n'est pas toujours aisé d'isolé : condition de mise en œuvre, compositions des différents constituants du béton (ciment, granulats, eau, adjuvants), âge du béton, conditions climatiques et le milieu dans lequel le béton est exploité.

Les facteurs influençant la durabilité peuvent être internes aux bétons comme la porosité, la perméabilité et la diffusivité, la fissuration, les réactions alcali-granulats et les ions sulfates internes ou externes, les ambiances hivernales (la répétition des cycles de gel dégel, l'action des sels de déverglace, formation de sels gonflants), les ambiances chimiquement agressives notamment le dioxyde de carbone, les eaux de pluies et de neiges, les eaux souterraines, les eaux de mer, les acides, les bases ainsi que toutes les solutions résultant de la dissolution de sels ou de gaz [18].

#### 5.3.1. La microstructure

La microstructure d'un BAP est souvent améliorée par le volume élevé de la pâte et la réduction de la taille des pores. Le bas rapport eau/poudre retenu pour assurer la maniabilité et l'emploi des additions minérales sont aussi responsable d'une grande partie de l'amélioration de la microstructure en diminuant la quantité de l'eau de ressuage [41].

#### 5.3.2. Résistance aux sulfates externes

L'attaque sulfatique externe recouvre l'ensemble des phénomènes de dégradation du béton dans lesquels l'agent agressif est l'ion sulfate  $SO_4^{2-}$  [12, 16, 94]. Ces sulfates peuvent être d'origine naturelle, biologique ou proviennent des pollutions domestiques et industrielles, qui autour d'une structure en béton constituent une menace pour sa durabilité. Leur concentration est habituellement assez faible ; elle varie en moyenne entre 0,01 et 0,05 % dans les sols secs. Toutefois, il est possible de trouver des valeurs beaucoup plus élevées (> 5 % dans le nord africain). La distribution des sulfates dans les sols n'est pas uniforme, il est nécessaire, avant toute construction en béton, d'entreprendre une étude locale sérieuse [12, 39, 46, 66, 96, 108].

Milieu	Agressivité	Dosage en SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> dans les solutions (mg/l)	Dosage en SO4 <sup>2-</sup> dans les sols (mg/l)	Choix du ciment	Dosage en ciment (Kg/m <sup>3</sup> )	E/C
Faiblement agressif	A1	250 - 600	0.24 - 0.6	Pas de recommandations particulières	/	/
moyennement agressif	A2	600 - 1500	0.6 - 1.2	CPA. CPJ. CLC. CHK. CHF	550/∛D	≤ 0.55
Fortement agressif	A3	1500 - 6000	1.2 - 2.4	CPA avec C3A $\leq$ 5%. CHF. CLK. CPJ aux cendres volantes, laitier ou pouzzolanes (C3A $\leq$ 5%). Ciment alumineux.	700/∛D	≤ 0.5
Très fortement agressif	A4	> 6000	> 2.4	Idem A3 + protections supplémentaires.	700/∛D	≤ 0.5

<u>**Tableau 1**</u>: Classification des environnements agressifs NF P 18 – 011.

L'attaque sulfatique est accompagnée d'une précipitation de produits sulfatés dits « secondaires », d'une expansion et d'une détérioration chimico-mécanique : perte de résistance, de cohésion et de porosité avec fissuration [31, 79, 89, 97]. Ce qui conduit à la ruine du matériau cimentaire suivant le processus suivant : [69, 89]

- Décalcification de la pâte du ciment (fig.3) et pénétration simultanée des ions SO4<sup>2-</sup>;
- Réaction des ions sulfates avec les composants de la pâte de ciment (Ca<sup>2+</sup>, aluminates) pour former le gypse puis l'ettringite (fig.3);
- Fissuration du béton par les pressions internes engendrées par les produits expansifs
- accentuant la pénétration des sulfates et provoquant la destruction progressive du béton.



Fig. 12 : Evolution des quantités cumulées d'ions OH<sup>-</sup> et Ca<sup>2+</sup> relâchés et de la minéralogie de la partie altérée pour une pâte de ciment par une solution sulfatée [69].

Les bétons attaqués par les sulfates ont un aspect blanchâtre et les dégradations démarrent généralement aux extrémités et aux coins des éprouvettes, puis la fissuration gagne progressivement toute la surface du béton jusqu'à ce qu'il devienne friable [84].

#### 5.3.2.1. Mécanisme d'attaque du sulfate de sodium

La dégradation des bétons sous le sulfate de sodium est due principalement à des phénomènes d'expansion en relation avec la cristallisation d'ettringite secondaire [2, 24, 31, 39, 91].

L'ettringite apparaît sous forme de fines aiguilles ou d'oursin lors de l'observation au microscope électronique à balayage (MEB) sur fractures de pâtes de ciment hydraté. Sa structure est formée d'aiguilles prismatiques dont le volume molaire est de 3 à 8 fois supérieur au volume du solide initial (qu'il s'agit du C<sub>3</sub>A ou du C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>) [13, 46].



Fig. 13 : Ettringite secondaire vue au microscope électronique à balayage [20].

Henri (1999), signale que les cristaux d'ettringite auront une grande surface spécifique et, en présence d'eau, gonfleront comme une éponge. Pour qu'il y ait expansion, il doit y avoir un apport d'eau provenant de l'extérieur du béton. L'eau adsorbée sur l'ettringite permet de la charger et ainsi créer des forces de répulsion. Le volume de l'ettringite gonflante sera de 3 à 8 fois plus grand et il y aura création de grandes forces de pression. L'ettringite secondaire se forme en aiguilles qui s'allongent par leur racine. Elles forment des sphères radiales. Lorsque les aiguilles entrent en contact avec les aiguilles d'une autre sphère, il y a expansion par pression [56].

D'après Regourd et *al.* (1982) et Bucea et *al.* (2005), l'attaque des ciments par les sulfates se fait par une expansion d'ettringite qui est localisée et qui entraîne une fissuration. Ces fissures sont dues à une pression créée par une ettringite mal cristallisée. L'ettringite apparaît en cristaux bien formés quand il y a suffisamment d'espace pour leur croissance [19, 92].

La formation de l'ettringite se résume en deux étapes :

a. La formation du gypse dit «gypse secondaire » par opposition au gypse primaire ajouté au ciment pour régulariser sa prise [46, 56, 91].

$$Ca(OH)_2 + Na_2SO_4 + 2H_2O \longrightarrow CaSO_4 \cdot 2H_2O + 2NaOH$$

- b. Les réactions entre le gypse secondaire et les aluminates de calcium C<sub>3</sub>A du ciment formant ainsi l'ettringite (ou le sel de Condlot)
  - 0 Soit à partir du reliquat de C3A anhydre suivant :

 $C_3A + 3 CaSO_{4.} 2H_2O + 26H_2O \longrightarrow C_3A. 3CaSO_{4.} 32H_2O$ 

 Soit à partir des aluminates hydratés C<sub>3</sub>A. CaSO<sub>4</sub>. 18H<sub>2</sub>O (monosulfoaluminates) suivant :

 $C_3A. CaSO_4. 18H_2O + 2Ca(OH)_2 + 2SO_4 + 12H_2O \longrightarrow C_3A. 3CaSO_4. 32H_2O$ 

 $\circ~$  Soit à partir de l'aluminate tétracalcique hydraté  $C_4AH_X$  suivant :

 $C_{3}A. Ca(OH)_{2}XH_{2}O + 2Ca(OH)_{2} + 3SO_{4} + 11H_{2}O \longrightarrow C_{3}A. 3CaSO_{4}. 32H_{2}O$ 

Les C-S-H ne sont pas directement affectés par le sulfate de sodium, mais sont néanmoins susceptible de se décomposés dans un deuxième temps par la lixiviation partielle de la chaux et la formation du gypse. [39, 72].

La thaumasite (calcium silicate carbonate sulfate hydrate) qui se forme généralement quand l'attaque sulfatique a lieu à des températures assez basses (entre 0 et 5°C), est le produit de réactions entre les C-S-H et les ions sulfates SO4<sup>2-</sup> et carbonates CO3<sup>2-</sup> suivant la réaction qui suit :

$$3CaO \cdot 2SiO2 \cdot 3H2O + 2CaCO3 + 2(CaSO4 \cdot 2H2O) + 24H2O 2 \longrightarrow$$

$$(CaO \cdot SiO2 \cdot CaCO3 \cdot CaSO4 \cdot 15H2O) + Ca(OH)2$$

La dégradation du béton liée à la formation de la thaumasite provient donc de la dégradation des C-S-H. Elle peut aussi se former à partir de l'ettringite et être associée à la formation de gypse. La probabilité de voir se produire ce type de dégradation augmente si des fillers calcaires sont utilisés dans le béton. Car ces matériaux sont essentiellement constitués de carbonate de calcium, et les ions carbonates interviennent dans les réactions de formation de la thaumasite [17].

#### 5.3.2.2. Additions minérales et durabilité des bétons sous les sulfates

Les additions minérales améliorent la résistance du béton aux sulfates. Cette amélioration est due à la diminution des aluminates et à la modification de la texture des hydrates qui deviennent plus compactes.

Les fumées de silice offrent une bonne protection contre l'agressivité des sulfates du fait de leur forte consommation en portlandite et de la structure compacte des silicates de calcium hydratés qu'elles forment. Son effet est double ; D'une part, elle réagit avec  $Ca(OH)_2$  et d'autre part, pour une même quantité de ciment au mettre cube (m<sup>3</sup>) de béton, les ciments composés contiennent moins de  $Ca(OH)_2$  que le ciment Portland. [84]

Les fillers calcaires sont susceptibles d'être employés dans les milieux sulfatés modérément agressifs mais à quantités limitées.

Les travaux sur la résistance des mortiers de fillers calcaire au sulfate de sodium ont montrés que la substitution par 10 à 40 % de carbonate de calcium à différentes finesses d'un ciment portland ordinaire, pouvait ralentir le phénomène d'expansion. Toutefois, l'effet bénéfique n'est que momentané et le degré d'altération des mortiers contenant les fillers finit par joindre celui des mortiers témoins.

Lee et *al.*, ont montrés, dans leur étude, que la substitution du ciment par un filler calcaire dans une formulation de béton diminue la résistance et la durabilité vis-à-vis des attaques des sulfates [71].

#### 5.3.2.3. Facteurs influençant l'attaque des sulfates

La chaux et le  $C_3A$  sont les plus vulnérables aux attaques des sulfates. Les premières réglementations, en matière de protection des ouvrages en béton contre cette attaque, recommandaient l'utilisation des ciments à faible teneur en  $C_3A$  et la réduction de la quantité de  $Ca(OH)_2$  dans la pâte du ciment hydraté en utilisant des ciments avec ajouts pouzzolaniques. [84, 89, 92].



Fig. 14 : Influence du dosage en ciment et de la teneur en C<sub>3</sub>A sur la dégradation des bétons [46].

La détérioration du béton par les sulfates dépend de nombreux paramètres liés aux matériaux et aux conditions d'exposition comme indiqué ci-après : [31, 37, 91,97]

- a. Les paramètres liés aux propriétés des matériaux : du type de ciment et d'addition minérale et de leurs dosages dans le béton, du rapport E/F et du degré d'hydratation du ciment ;
- Les paramètres liés aux propriétés des hydrates : structure des pores, perméabilité et comportement mécanique ;
- c. Les paramètres liés aux conditions d'exposition : type d'ion de sulfate, sa concentration et la durée et la température de l'exposition.

#### 5.3.3. Autres propriétés de durabilité

Dans beaucoup de situations, la durabilité d'un béton est directement liée à sa perméabilité. L'emploi de la fumée de silice contribue à l'augmentation de la compacité du béton. Cela diminue la pénétration des agents chimiques de la solution agressive du milieu environnant et l'augmentation de la durée de vie du béton. Les BAP, grâce à la fumée de silice, peuvent être employés dans des environnements à forte agressivité acide ou carbonatés. [102]

#### 6. Enjeux des BAP

Dans le passé, on a su fabriquer, pour faciliter la mise en œuvre des bétons très liquides, mais cela s'est toujours fait au détriment des qualités de résistance et de durabilité de ces bétons. Le béton autoplaçant ouvre, de ce point de vue, des perspectives totalement nouvelles en matière d'exécution d'ouvrages ou de réalisation des produits courants, de pompages à longue distance, de coffrage à formes complexes et de coulage d'éléments de grandes hauteurs [5].

L'utilisation d'un BAP s'avère plus économique qu'un béton ordinaire et ce malgré un surcoût de formulation lié à l'adjuvantation. Cependant, ces frais supplémentaires peuvent rapidement être compensés par simplification de la mise en œuvre, la réduction du délai d'exécution et la réduction des coûts de mains d'œuvres [14].

- Le BAP apporte un incontestable accroissement de sécurité sur le chantier et la disparition des nuisances acoustiques ;
- Les surfaces décoffrées sont très considérablement améliorées et permettent la suppression d'enduits avant l'application des peintures ;
- L'absence de la porosité de surface des BAP conduit à des gains de résistance aux salissures [5].
# Matériel et méthodes

Dans cette partie, on s'intéresse à la présentation des matériaux et des méthodes utilisées pour réaliser les différents essais expérimentaux de la recherche. Tous les essais sur les mortiers, les bétons frais et les bétons durcis ainsi que les méthodes de contrôle ont été effectuées suivant les normes Françaises et Algériennes en vigueurs.

Les premiers essais concernent l'étude des propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais afin d'estimer leurs fluidités et leurs ségrégations dynamiques et statiques (essais d'étalement au cône, d'écoulement à la boîte en L et de stabilité au tamis). Ensuite, divers essais relatifs aux domaines mécanique et physico-chimique ont été réalisés. Certains d'entre eux ont été exécutés à des échéances précises (résistance mécanique) alors que d'autres ont nécessité un suivi au cours du temps (retrait libre de dessiccation et attaque sulfatique externe).

Les matériaux employés dans ce travail seront présentés en détail dans la première partie de ce chapitre. Puis les essais mécaniques, qui ont servi pour déterminer les propriétés mécaniques instantanées et différées, et ceux utilisés pour estimer les caractéristiques physicochimiques (durabilité) seront explicités en deuxième partie. En dernier lieu vient les résultats avec leurs discussions.

## I. Caractérisation des matériaux

## 1.1. Origines des matériaux

# a. Le ciment

Deux ciments ont été utilisés pour formuler les différentes compositions :

- un ciment résistant aux sulfates CEM I 42,5 (NA443) provenant de l'ACC (Algerian Cement Company) de surface spécifique Blaine de 3000 à 3200 cm²/g et d'une masse volumique de 3000 kg/m<sup>3</sup>.
- un CEM II /A 42,5 de Ain El-Kebira de surface Blaine de 4000 cm<sup>2</sup>/g et de masse volumique de 3020 kg/m<sup>3</sup>.

*b. Le sable :* Un sable siliceux (sable lavé) de fraction 0/3 est utilisé pour tous les bétons et les mortiers de ce travail.

*c. Les graviers :* Deux classes granulaires de gravier sont employées dans ce présent travail, la fraction 3/8 et la fraction 8/15, provenant de la carrière SOMACOB d'Akbou.

## d. Les additions minérales

Deux additions minérales sont employées dans la formulation des mortiers et des bétons de ce présent document.

- Un filler calcaire de diamètre inférieur à 63µm issue de la poudre de ponçage du carrelage;
- Une fumée de silice, produite à l'usine SKW au Canada, de diamètre maximum inférieur à 1µm.

## e. L'adjuvant

L'adjuvant utilisé est MEDAFLUID SFR122 de type superplastifiant, haut réducteur d'eau, produit à base de polymères combinés. Ayant une densité de 1,2 et un pH de 6,6. Outre sa fonction principale, il présente comme effet secondaire un retard de prise. Il est utilisé pour la réalisation de tous bétons fluides et les bétons à un rapport E/C très faible (voir annexe A).

## f. L'eau de gâchage NF EN 1008

L'eau potable, celle utilisée pour tous les mélanges de ce travail, est considérée comme appropriée pour la fabrication du béton et ne nécessite aucun essai. Elle est présumée conforme aux exigences de la présente norme (NF EN 1008).

## 1.2. Prélèvement des matériaux

## 1.2.1. Prélèvement sur le tas NF P 18-851 et EN 932 - 1

Des prélèvements de taille à peu près égale doivent être effectués en différents points à différentes hauteurs ou profondeurs sur l'ensemble du stock. L'emplacement et le nombre de prélèvements doivent tenir compte de la manière dont le stock est construit, de sa forme et de la possibilité de ségrégation interne. Le prélèvement doit être fait à l'aide d'une pelle à main, d'une pelle ou d'une benne, au point le plus profond de chaque trou.

Le prélèvement d'un échantillon représentatif des granulats dans les stocks est effectué presque au hasard à condition que la masse minimale doit être telle que  $M \ge 9.\sqrt{D}$  (voir tableau N°2).

D	2 mm	5 mm	10 mm	20 mm	40 mm
M (Kg)	13	20	28	40	57

**<u>Tableau N°2 :</u>** Prélèvement d'un échantillon sur stocks.

La quantité de matériau nécessaire pour réaliser les essais est appelée échantillon qui doit être au minimum deux fois supérieure à celle strictement nécessaire pour effectuer l'essai. Sa masse est obtenue à partir du quartage de l'échantillon global tel que  $M \ge 2.D$  (voir tableau N°3).

<u>**Tableau N°3 :**</u> Masse de l'échantillon d'essai.

D	2 mm	5 mm	10 mm	20 mm	40 mm
M (Kg)	4	10	20	40	80

#### 1.2.2. Prélèvement au laboratoire NF P 18-553

Préparer un échantillon pour essai ou prise d'essai ou encore la masse de matériau soumise à l'essai s'effectue de deux manières différentes :

a) par quartage ou fractionnement manuel d'une quantité de matériau. Cette méthode est à utiliser lorsqu'on a des quantités de matériau importantes,

b) au moyen de diviseurs «échantillonneurs», appareils séparant en parties égales une quantité de matériau déterminée.

La préparation doit être réalisée avec un matériau légèrement humide pour éviter la perte des éléments fins. Si le matériau est sec, il faut l'humidifier légèrement de manière homogène et veiller à ce que la totalité de l'échantillon reçu soit récupérée de son emballage d'origine.

## 1.3. Analyse chimique des matériaux

L'analyse chimique des matériaux utilisés, réduits en poudre, est faite selon la méthode de diffraction des rayons X (Annexe F). Cette méthode permet de définir les différentes phases cristallines composant le matériau.

#### a. Analyse des ciments

Les compositions chimiques des deux ciments sont représentées dans le tableau ci-dessous.

Constituants	Ciment CEM II	Ciment CEM I
MgO	1.17	1.7
$SO_3$	2.05	1.9
Perte au feu	6.24	1.5
Résidus insolubles	2.64	0.7

<u>**Tableau N°4**</u>: Composition chimique des ciments utilisés.

De la composition chimique sus-citée, on constate une absence totale des alkalis K<sub>2</sub>O et Na<sub>2</sub>O qui peuvent saturer la solution interstitielle du béton ou du mortier. Cela élimine la chance de leur réaction avec les granulats pour donner naissance au gel gonflant par la réaction alcaligranulat.

Les compositions de Bogue des deux ciments, selon les fiches techniques données par l'ACC (Algerian Cement Company) et la cimenterie d'Ain El-Kebira, sont représentées dans le tableau ci-dessous :

<u>**Tableau N°5**</u>: Composition de Bogue des deux ciments.

Constituants (%)	CEM I 42,5	CEM II /A 42,5
C <sub>s</sub> S	57.00	61.34
C <sub>2</sub> S	19.00	17.54
C <sub>s</sub> A	3.00	5.59
C <sub>4</sub> AF	14.00	11.93

Comme indiqué ci-dessus, le ciment CEM I présente une quantité moindre d'aluminate tricalcique ( $C_3A$ ) par rapport au ciment CEM II, ce qui lui confère une résistance importante aux sulfates.

#### b. Analyse des additions minérales

La composition chimique des additions minérales est représentée dans le tableau suivant : <u>**Tableau N°6**</u>: Composition chimique des additions minérales [81, 102].

Composant (%)	Filler calcaire	Microsilice
$SiO_2$	0.5	92.1
$Al_2O_3$	0.0	0.25
$Fe_2O_3$	0.0	0.79
CaO	54.84	-
MgO	0.1	-
$\mathrm{SO}_3$	0.6	0.36
$Na_2O$	0.02	0.17
K <sub>2</sub> O	0.1	0.96

Les résultats de la diffraction des rayons X sont représentés par les figures 15 et 16 :



Fig. 15 : Diffractogramme du filler calcaire.

La figure 15 montre que le filler utilisé est de nature calcaire du fait du taux élevé en calcite qui est de 54,84 %, il est donc inerte, il ne réagit en aucun cas avec les grains de ciment ou avec les autre constituant du béton ou mortier.



Fig. 16 : Diffractogramme de la fumée de silice.

Le diffractogramme de la figure 16 illustre que la microsilice ne présente pas des pics, elle est donc de forme amorphe (silice amorphe), composée de 92.1 % de silice amorphe. Elle possède de ce fait une forte réactivité pouzzolanique.

# c. Analyses des granulats

Les résultats obtenus sont rapportés par les figures 17, 18 et 19 suivantes :



Fig. 17: Diffractogramme du sable 0-3.



Fig. 19 : Diffractogramme du gravier 8-15.

Les diffractogrammes des granulats présentés dans les figures 17, 18 et 19 montrent un taux élevé en quartz (SiO<sub>2</sub>). Les granulats sont donc siliceux. Ils comportent de la silice cristalline soluble, à vitesse lente, dans les milieux alcalins. Par conséquent, un risque de réactivité alcalisilice est à signalé. Cependant, ce problème est résolu du fait que les ciments, qui sont à l'origine

les responsables de la fourniture de la solution interstitielle alcaline, présentent une absence des alkalis.

Une légère proportion des alkalis (K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O) est aussi à remarquer. Synonyme d'une solution interstitielle à alcalinité faible. Le risque de la formation du gel calco-silico-alcalin gonflant, qui est connu sous le nom de réaction alcali-silice reste minime. On peut conclure que, l'altération interne n'est pas à craindre dans les bétons et les mortiers à formuler avec ces matériaux.

#### 1.4. Analyse granulométrique

#### 1.4.1. Analyse sédimentométrique

La distribution granulométrique des éléments fins est déterminée par une analyse sédimentométrique qui est une méthode complémentaire à l'analyse granulométrique par tamisage ; elle donne la répartition des éléments inférieurs à 0,1mm. Cette méthode est basés sur la loi de STOKES qui donne une relation entre la vitesse de décantation d'une particule sphérique dans un liquide et le diamètre de cette particule. Cette relation s'écrit comme suit :  $V = g. \frac{\rho s - \rho 0}{1.8\mu}. d^2$ 

V : Vitesse de décantation de la particule (cm/s).

- g : Accélération de la pesanteur  $(cm/s^2)$ .
- $\rho_s$ : Poids spécifique de la particule (KN/m<sup>3</sup>).
- $\rho_0$ : Poids spécifique du liquide de décantation (KN/m<sup>3</sup>).
- $\mu$ : Viscosité du liquide de décantation (poise =1g/cm/s).
- d : Diamètre de la particule (cm).

L'eau et les fines ayant passé au tamis de 0.1 mm sont recueillies et après décantation et passage à l'étuve jusqu'à dessiccation complète, le matériau est désagrégé. Ensuite, 80g de sol qui est mis en inhibition pendant 12 à 15 heures dans une solution de 500 cm<sup>3</sup> d'eau distillée additionnée à 60 cm<sup>3</sup> d'une solution défloculante d'hyxamétaphosphate de sodium à 5%. L'ensemble est mis à une agitation mécanique de 10000 à 12000 tr/ min pendant 3 minutes afin de bien séparer les grains. La suspension ainsi préparée est versée dans une éprouvette de 2 litres et complétée jusqu'au remplissage d'eau distillée. La suspension est ensuite agitée manuellement et après juste la fin de l'agitation, le chronomètre est déclenché, c'est le début de la sédimentation. Des mesures au densimètre sont effectuées à : 30 s, 1 min, 2 min, 5 min, 10 min, 20 min, 40 min, 80 min, 4 h et 24 h. Les distributions granulométries des éléments fins sont représentées dans le tableau N°7.

Diamètre	Passants (%)				
(µm)	Ciment CEM II	Ciment CEM I	Filler calcaire	Microsilice	
80	100	100	100	100	
77	98	96	96	100	
55	94	92	92	100	
38	82	84	76	100	
25	62	56	28	100	
17	22	8	24	100	
12	3	4	20	100	
8	3	4	16	100	
6	3	2	12	100	
4	2	2	8	100	
3	2	1	4	100	
1	2	1	4	100	
0.6	0	0	0	96	
0.4	0	0	0	80	
0.2	0	0	0	28	
0.15	0	0	0	8	
0.1	0	0	0	0	

Tableau N°7: Analyse granulométrique des éléments fins.

Les courbes granulométriques des différents éléments fins utilisés dans ce travail sont représenté es dans les figures suivantes :



Fig. 20 : Courbe granulométrique des ciments.



Les ciments CEMII et CEMI, employés dans le présent travail, possèdent des distributions granulométriques très semblables avec une lègère grosseur du ciment CEMI.

Fig. 21 : Courbe granulométrique du filler calcaire



Fig. 22 : Courbe granulométrique de la microsilice

Des deux figures ci-dessus, on voit clairement que la microsilice est une poudre ultra fine, elle ne dépasse pas  $1\mu m$  de diamètre. Le filler calcaire, par contre, possède une distribution granulométrique assez grossière, il est donc comparable au ciment.

#### 1.4.2. Analyse granulométrique par tamisage NF P 18 – 560 et NF EN 933 - 1

L'analyse granulométrique consiste à fractionner un matériau en différentes coupures au moyen de tamis. Les masses des différents refus (ou des tamisats) sont rapportées à la masse initiale du matériau, les pourcentages ainsi obtenus sont exploités sous forme d'une courbe granulométrique.

L'essai s'effectue sur deux échantillons l'un de masse  $M_1h$ , échantillon permettant de déterminer la masse sèche de l'échantillon soumis à l'essai, l'autre de masse Mh, échantillon soumis à l'essai. Le séchage à l'étuve de  $M_1h$  jusqu'à une masse  $M_1S$ .

La masse sèche MS de l'échantillon soumis à l'analyse granulométrique est calculée de la manière suivante : MS= Mh.  $\frac{M_{1S}}{M_{1h}}$ 

L'échantillon (Mh) est lavé sur un tamis correspondant à l'eau courante à la plus petite maille de la colonne des tamis utilisés lors du tamisage, le matériau est correctement lavé quand l'eau s'écoulant sous le tamis est claire, ensuite le refus récupéré et séché jusqu'à masse constante  $M_{S1}$ .Cette masse  $M_{S1}$  est versée sur une colonne de tamis à mailles décroissantes du haut de la colonne vers le bas, Les refus sur les tamis sont pesés et calculés. Le module de finesse Mf est égal à 1/100 de la somme des refus totaux, exprimés en pourcentage, sur les déférents tamis.

Les résultats des analyses granulométriques du sable 0/3, des graviers 3/8 et 8/15 sont représentées dans les tableaux suivants :

	Masse nette de l'échantillon soumis à l'essai égale à 1532 grs				
Ouverture des	Masses des refus	Pourcentages des	Pourcentage des tamisats		
tamis (mm)	cumulés (grs)	refus cumulés (%)	cumulés (%)		
5	5	0,33	99,67		
2,5	176	11,49	88,51		
1,25	553	36,1	63,9		
0,63	830	54,18	45,82		
0,315	1100	71,8	28,2		
0,16	1312	85,64	14,36		
0,08	1452	94,78	5,22		
Fond du tamis	1532	100	0.00		

Tableau N°8: Analyse granulométrique du sable 0/3.

Module de finesse (NF P 18-40):

MF =1/100 $\Sigma$  Refus cumulés en % des tamis {0.16 - 0.31 - 0.63 - 1.2 - 2.5 - 5}

MF = 2,59

D'près la norme XP P18- 540 et du point de vue finesse, le sable est classé en catégorie  $MF_B$  (Li 1.8 ; Ls 3.2). Finesse acceptable.

	Masse nette de l'échantillon soumis à l'essai égale à 2888 grs				
Ouverture des	Masses des refus	Pourcentages des	Pourcentage des		
tamis (mm)	cumulés (grs)	refus cumulés (%)	tamisats cumulés (%)		
10	12	0,41	99,59		
8	63	2,2	97,8		
6,3	483	16,86	83,14		
5	1092	38,2	61,8		
2,5	2640	92,37	7,63		
1,25	2732	95,59	4,41		
Fond du tamis	2888	100	0.00		

**<u>Tableau N°09</u>**: Analyse granulométrique du gravier 3/8.

Tableau N°10: Analyse granulométrique du gravier 8/15.

	Masse nette de l'échantillon soumis à l'essai égale à 3138 grs				
Ouverture des	Masses des refus	Pourcentages des	Pourcentage des		
tamis (mm)	cumulés (grs)	refus cumulés (%)	tamisats cumulés (%)		
16	76	2,42	97,58		
12,5	874	27,85	72,15		
10	1718	54,74	45,26		
8	2472	78,77	21,23		
6,3	2988	95,21	4,79		
5	3070	97,83	2,17		
2,5	3122	99,49	0,51		
Fond du tamis	3138	100	0.00		



Les courbes granulométriques des granulats sont données dans la figure ci-dessous.

Fig.23 : Courbes granulométriques des granulats utilisés.

La courbe granulométrique du sable 0/3 rentre dans la zone délimitée par les flux de limite supérieure et inférieure. Il est donc de bonne distribution granulométrique. Les graviers 3/8 et 8/15 possèdent des courbes continues.

## 1.5. Coefficient d'aplatissement NF P 18 – 561 et NF EN 933-3

Selon leurs origines, leurs natures et leurs modes d'élaboration, les granulats peuvent avoir des formes sphériques, cubiques, plates ou allongées. Ces caractéristiques, ainsi que l'état de surface des grains influent sur l'aptitude à la mise en place du béton frais, sa tenue au démoulage immédiat et la résistance mécanique du béton durci.

La forme d'un élément est définie par trois dimensions principales :

*Longueur L*: Le plus grand écartement d'un couple de plans tangents parallèles.

*Epaisseur E*: Le plus petit écartement d'un couple de plans tangents parallèles.

Grosseur G: Dimension de la maille carrée minimale à travers laquelle passe l'élément.

Le coefficient d'aplatissement permet de caractériser la forme des granulats dont la dimension est comprise entre 4 et 80 mm et de suivre la régularité des fournitures de gravillons. Un gravillon de forme défavorable (plate ou allongée) présente un coefficient d'aplatissement élevé (20 à 40 %). Un gravillon de forme favorable (sphérique, cubique, nodulaire) présente un coefficient d'aplatissement généralement compris entre 5 et 20 %.

L'essai consiste à effectuer deux (02) tamisages successifs :

- un tamisage sur tamis permet de classer l'échantillon en différentes classes granulaires d/D (d étant la dimension minimale des plus petits éléments en mm, D (D = 1,25 d) étant la dimension maximale des plus gros éléments en mm),
- un tamisage des différentes classes granulaires d/D, sur des grilles à fentes parallèles d'écartement :  $D/_{2}$

L'échantillon doit être préparé suivant les prescriptions de la norme P 18-553. La masse M (en kilogrammes) de l'échantillon pour essai doit être supérieure à 0.2D. Il est passé sur un tamis de 4 mm, la masse Mo du refus est déterminée avec une précision relative de 0,1 %.

Le coefficient d'aplatissement représente le pourcentage d'éléments d'un granulat tel que :

$$\frac{G}{E} > 58.1$$

Le coefficient d'aplatissement de chaque classe granulaire d/D correspond au passant du tamisage sur la grille à fentes d'écartement d/1.58 (ou D/2), exprimé en pourcentage. Qui est donné par :  $M_{-1}$ 

$$A_i = \frac{M_{ei}}{M_{gi}} \ 100$$

 $M_{gi}$ : Masse de chaque classe granulaire d/D, en grammes.

 $M_{ei}$  : Masse des éléments de chaque classe granulaire d/D passant sur la grille correspondante

Le coefficient d'aplatissement global de l'échantillon est égal à la somme pondérée des coefficients d'aplatissement des différentes classes granulaires d/D composant l'échantillon :

$$A = \frac{\sum M_{ei}}{M} 100 \qquad , \qquad M = \sum M_{gi}$$

Les résultats obtenus sont illustrés dans les tableaux suivants :

Tamisage sur t	amis	Tamisage sur grilles		les	
Classes granulaires d/D	$\mathbf{M}_{^{\mathrm{gi}}}\left( \mathrm{g} ight)$	Ecartement des grilles (mm)	Passants M <sub>ei</sub> (g)	$A_i = \frac{M_{ei}}{M_{gi}} .100$	
10 - 12,5	13	6,3	3	23	
8-10	32	5	9	28	
6,3 - 8	480	4	115	24	
5 - 6,3	631	3,15	96	15	
4 - 5	1155	2,5	180	16	
$M = \sum M_{gi} = 2311$		$\sum M_{ei} = 403$			
$M_0 = 2350 \qquad \qquad \sum M_{gi} = 3479 g > 0,98 x 2350 = 2303 G$					
$A = \frac{\sum_{i=1}^{n} M_{ei}}{M} 100 = 17$					

<u>**Tableau N°11**</u>: Coefficient d'aplatissement du gravier 3/8.

Tamisage sur t	amis	Tamisage sur grilles		S	
Classes granulaires d/D	$\mathbf{M}_{^{\mathrm{gi}}}\left( \mathrm{g} ight)$	Ecartement des grilles (mm)	Passants $\mathbf{M}_{ei}(\mathbf{g})$	$\mathbf{A_i} = rac{\mathbf{M_{ei}}}{\mathbf{M_{gi}}}$ .100	
16-20	64	10	20	31	
12,5 - 16	967	8	170	18	
10 - 12,5	1123	6,3	222	20	
8 - 10	835	5	202	24	
6,3 - 8	475	4	126	27	
5 - 6,3	50	3,15	12	24	
4 - 5	22	2,5	4	18	
$M = \sum M_{gi} = 3536$			$\sum M_{ei} = 756$		
$M_0 = 3550 \qquad \sum M_{gi} = 3479g > 0,98 \text{ x } 3550 = 3479g$					
$\mathbf{A} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \mathbf{M}_{ei}}{\mathbf{M}} 100 = 21$					

Tableau N°12: Coefficient d'aplatissement du gravier 8/15.

Les catégories des granulats en fonction de leurs coefficients d'aplatissements sont comme suit [XP P 18 - 540]:

Tableau N°13: Classement des granulats suivant leurs coefficients d'aplatissement.

Echantillon	Coefficient d'aplatissement (A)	Valeur spécifique supérieure	Catégorie
3/8	17 %	20	A <sub>A</sub>
8/15	21 %	30	$A_B$ et $A_C$

Les graviers étudiés ont des coefficients d'aplatissement acceptables (17% pour la 3/8 et 21% pour la 8/15), donc les graviers sont de forme favorable et peuvent être utilisés pour la formulation des bétons désirés.

#### 1.6. Masse volumique NF P 18 - 554, NF P 18 - 555 et NF P 18 - 558

#### 1.6.1. Masse volumique absolue

La masse volumique absolue est la masse par unité de volume du granulat sans tenir compte des vides entres les grains.

Deux méthodes sont optées pour déterminer la masse volumique d'un matériau. Le volume absolu d'une masse connue de matériaux est mesuré par déplacement d'un volume de liquide, couramment, c'est l'eau qui est utilisée. En fonction de la précision recherchée et de la nature du granulat, on distingue la méthode dite de l'éprouvette et la méthode au pycnomètre.

#### a) Méthode de l'éprouvette

Cette méthode consiste à mettre dans une éprouvette graduée un volume d'eau  $(V_1)$  et verser une masse (M) d'un échantillon sec en prenant soin d'éliminer aussi bien que possible les bulles d'air. Ensuite relever le nouveau volume  $(V_2)$  et calculer la masse volumique par la relation :

 $\rho_s = M / (V_2 - V_1)$ . Répéter 3 fois la manipulation et calculer la moyenne.

La masse de chaque prise d'essai de la classe granulaire 8/15 est prise égale à 200g, celle de la 3/8 et de la 0/3 égale à 150g et celle de l'eau dans l'éprouvette à 200 cm<sup>3</sup>; Les résultats obtenus sont comme suit :

Echantillons		Volumes V2 (cm³)	masses volumiques absolues ρs (g/cm³)	ρs moyennes (g/cm³)
	1	275	2.76	
8/15	2	274	2.7	2.69
	3	275	2.67	
	1	264	2.42	
3/8	2	264	2.38	2.4
	3	263	2.41	
	1	260	2.5	
0/3	2	260	2.5	2.5
	3	260	2.5	

Tableau Nº14: Masses	s volumiques	absolues des	granulats par	la méthode de l'éprouvette.
----------------------	--------------	--------------	---------------	-----------------------------

# b) *Méthode au pycnomètre*

Soit  $M_1$  et  $M_2$  les masse d'un pycnomètre sec vide et remplie d'eau respectivement, et  $M_3$  la masse de l'échantillon soumis à l'essai. Introduire la prise d'essai dans un pycnomètre vide de sorte que le volume occupé par l'échantillon soit de trois quart (75 %) du volume du pycnomètre. Compléter avec l'eau jusqu'au remplissage du pycnomètre et fermer le bouchon soigneusement pour éliminer toutes les bulles d'air. Peser ensuite le pycnomètre, soit  $M_4$  sa mase.

La masse volumique absolue est donc déterminée par la relation :  $\rho S = \frac{M_3 - M_1}{(M_2 - M_1) - (M_4 - M_3)}$ 

La masse du pycnomètre vide  $M_1 = 59.15$ g.

La masse du pycnomètre remplie d'eau  $M_2 = 161.20g$ .

Les résultats des différentes prises d'essais sont les suivants :

<u>**Tableau Nº15**</u>: Masses volumiques des fines.

Echantillons		Masses M₅ (g) Pyc + Ech	M₄ (g)Pyc + Ech + Eau	Masses volumiques absolues ρs (g/cm³)	ps moyennes (g/cm³)
	1	69.42	168.09	3.03	
CEM II	2	69.15	167.95	3.07	3.02
	3	69.39	167.99	2.97	
	1	126.21	205.75	2.98	
CEM I	2	134.34	211.49	3.02	3.00
	3	121.54	202.86	3.00	
	1	118.14	190.16	2.07	
Fumée de silice	2	118.9	193.51	2.17	2.15
	3	115.22	192.06	2.22	
	1	10.1	167.51	2.66	
Filler calcaire	2	69.31	167.42	2.58	2.62
	3	69.5	167.61	2.63	

Les masses volumiques des deux ciments sont très proches tandis que celles des additions minérales sont assez différentes.

#### 1.6.2. Masse volumique apparente (ou en vrac)

La masse volumique apparente est la masse d'une unité de volume d'un matériau en vrac (vides compris).

L'essai consiste à peser un récipient vide de masse M et de volume connu V, ensuite verser à l'intérieur le matériau, après quartage et étuvage, par couches horizontales successives en le répartissant sur toute la surface et sans tassement jusqu'au débordement du récipient, formation d'un cône. Araser avec soin à l'aide d'une réglette plate la couche débordante. Peser le récipient plein, soit M' sa masse. Effectuer au moins 3 mesures et faire une moyenne.

La masse volumique est donc calculée suivant la formule :  $\rho p = \frac{M - M}{V}$ 

La masse du récipient vide et son volume sont : M = 9746g et  $V = 6400 \text{ cm}^3$ .

Les masses volumiques apparentes obtenues sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Echantillons		<b>M'</b> (g)	M' - M (g)	Masses volumiques apparentes ρp (g/cm³)	ρp moyennes (g/cm³)
	1	18604	8858	1.38	
8/15	2	18676	8930	1.39	1.38
	3	18592	8846	1.382	
	1	18106	8360	1.306	
3/8	2	18044	8298	1.296	1.29
	3	17998	8252	1.289	
	1	19782	10036	1.568	
0/3	2	19848	10102	1.578	1.56
	3	19814	10068	1.573	

Tableau N°16: Masses volumiques apparentes des granulats.

# 1.7. Compacité des granulats

L'essai a pour but de mesurer la compacité d'une fraction granulaire de masse déterminée lorsqu'elle est soumise, dans un cylindre, à une sollicitation mécanique définie conventionnellement.

L'essai consiste à placer un échantillon de granulats dans un moule sous la contrainte d'un piston, et à appliquer à l'ensemble des secousses mécaniques provoquant un réarrangement des grains, et donc un compactage de l'échantillon. La mesure réalisée est alors celle de la masse volumique apparente de l'échantillon, qui permet d'en calculer la compacité [68].

La masse globale de l'échantillon envoyé au laboratoire doit être au minimum égale à 30 Kg, qui est réduite à la dimension de la prise d'essai conformément à la norme NF EN 932–2. L'essai est effectué sur deux éprouvettes, la prise d'essai, dans chaque éprouvette, à une masse de 7 Kg  $\pm$ 3g.

## a. *Conduite de l'essai*

# Vérification de la profondeur à vide

Fixer le moule, cylindre creux en acier d'une profondeur de  $600 \pm 10$  mm, d'un diamètre intérieur de  $160 \pm 2$  mm et d'épaisseur d'au moins 4 mm), sur une table à secousses. Le nettoyer soigneusement.

Descendre le piston, un cylindre en acier plein de diamètre égal au diamètre intérieur du moule moins 1 mm et de masse 20 Kg, au fond du moule vide en s'assurant que la descente est complète. Ensuite, mesurer la distance entre le sommet du moule et le sommet du piston. Cette mesure est effectuée en deux points symétriques. Les lectures de profondeurs sont faites à 0,1 mm près. Noter les deux valeurs lues Hv1 et Hv2.

Calculer la profondeur moyenne Hv (en cm). Enfin, retirer le piston.

## Mise en place de l'échantillon et lecture des profondeurs

Diviser la première prise d'essai en trois parties de masses à peu près équivalentes, verser une première fraction dans le moule et appliquer 20 secousses (environ 2 par seconde) et répéter cette opération avec la deuxième, puis la dernière fraction. Descendre le piston dans le moule et le poser sur les granulats et appliquer 40 nouvelles secousses.

Mesurer la distance entre le sommet du moule et le sommet du piston. Cette mesure est effectuée en deux points symétriques (les lectures de profondeurs sont faites à 0,1 mm près). Noter les valeurs lues Hc1 et Hc2 et calculer leur moyenne Hc (cm).

Enlever le piston et vider le moule. Nettoyer soigneusement l'ensemble, puis refaire les mêmes procédures avec la seconde éprouvette.

## b. Expression des résultats

## Le volume apparent du matériau

Le volume apparent occupé par le matériau en fin d'essai est calculé par la formule suivante :

 $V(cm^3) = S \times h$  avec :  $S = \pi D^2/4$  (D = diamètre du cylindre en cm)

$$H(cm) = Hv - Hc.$$

## Calcul de la compacité :

Pour chaque éprouvette, la compacité est calculée selon la formule :

 $C = \rho_a / \rho_{rd} \qquad {\rm avec} \ \ \rho_{rd} : {\rm masse \ volumique \ r\'eelle \ au \ sens \ de \ la \ norme \ (g/cm^3),}$ 

 $\rho_a$  : masse volumique apparente du matériau, calculée suivant :

 $\rho_a = M \; / \; V \qquad \text{avec } M: \text{masse de l'échantillon} \; (g)$ 

V = volume mesuré (cm<sup>3</sup>).

La compacité retenue dans l'essai est la valeur moyenne des compacités obtenues sur les deux éprouvettes.

Les résultats obtenus pour les différents granulats sont donnés dans le tableau suivant :

		Dimens	sions du cylin	ndre			
$\Phi = 16 \text{ cm}$	$\Phi = 16 \text{ cm}$ $H_{V1} = 30,5 \text{ cm}$				$II_{(am)} = 20.45$		
$S = \pi \Phi^2/4 = 20$	1,06 cm <sup>3</sup>	$H_{V2}=3$	30,4 cm	TTV (CIII)	- 30,43		
	h	auteurs des	matériaux a	près essai			
Fehantillon	-	Eprouvette A	1		Eprouvette H	3	
Echantmon	H <sub>C1</sub>	$H_{C2}$	H <sub>CA</sub>	H <sub>C1</sub>	H <sub>C2</sub>	H <sub>CB</sub>	
0/3	23,16	22,86	23,01	23,26	23,16	23,26	
3/8	6	6,2	6,1	7,7	7,4	7,55	
8/15	5,9	6	5,95	6,15	6,25	6,2	
		Calcul	de la compa	cité			
	-	Eprouvette A	L	Eprouvette B			
		Masse			Masse		
Echantillon	Volume $V_{\rm A}$	volumique	Compacité	Volume $V_B$	volumique	Compacité	
		apparente	CA		apparente	CB	
		$\rho_a = M/A$			ρb		
0/3	2507,22	1,197	0,83	2478,06	1,21	0,8	
3/8	4895,811	1,429	0,595	5604,274	1,52	0,633	
8/15	4925,97	1,42	0,84	4875,705	1,435	0,849	
		Compaci	té C= (C <sub>A</sub> + $C$	$C_{\rm B})/2$			
$C_{0/3} = 0,82.$							
	$C_{s/s} = 0,61.$						
	$C_{8/15} = 0,84.$						

<u>**Tableau N°17**</u>: Résultats de la compacité obtenus pour les différents granulats.

## 1.8. Propreté superficielle NF P 18 - 591:

Les granulats doivent présenter une propreté satisfaisante. En effet, s'ils sont enrobés par une quantité excessive d'éléments fins, généralement argileux, ceux ci empêchent une bonne adhérence de la pâte liante, entraînant ainsi une chute des résistances mécaniques et des variations de propriétés rhéologiques du mélange. La propreté superficielle est définie comme étant le pourcentage pondéral de particules de dimensions inférieures à 0.5 mm adhérentes à la surface ou mélangées à un granulat de dimension supérieure à 2 mm.

L'essai consiste à préparer deux échantillons de la prise d'essai suivant les prescriptions de la norme NF P 18-553 : Un de masse  $M_{1h}$ , dessèché à l'étuve à 105°C jusqu'à masse constante pour déternimer la masse sèche de la prise d'essai, soit  $M_{1S}$  telle que :  $M_S = \frac{M_{1S}}{M_{th}}M_h$ 

Un autre de masse  $M_h$ , tamisé sous l'eau sur un tamis de 0,5 mm jusqu'à ce que l'eau qui s'écoule soit claire. Récuperer le refus, le sècher à l'étuve à 105°C, le tamiser à nouveau sur un tamis de 0,5 mm pendant environ une minute et le peser, soit m' sa masse sèche.

La masse sèche des élément inférieurs à 0,5 mm est donc m = Ms - m'.

La propreté superficielle est donnée par :

$$P = \frac{m}{M_S} 100$$

La propreté superficielle des graviers est donnée dans le tableau 18 :

Tableau Nº18	: P	ropreté	supe	erficielle	des	graviers ut	ilisés.
	_					0	

Désignation	Echanti	llon 3/8	Echantillon 8/15	
Etat de l'échantillon	Desséché à 105°C ±5°C	Tamisé sous eau à 0,5 mm	Desséché à 105°C ±5°C	Tamisé sous eau à 0,5 mm
Masse humide (g)	$M_{1h} = 2862$	$M_{\rm h} = 3170$	$M_{1h} = 3143$	Mh = 3572
Masse sèche (g)	$M_{1S} = 2858$	M' = 3010	$M_{1S} = 3138$	M' = 3554
Masse sèche de l'échantillon soumis à l'essai (g)	$M_{\rm S} = \frac{M_{\rm 1S}}{M_{\rm 1h}} M_{\rm h} = 3165,57$		$M_{\rm S} = \frac{M_{\rm 1S}}{M_{\rm 1h}} M_{\rm h} = 3566,32$	
Masse sèche des inférieurs à 0,5 mm (g)	$m = M_S - m' = 155,57$		$m = M_S - m' = 12,32$	
propreté superficielle $P = \frac{m}{M_S} 100$	P = 4,5 %		P = 0,35 %	

La valeur spécifique supérieure Vss d'après la norme XP P 18 - 540 est de 1,5.

P(3/8) est de 4,5 > 1,5

----->

gravier pollué (lavage obligatoire).

P(8/15) est de 0,35 < 1,5

gravier propre.

#### 1.9. Propreté du sable

#### 1.9.1. Equivalent de sable à 10% de fines NF P18-597

L'essai d'équivalent de sable rend compte globalement de la quantité des éléments fins contenus dans le sable, en exprimant un rapport entre eux. Les éléments sableux, éléments grenus, non floculant sédimentent au fond de l'éprouvette. Les fines, éléments formants le floculat restent en suspension dans la solution. Cet essai indique le degré de pollution du sable. Plus l'équivalent de sable est élevé, moins le matériau contient d'éléments fins nuisibles.

#### Détermination de la teneur en eau

Tamiser le matériau humide sur le tamis de 2 mm. Le 0-2 mm obtenu est alors mis à l'étuve, puis en atmosphère ambiante pour l'amener à une teneur en eau comprise entre 1 % et 3 %.

Préparer quatre échantillons suivant les prescriptions de la norme NF P 18-553 : un pour la détermination de la teneur en eau (w), un pour la préparation du sable correcteur et la détermination de la teneur en fines et deux pour la préparation des échantillons d'essai.

À partir du premier échantillon, déterminer la teneur en eau w (%) sur deux prises de 100 à 200g.

#### Détermination de la teneur en fines et préparation du sable correcteur

Le deuxième échantillon de masse  $Mh_2$  est tamisé sous l'eau sur le tamis de 0,08 mm. Les retenus sont ensuite séchés et pesés pour déterminer la teneur en fines f (%) du sable, ce refus servira de sable correcteur. Si  $m_s$  est la masse de ce refus à 0,08 mm :

$$f = 100 - \frac{ms (100+W)}{Mh_2}$$

La masse  $m_{sc}$  du sable correcteur (refus sec à 0,08 mm) à ajouter pour la préparation d'un échantillon pour essai est donnée par la formule :  $m_{sc}=120 - \frac{1200}{f}$ 

#### Préparation des échantillons pour essai

Si f est inférieur à 11 %, il n'y a pas lieu d'utiliser du sable correcteur et l'essai s'effectue directement sur le troisième et le quatrième échantillon à leur teneur en fines d'origine.

La masse de chaque échantillon pour essai est alors égale à :  $M\acute{e}ch = 120 (1 + \frac{W}{100})$ 

Si f est supérieure à 11%, la masse est prise égale à :  $\frac{1200}{f} (1 + \frac{W}{100})$ 

Cette masse est augmentée par une quantité de sable correcteur sec  $m_{sc}$ ; et la masse finale de chaque échantillon d'essai est prise égale à : Méch =  $msc + \frac{1200}{f}(1 + \frac{W}{100})$ 

#### Conduite de l'essai

La solution lavante a été siphonnée dans l'éprouvette cylindrique jusqu'au trait repère inférieur, le matériau de masse sèche de 120 g  $\pm$  1 g est versée soigneusement à l'aide d'un entonnoir dans l'éprouvette posée verticalement. Frapper à plusieurs reprises la base de l'éprouvette sur la paume de la main pour déloger les bulles d'air et favoriser le mouillage de l'échantillon. Laisser reposer dix minutes. Ensuite, boucher l'éprouvette à l'aide du bouchon de caoutchouc, puis fixer l'éprouvette sur un agitateur électrique. Faire subir à l'éprouvette 90 cycles ± 1 cycle pendant  $30 \text{ s} \pm 1 \text{ s}$ . Oter le bouchon et le rincer au-dessus de l'éprouvette. En descendant le tube laveur dans l'éprouvette, rincer les parois avec la solution lavante, puis enfoncer le tube jusqu'au fond de l'éprouvette. Laver le sable pour faire remonter les éléments argileux, tout en maintenant l'éprouvette en position verticale. Laisser reposer pendant 20 min  $\pm$  10 s. Mesurer après ce temps, à l'aide du réglet la hauteur h1 du niveau supérieur du floculat par rapport au fond de l'éprouvette. Descendre doucement le piston taré dans l'éprouvette, jusqu'à ce qu'il repose sur le sédiment. Pendant cette opération, le manchon coulissant prend appui sur l'éprouvette. Lorsque l'embase du piston repose sur le sédiment, bloquer le manchon coulissant sur la tige du piston. Introduire le réglet dans l'encoche du manchon, faire venir buter le zéro contre la face inférieure de la tête du piston. Lire la hauteur du sédiment h2 au niveau de la face supérieure du manchon. Arrondir les hauteurs h1 et h2 au millimètre le plus proche.



Fig. 24 : Essai équivalent du sable.

Les résultats de calcul de l'équivalent de sable sont récapitulés dans les tableaux ci-dessous : <u>**Tableau N°19:**</u> La teneur en eau du sable 0/3.

Echontillon	Masse	Masse	Teneur en	Teneur en eau
Echantinon	humide (g)	sèche (g)	eau (%)	moyenne (%)
1	130	126	3,17	3.1
2	145	140,72	3,04	~ , -

**Tableau N°20:** La teneur en fines du sable 0/3.

Echantillons de sable	Masses (g)	Teneur en fines (%)
Echantillon humide $(M_{h_2})$	200	8.73
Echantillon sec (ms)	177,05	5,10

La teneur en fines du sable est de 8,73 % inférieure à la valeur préconisée par la norme, le sable va être employé avec sa teneur en fine d'origine sans avoir recours à l'utilisation du sable correcteur.

Tableau N°21: Résultats de l'essai d'équivalent de sable.

Eprouvette	h1	h2	h2 <sup>°</sup>	ESV	ESP
1	11.75	9.55	8.7	80.85	74.04
2	12.4	9.6	8.58	77.42	69.19
3	12	9.5	8.95	79.17	74.58
ES moyen (%)				79.15	72.6

<u>**Tableau N°22:**</u> Comparaison des résultats à la norme EN 933 – 8.

ESV	ESP	Qualité
$\mathrm{ESV} < 65$	ESP < 60	Sable argileux
$65 \le \text{ESV} < 75$	60≤ ESP< 70	Sable légèrement argileux
75≤ ESV< 85	$70 \le \text{ESP} \le 80$	Sable propre
$ESV \ge 85$	$ESV \ge 80$	Sable très propre

D'après la norme XP P 18- 540, le sable est de catégorie  $PS_A$  (Vsi est de 60).

L'équivalent de sable du matériau utilisé est très satisfaisant, donc le sable étudié peut être convenablement utilisé pour formuler les mortiers et les bétons autoplaçants.

#### 1.9.2. Essai au bleu de méthylène (méthode à la tâche) NF P 18- 592

L'essai au bleu vient compléter l'essai d'équivalent de sable ; effectué sur la fraction 0/2 mm. Cet essai permet de distinguer les différents types d'argiles contenus dans le sable. Le bleu de méthylène étant adsorbé préférentiellement par les Montmorillonites (argiles gonflantes) et les matières organiques alors que l'Illite et la Kaolinite sont très peu sensibles au bleu.

Le principe de l'essai consiste à contrôler l'adsorption du bleu de méthylène injecté dans un bain aqueux contenant la prise d'essai, en observant le comportement d'une goutte de suspension sur une feuille de papier filtre. La tache ainsi formée, se compose d'un dépôt central du matériau coloré du bleu entourée d'une zone humide incolore ou bleu selon que le test est négatif ou positif respectivement.

La valeur de bleu VB est la quantité en grammes de bleu de méthylène adsorbée par 1Kg de sable de fraction 0/2.

## Conduite de l'essai EN 933 - 9

Préparation de la solution du bleu de méthylène à base de 10g de poudre de bleu dissout dans un litre d'eau distillée ; la solution est portée à 40°C et agitée pendant 3h à vitesse 300 trs/min.

20g du matériau de fraction 0/2 sont trompés dans 100 ml d'eau déminéralisée, l'ensemble est agité pendant 3 min à 400 trs/min.

Le matériau est injecté, minute par minute, par des doses du bleu de méthylène jusqu'à la saturation des fines argileuses qui est contrôlé par le test à la tâche sur le papier filtre.

La valeur de bleu du sable est donc donnée par la formule :

$$VB = \frac{V}{M}$$

V : Volume de la solution de bleu nécessaire pour atteindre le test positif (cm<sup>3</sup>).

M : Masse sèche de la prise d'essai (g).



Les résultats du test au bleue de méthylène sont représentés dans la figure ci-dessous.

Fig. 25: Test au bleue du méthylène.

Le résultat du test effectué sur notre sable est de : VB =  $\frac{8}{20}$  = 0.4

VB < 1, le sable est non argileux. Il peut, donc, être utilisé dans la fabrication des bétons et des mortiers sans aucune correction (lavage sous tamis inférieur à 80µm).

## 1.10. Essai de l'usure et au choc

#### 1.10.1. Essai Los Angeles NF P 18 - 573

Cet essai a pour but de mesurer la quantité m d'éléments inférieurs à 1.6 mm produite par fragmentation d'un matériau en le soumettant à des chocs de boulets à l'intérieur d'un cylindre en rotation. A un coefficient Los Angeles faible correspond un excellent matériau.

Dans la machine Los Angeles, introduire avec précaution la prise d'essai M = 5000 g et la charge de boulets de la classe granulaire choisie. Après 500 rotations de la machine, à une vitesse régulière comprise entre 30 et 33 tr/min pendant 15 min, recueillir le granulat et le tamiser sous l'eau sur la tamis de 1.6 mm, égoutter et sécher à 105°C le refus, le peser, soit m' le résultat de la pesée. Le passant au tamis de 1.6 mm sera m = 5000 – m'.

Le coefficient Los Angeles est donné par le rapport :

$$LA = \frac{m}{5000} 100$$

Les résultats de l'essai Los Angeles des deux fractions granulaires 3/8 et 8/15 sont donnés dans le tableau ci-dessous.

	Classes		Poi	ds		
matériaux	granulaires	Initial (M)	Final (m')	< 1,6 mm m= 5000 - m'	$LA = 100 \frac{m}{5000}$	Catégorie
3/8	4- 6.3	5000	3873	1127	<b>23</b> < 30	LAA
8/15	10-14	5000	3562	1438	<b>29</b> < 30	LAA

Tableau N°23: Los Angeles des graviers étudiés XP P 18 -540.

Le coefficient Los Angeles des deux fractions granulaire est inférieur à 30%, synonyme d'une résistance au choc très élevée. D'après la norme XP P 18 -540, les graviers utilisés dans cette étude rentrent dans la catégorie  $LA_A$ .

## 1.10.2. Essai Micro-Deval NF P 18 – 572

Cet essai permet de mesurer la résistance d'un matériau à l'usure par frottement entre les granulats et une charge abrasive dans un cylindre de rotation.

Dans un cylindre de la machine, introduire la prise d'essai, M = 500 g, et la charge abrasive (billes en acier de 10 mm de diamètre) correspondant à la classe granulaire choisie, puis, ajouter 2.5 litres d'eau. Après rotation des cylindres à une vitesse de 100 tr/min pendant 2 heures, tamiser le matériau sur le tamis de 1.6 mm, le séché à l'étuve à 105°C et le peser. Soit m' le résultat de la pesée, le passant au tamis de 1.6 mm sera m = 500 - m'. Par définition, le coefficient Micro-Deval est le rapport :

$$MDE = \frac{M-m'}{M} 100 = \frac{m}{M} 100$$

Les résultats de l'essai Micro-deval sont représentés dans le tableau suivant :

	Classes		Poids				
Matériaux	granulairos	Initial (M)	Final (m')	< 1,6 mm	$\mathbf{MDE} = 100 \ \mathbf{m/M}$		
	granulancs		r mai (m.)	m= M - m'			
3/8	4- 6.3	500	374.39	125.61	25 > 20		
8/15	6.3-10	500	403.69	96.31	19 < 20		

Tableau N°24: Résultats de l'essai au Micro-Deval NF P 18 – 572.

Le coefficient MDE de la fraction granulaire 3/8 dépasse la valeur préconisée par la norme NF P 18 - 572, elle possède donc une résistance à l'usure moyenne. Tandis que la fraction 8/15, est légèrement inférieure à cette valeur, elle est de résistance importante, mais, elle peut toujours être utilisée dans la formulation des bétons.

# 1.11. Essai de prise NF EN 196 – 3 (NF P 15 – 473)

L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de ciment.

Le temps de début de prise est déterminé par observation de la pénétration d'une aiguille de 1.13 mm de diamètre et de 300g de masse dans une pâte de ciment au moment ou elle atteint une valeur « d » du fond du moule telle que  $d = 4 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ .

Le temps de fin de prise est atteint lorsque l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0.5 mm dans la pâte.

Les résultats de l'essai trouvés sont donnés dans le tableau ci-contre.

Tableau N°25: Temps de début et de fin de prise.

Ciment	Temps de début de prise	Temps de fin de prise			
CEM II	3 heurs 20 minutes	5 heurs 15 minutes			
CEM I	3 heurs 45 minutes	5 heurs 20 minutes			

Les temps de début de prise des deux ciments excède 2heures 55 minutes, les ciments sont donc jugés d'être à prise lente.

# 1.12. Stabilité des ciments (essai Le Chatelier) NF EN 196 – 3 (NF P 15 – 473):

L'essai consiste à apprécier l'augmentation du volume au cours de l'hydratation provoqué par les sulfates et les oxyde de calcium ou de magnésium existant dans le ciment.

La stabilité d'un ciment est déterminée par l'observation de l'expansion volumique d'une pâte de ciment révélée par un mouvement relatif de deux aiguilles. La réaction est accélérée par un traitement thermique de la pâte.

La pâte de ciment est confectionnée avec une consistance normalisée conformément à la norme NF EN 196 - 3.

Les résultats de l'essai de stabilité des ciments sont montrés dans le tableau ci-dessous.

Tableau N°26: Résultats de l'essai de Le Chatelier.

Ciment		A (mm)	C (mm)	Stabilité ST = C-A	ST moyenne		
	1	3,75	4,5	0,75			
CEM II	2	4,56	5,12	0,56	0,65		
	3	3,6	4,24	0,64			
	1	2,53	3,12	0,24			
CEM I	2	2,25	2,54	0,29	0,24		
	3	2,68	3,12	0,44			

Les gonflements des deux ciments sont strictement inférieurs à 10 mm qui est prise comme limite supérieure dans la morne NF EN 196 - 3. De cela, les deux ciments sont considérés non expansibles dans les milieux de haute température.

## II. Formulation et procédures expérimentales :

## 2.1. Formulation

## 2.1.1. Formulation des bétons:

Les bétons autoplaçants sont formulés par la méthode d'optimisation du volume du mortier. Cette méthode consiste à formuler le béton en composant son mortier en premier lieu.

- **Dosage en sable :** le volume de sable est posé forfaitairement égal à 40 % du volume de mortier du béton, soit de 260,72 litres avec un volume de pâte de 394, 08 litres.
- Dosage en eau : Dans le but de soumettre le béton à une attaque sulfatique extrême, on a proposé de prendre un rapport eau/ciment important. Le protocole d'exposition du béton à la solution sulfatée choisi, fixe le rapport E/C à 0,5. Cette valeur facilite la pénétration de la solution agressive et permet de tirer des conclusions sur l'effet de l'emploi des additions minérales de réactivités différentes.
- Dosage en ciment et en addition minérale : la quantité de ciment est posée égale à 450 Kg/m<sup>3</sup> (> 350 Kg/m<sup>3</sup>). Dosage assurant à la fois une bonne résistance mécanique et un surdosage en fines (caractéristique première du béton autoplaçant). L'addition minérale est employée avec une quantité de 11 % de la masse totale du ciment, valeur optimum qui assure un béton résistant et stable. Le rapport E/F est de 0,45.
- Dosage en superplastifiant : Le dosage en superplastifiant est toujours souhaité proche de sa saturation pour ce type de béton. Il est déterminé en fonction de l'étalement et de la vitesse de l'écoulement. La quantité de l'adjuvant est facilement fixée à 1,5 % de la masse du ciment. Du fait que les dosages de 0,6 à 1,4 % ont donné des bétons très hétérogènes avec une absence totale de la cohésion (granulats écartés et séparés). Au dessus de la valeur 15%, les bétons présentaient des étalements très satisfaisants et stables, et ce jusqu'à la valeur 2%. A partir de cette valeur et jusqu'à la dose limite (2,5%), les bétons devenaient très fluides présentant en surface supérieure un ressuage important. Le dosage en superplastifiant supérieur à 1,5% conduit à l'obligation de démolition des bétons après deux jours à compter de la fin de la confection.
- Dosage en gravier : pour éviter le blocage du béton autoplaçant dans les milieux condensés, la quantité des graviers est réduite en limitant leur compacité à la moitié de sorte que le rapport G/S est pris proche de 1.

La compacité d'un granulat est, par définition, le rapport du volume de grains et du volume total du système grains + vides.

La compacité des granulats retenue est : C= 0,61 (tableau N°17). C = 1- P: P= 0, 39 h = 0, 61D'où V = 0,61m<sup>3</sup> = 610 1 La compacité du granulat est réduite à la moitié, le volume V est

donc égale à :  $V_G = 305$  (l).



Le rapport G/S est de 1.18, rapport jugé un peu élevé. Augmenter le volume du sable semble être la solution idéale pour abaisser cette valeur.

La formulation obtenue se résume dans le tableau ci-dessous.

Tableau N°27: Composition du béton autoplaçant.

Eléments (Kg/m <sup>3</sup> )	Dosage en masse (Kg/m <sup>3</sup> )						
Ciment	450						
Sable 0/3	651,8						
Gravier 3/8	387						
Gravier 8/15	387						
Addition Minérale	50						
Eau	225						
Superplastifiant	6,75						
Air (%)	4						
Etalement (cm)	88*						
Ecoulement	0,62						
Stabilité	5,45						

\* : accompagné d'une ségrégation importante.

Les trois propriétés vérifiées ne correspondent pas à un béton autoplaçant et le rapport G/S qui est, de 1.18, jugé assez élevé, impose une correction de la formulation par l'augmentation du volume du sable.

Le tableau ci-dessous définie la masse du sable nécessaire pour assurer les trois caractéristiques contradictoires du béton autoplaçant.

G/S	1,18	1,17	1,16	1,15	1,14	1,13	1,12	1,11	1,10	1,09	1,08	1,07	1,06	1,05	1,04	1,03	1,02	1,01	1,00
$M_{\rm Sable}$	651,8	661,54	667,24	673,04	678,95	684,96	691,09	697,3	703,64	710,09	715	723,36	730,19	737,14	744,23	751,46	758,82	766,34	774
Etal	88*	87,5*	87*	86,5*	86*	85,5*	83*	81,5*	79,5*	78*	75	73,5	72	69,5	66	63,5	59	55,5	52,5
Eco	0,62	0,67	0,69	0,76	0,78	0,80	0,82	0,84	0,83	0,82	0,82	0,81	0,80	0,75	0,68	0,56	0,43	0,31	0,22
Sta	5,45	5,42	5,39	5,30	4,68	4,27	4,04	3,91	3,83	3,75	3,88	3,63	3,52	3,45	3,42	2,73	2,15	1,83	0,97

<u>**Tableau N°28 :**</u> Masse du sable dans le béton.

\* : étalement accompagné d'une ségrégation importante (séparation de la phase suspendante du squelette granulaire).

Après analyse du tableau, le rapport G/S opté est de 1.08, soit une masse de sable de 715 Kg/m<sup>3</sup>. La formulation finale du béton autoplaçant est la suivante :

Eléments (Kg/m³)	Dosage en masse (Kg/m³)							
Ciment	450							
Sable 0/3	715							
Gravier 3/8	387							
Gravier 8/15	387							
Addition Minérale	50							
Eau	225							
Super (1,5% P <sub>ciment</sub> )	6,75							
Air (%)	1,5							
G/S	1,08							
E/C	0,5							
E/F	0,45							
Vpâte	394,08							

<u>**Tableau N°29:**</u> Composition finale du béton autoplaçant.

## 2. Formulation des mortiers :

Pour contourner la lourdeur des études sur béton, et suite au manque d'appareillage fiable de mesure des déformations dimensionnelles des bétons, il s'est avéré nécessaire d'utiliser une méthode d'essai rapide et capable de fournir des résultats pouvant être corrélés avec ceux qui seraient obtenus sur le béton. La méthode retenue dans ce présent document consiste à travailler sur la phase mortier du béton avec prise en compte de la surface développée des gravillons retirés. Pour cette raison, la méthode a été appelée méthode du mortier de béton équivalent ou méthode MBE.

La présente méthode d'essai a été élaborée par le groupe de travail traitant des "anomalies de comportement rhéologique du béton" du Projet National Calibré - Opération du Plan Génie Civil. Elle découle de la méthode proposée par le Centre technique de Guerville d'Italcementi Group et complétée par les observations expérimentales des autres partenaires [21,22, 23, 49, 80].
Le calcul des MBE est basé sur deux réflexions permettant de penser que ce sont les surfaces de contact des constituants qui importent, plutôt que leur volume :

- la première découle du fait que l'ouvrabilité d'un béton provient de la façon dont ses constituants arrivent à glisser les uns sur les autres pour s'écouler.
- la seconde a pour origine la chimie de la prise, les hydrates se formant plutôt au niveau des interfaces.

Calculer un MBE consiste ainsi à remplacer les graviers du béton par du sable dont la surface développée des grains est égale à celle du gravier que l'on a ôté.



Fig.26 : Passage d'un béton à un MBE [36].

# Méthode de calcul des MBE [36, 80]

Le calcul d'un MBE se ramène à une détermination de la surface développée. Les granulats sont modélisés par des particules parfaitement sphériques, de manière à simplifier le calcul des surfaces (si= $\pi$ .di<sup>2</sup>) et des volumes (vi= $\pi$ .(di)<sup>3</sup>/6).

*Définition des tranches granulaires :* La première étape consiste à réaliser les courbes granulométriques des graviers et du sable utilisés au moyen des tamis normalisés suivants : 20 / 16 / 12,5 / 10 / 8 / 6,3 / 5 / 4 / 3,15 / 2,5 / 1,25 / 0,63 / 0,315 / 0,16 / 0,08 mm.

Soient TMi et Tmi les tailles des mailles des tamis supérieurs et inférieurs définissants une tranche granulaire i. Soient RMi et Rmi les refus associés (en %) à ces tamis.

#### Calcul de la masse et du volume de chaque tranche granulaire

La masse du granulat dans chaque tranche granulaire est donnée par : Mi = (Rmi-RMi).g/100, où g représente le dosage dans le béton du granulat considéré (kg pour  $1m^3$ ).

Le volume de granulat Vi contenu dans la tranche i est alors obtenu par Vi=Mi/ $\rho$ , où  $\rho$  représente la masse volumique des granulats

#### Calcul du diamètre de la particule moyenne dans chaque tranche

Dans chaque classe granulaire i, le diamètre de la particule moyenne di est donné par la taille moyenne des mailles des tamis : di = (Tmi+TMi)/2. Le volume de cette particule, supposée sphérique, est donc vi= $\pi$ .(di)<sup>3</sup>/6.

#### Calcul du nombre de particules moyennes dans chaque tranche granulaire

Le nombre de particules moyennes est alors obtenu par le rapport du volume total de l'ensemble des particules de la tranche granulaire au volume unitaire de la particule moyenne Ni=Vi/vi.

# Calcul de la surface développée par les particules moyennes dans chaque tranche granulaire

La surface développée d'une telle particule (sphérique) valant si= $\pi$ .di<sup>2</sup>, on en déduit la valeur de la surface développée par les particules de la tranche granulaire i par : Si=Ni.si.

#### Calcul de la somme de l'ensemble des surfaces calculées pour chaque tranche granulaire

Pour calculer la surface totale développée des granulats étudiés (SD), il suffit alors de sommer les différentes valeurs obtenues pour chaque classe granulaire : SD=  $\Sigma$  Si.

En utilisant la méthode décrite ci-dessus, on calcule la surface développée du gravier présent dans le béton, puis celle reprise par 1 kg de sable. On en déduit alors la quantité du sable correcteur qu'il faut rajouter pour remplacer le gravier. Il suffit pour cela d'écrire que le sable correcteur et le gravier doivent générer la même surface développée. La correction en sable sera réalisée au moyen du même sable que celui utilisé pour réaliser le béton.

Tmin (mm)	0	0,08	0,16	0,315	0,63	1,25	2,5	5
Tmax (mm)	0,08	0,16	0,315	0,63	1,25	2,5	5	6,3
Rmi (%)	100	94,77	85,63	71,8	54,17	36,09	11,48	0,32
RMi (%)	94,77	85,63	71,8	54,17	36,09	11,48	0,32	0,00
Di (mm)	0,04	0,12	0,24	0,47	0,94	1,88	3,75	5,65
Vi (mm <sup>3</sup> )	33,51. 10 <sup>-6</sup>	904,78. 10-6	7014,38. 10-6	55,23. 10-3	43,49. 10-2	345,14	27,61	94,44
Mi (Kg)	37,39	65,35	98,88	126,05	129,27	175,96	79,79	2,29
Vi (m <sup>3</sup> )	0,015	0,026	0,04	0,05	0,052	0,07	0,031	0,0009
Ni	<b>4,464.</b> 10 <sup>10</sup>	2,89. 10 <sup>10</sup>	$0,56.\ 10^{10}$	$9,13.\ 10^8$	$1,19.\ 10^8$	$2,04.\ 10^7$	1,16. 10 <sup>5</sup>	9691,08
si (mm²)	5,026. 10-3	$45,24.\ 10^{-3}$	177,205. 10-3	701,38. 10 <sup>-3</sup>	2,78	11,04	44,18	100,29
Si (m <sup>2</sup> )	224,22	1306,95	998,21	40,28	330,04	25,23	51,07	0,97
	$SD(m^2)$				3776,9	972		

**<u>Tableau N°30</u>**: Calcul de la surface occupée par le sable 0/3.

**<u>Tableau N°31</u>**: Calcul de la surface occupée par les graviers 3/8.

Tmin (mm)	0,63	1,25	2,5	5	6,3	8	10
Tmax (mm)	1,25	2,5	5	6,3	8	10	12,5
Rmi (%)	100	95,59	92,37	38,2	16,86	2,2	0,41
RMi (%)	95,59	92,37	38,2	16,86	2,2	0,41	0,00
Di (mm)	0,94	1,88	3,75	5,65	7,15	9	11,25
Vi (mm <sup>3</sup> )	0,43	3,45	27,61	94,44	191,39	381,70	745,51
Mi (Kg)	17,07	12,46	209,64	82,58	56,73	6,93	1,59
Vi (m <sup>3</sup> )	0,0071	0,0051	0,087	0,034	0,023	0,029	66,11. 10 <sup>-5</sup>
Ni	$16,35.\ 10^6$	$15,04.\ 10^5$	$3,16.\ 10^6$	$3,64.\ 10^3$	1235,14	$75,62.\ 10^2$	886,77
si (mm²)	2,78	11,045	44,18	100,29	160,606	254,47	397,61
Si (m <sup>2</sup> )	45,4	16,61	139,76	36,54	19,84	1,92	90,35
SD (1	m²)	223,88	8				

Tmin (mm)	1,25	2,5	5	6,3	8	10	12,5	16
Tmax (mm)	2,5	5	6,3	8	10	12,5	16	20
Rmi (%)	100	99,95	97,83	95,21	78,77	54,74	27,85	2,42
RMi (%)	99,95	97,83	95,21	78,77	54,74	27,85	2,42	0,00
Di (mm)	1,88	3,75	5,65	7,15	9	11,25	14,25	18
Vi (mm <sup>3</sup> )	3,45	27,61	94,44	191,39	381,70	745,51	1515,11	3053,63
Mi (Kg)	1,97	6,42	10,14	63,62	92,99	104,06	98,41	9,36
Vi (m <sup>3</sup> )	73,37. 10 <sup>-5</sup>	23,88. 10-4	37,69. 10-4	13,65. 10-3	34,57.10-3	38,69. 10-3	36,59. 10-3	34,815. 10-4
Ni	$2,12.\ 10^5$	86435,306	39915,5	123578,73	90570,4	51891	241,47	$11,401.\ 10^2$
si (mm²)	11,04	44,18	100,29	160,606	254,47	397,61	637,94	1017,88
Si (m <sup>2</sup> )	2,34	3,82	4,0025	19,85	23,05	20,63	15,40	1,16
SD (1	m <sup>2</sup> )	90,20	6	1	1	1	1	1

**Tableau N°32:** Calcul de la surface occupée par les graviers 8/15.

**<u>Tableau N°</u>:** Les surfaces des graviers à remplacer avec les sables.

Cremulata	Dosage dans le	Masse volumique	SD à reprendre pour	Masse du sable
Granulats	béton (Kg)	(Kg/m³)	1 Kg de sable (m²)	à rajouter (Kg)
3/8	387	2,4	223,88	43
8/15	387	2,69	90,25	17,09

La formule finale du mortier est représentée dans le tableau ci-dessous.

Eléments (Kg/m³)	MSC II	MFC II	MFC I
CEM II	625	625	-
CEM I	-	-	625
Sable 0/3	1073	1073	1073
Filler calcaire	-	69,5	69,5
Fumée de silice	69,5	-	-
Eau	312,5	312,5	312,5
Superplastifiant	9,39	9,39	9,39

**<u>Tableau N°</u>:** Composition du mortier de béton équivalent.

#### 2.2. Confection des bétons et des mortiers NF P 18-404

Le malaxage des bétons est effectué dans une bétonnière de 120 l de volume et les mortiers dans un malaxeur à mortiers. La séquence de malaxage retenue est celle recommandée pour les bétons avec fumée de silice qui est la suivante [102]:

- Mettre les gros granulats avec 75 % de l'eau de gâchage et la fumée de silice, puis mélanger pendant une minute et demi ;
- Ajouter au mélange le ciment et malaxer pendant une minute et demi ;
- Verser les granulats fins, le superplastifiant dilué dans le reste de l'eau de gâchage (25 %);
- Mélanger l'ensemble pendant cinq (05) minutes ;
- Laisser reposer trois (03) minutes ;
- Enfin, Malaxer pendant cinq (05) minutes.

Après que la confection soit terminée, les échantillons sont mis en place dans leurs moules, soient des cylindres de 16 x 32(cm) pour les bétons et des prismes 4x4x16(cm) pour les mortiers, ensuite conservés sans les déplacer pendant 24 h  $\pm$  1 h dans un local maintenu à la température ambiante.

La conservation des bétons après démoulage s'est fait dans un bac d'eau. Une série des mortiers est laissée à l'air libre pour mesurer le retrait de séchage et une autre dans des solutions d'essais pour estimer l'expansion dans les milieux agressifs.

# 2.2.1. Essais sur bétons à l'état frais

Une liste des essais de caractérisation des propriétés des bétons à l'état frais a été présentée dans la synthèse bibliographique. Cependant, la caractérisation à l'état frais des bétons s'est limitée aux essais d'étalement au cône, d'écoulement à la boîte en L et de stabilité au tamis.

# 2.2.1.1. Masse volumique des bétons frais NF P 18-440

Le béton frais est mis en place dans un récipient rigide et étanche à l'eau, soient  $m_1$  sa masse et V son volume. Le béton dans le récipient est ensuite pesé, soit  $m_2$  sa masse.

La masse volumique du béton frais est donc donnée par la relation :  $\rho = \frac{m2-m1}{v}$ 

#### 2.2.1.2. Essai de consistance

La consistance de nos bétons est estimée à l'aide de l'essai d'affaissement au cône d'Abrahms. Comme les affaissements de ces bétons sont complets, on mesure le diamètre moyen de la galette d'étalement (prendre deux mesures, à angle droit, et faire la moyenne) et le temps nécessaire pour atteindre un diamètre d'étalement de 50 cm (voir fig. 27).



Fig. 27 : Essai d'étalement des bétons autoplaçants.

# 2.2.1.3. Essai de ségrégation dynamique

Les résistances à la ségrégation dynamique de nos bétons sont estimées à l'aide de l'essai de la boite en « L ». L'écoulement des bétons dans la partie horizontale de la boite munie de trois barres d'acier est montré dans la figure (Fig. 28). Les hauteurs H1 et H2 de chaque béton sont mesurées et les rapports H2/H1 sont calculés.



Fig. 28 : Essai de la boite en « L ».

# 2.2.1.4. Essai de ségrégation statique

La résistance des bétons frais à la ségrégation statique est effectuée par l'essai au tamis représenté par la figure (Fig. 29)

Cet essai permet de calculer le taux de ségrégation et de déduire si le béton testé possède une stabilité satisfaisante ou non.



Fig. 29 : Essais de ségrégation au tamis.

Un autre moyen de contrôler la ségrégation statique d'un BAP consiste à scier une éprouvette de béton durci et vérifier la répartition des granulats (Fig.30).



Fig. 30 :

Vérification de la ségrégation des bétons.

#### 2.2.1.5. La teneur en air des bétons frais NF P 18-443

On utilise, pour estimer la teneur en air des trois bétons, l'essai à l'aéromètre ou l'essai à la colonne d'eau. Cette méthode consiste à introduire de l'eau sur une hauteur prédéfinie (mise à zéro) au-dessus d'un échantillon de béton, sans compactage, de volume connu se trouvant dans une enceinte hermétique et à appliquer sur l'eau une pression d'air de 1 bar. On mesure la diminution du volume d'air contenu dans l'échantillon de béton en observant la valeur de la baisse du niveau d'eau. La teneur en air des bétons étudiés est déterminée par l'essai à l'aéromètre.

Le ressuage est ensuite estimé visuellement et est donné par la figure (Fig. 31).



Fig. 31 : Vérification du ressuage des bétons frais.

#### 2.2.2. Essais sur bétons à l'état durci

#### 2.2.2.1. Masse volumique des bétons durcis NF P18-435

Les éprouvettes en bétons, après démoulage, sont conservées dans l'eau. A chaque âge de mesure, on retire les bétons du bac d'eau, on éponge et assèche leurs faces et on prend leurs masses.

#### 2.2.2.2. Essai de compression NF P 18-455

La résistance à la compression est une caractéristique essentielle pour le matériau béton et l'un des paramètres fondamentaux de cette étude. Par conséquent, sa détermination et son évolution dans le temps ont été suivies pour les différentes compositions de béton étudiées dans ce travail.

Le principe de cet essai consiste à charger des éprouvettes cylindriques (16x32 cm) en béton jusqu'à la rupture suivant la norme NF P 18-455 dans une machine pour essai de compression conforme à la norme NF P 18-412.

Avant écrasement il est évident d'essuyer toute l'humidité excessive de la surface de l'éprouvette et les plateaux de la machine d'essai pour enlever toutes particules ou corps étrangers. Positionner, ensuite, les éprouvettes de façon que le chargement s'effectue perpendiculairement au sens du coulage et centrer l'éprouvette sur le plateau inférieur. Appliquer le chargement jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La résistance à la compression est enfin calculée par la relation :  $\sigma = \frac{F}{s}$  (MPa)

F : La charge maximale exercée donnée en KN ;

S : Surface de contact entre les plateaux et l'éprouvette d'essai (surface transversale), évaluée au mm<sup>2</sup>.

# 2.2.3. Essais sur mortiers

Une série de mortiers est testée chimiquement par l'évaluation de l'attaque externe de sulfate causant son affaiblissement. L'action délétère de cette attaque peut inclure une expansion excessive, une perte de résistance et de masse. Une autre série est conservée à l'air ambiant pour évaluer les retraits et les pertes de masses dans le temps.

# 2.2.3.1. Dégradation des mortiers sous l'attaque des sulfates

Comme indiqué dans la partie bibliographique, les matériaux ayant contact avec les sulfates subissent une réorganisation progressive et profonde de leurs microstructures internes. Ces changements ont des conséquences directes sur les propriétés de ces matériaux. Comme sera vu dans les paragraphes qui suivent, les mortiers conservés dans la solution de sulfate vont souffrir d'un gonflement et d'une perte des caractéristiques mécaniques.

Une série de mortiers est démoulée après 48 heurs à compter de la fin de la confection et est conservée dans des solutions d'essai afin d'estimer leur résistance à la dégradation dans les milieux agressifs.

#### 2.2.3.1.1. Immersion des mortiers

Tous les mortiers sont traités suivant le protocole SVA (Sachverstandigenausschus), directive allemande d'expertise sur la résistance des bétons aux sulfates [30]. Ce protocole consiste à conserver les mortiers dans une solution de chaux, Ca (OH)<sub>2</sub>, saturée pendant 12 jours. A la fin de cette période, certains mortiers sont restés dans la solution précédente, employée comme solution de référence pour les échantillons témoins. Certains d'autre sont alors déplacés à la solution de sulfate de sodium (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de concentration 4,5 % et sont conservé sans interruption immergé pendant des périodes prédéterminées (Fig. 32). La solution de sulfate de sodium utilisée pour les essais d'immersion est remplacée toutes les 4 semaines pendant 03 mois pour réduire au minimum l'augmentation du pH dû à la lixiviation des ions OH<sup>-</sup> des spécimens de mortier et de la pâte de ciment (éviter d'atteindre le pH d'une solution saturée de chaux) et pour compenser la perte de la concentration de la solution de sulfate due au processus de dégradation.



Fig. 32 : Immersion des mortiers dans les solutions d'essais.

#### 2.2.3.1.2. Examen visuel de la dégradation des mortiers

Un examen visuel a été effectué chaque mois sur les mortiers conservés sans interruption dans la solution de sulfate de sodium et de chaux saturée pour évaluer les signes de dégradation (des dommages matériels) et d'écaillage sur les surfaces des prismes.

# 2.2.3.1.3. Analyse minéralogique des mortiers par la diffraction des rayons X

Les mortiers conservés dans les solutions de sulfate de sodium 4,5% et de chaux saturée pendant 90 jours sont analysés par la diffraction des rayons X pour déterminer leurs compositions minéralogiques et identifier quantitativement les différentes formes cristallines présentes. L'analyse par la DRX a été conduite sur des poudres issues des surfaces externes des mortiers. Un enregistrement des intensités détectées en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  du faisceau a été fait, la courbe ainsi obtenue s'appelle le diffractogramme (voir annexe F).

#### 2.2.3.1.4. Expansion des mortiers

Les mortiers immergés dans les deux solutions ont été suivis dans le temps par la mesure de leurs expansions à des échéances prédéfinies (14j, 21j, 28j, 56j et 90j). A chaque âge d'essai, trois prismes de chaque type de mortier ont été placés sur le comparateur et leurs expansions ont été déterminées, et alors leurs valeurs ont été ramenées à une moyenne.

#### 2.2.3.1.5. Evaluation des masses des mortiers :

Afin d'évaluer l'effet de l'attaque de sulfate de sodium, des mortiers ont été immergés sans interruption dans les solutions d'essai (solution de sulfate de sodium et solution de chaux). Les concentrations de ces solutions ont été maintenues constantes pendant toute la période d'essai. Les masses des échantillons étudiés ont été évaluées dans le temps et mesurées à des échéances prédéfinies jusqu'à la fin de la période de l'immersion.

# 2.2.3.1.6. Comportement mécanique des mortiers

La dégradation des matériaux sous les sulfates est accompagnée d'une perte de cohésion et d'un changement de la microstructure interne, par conséquent, une perte des caractéristiques mécaniques.

#### 2.2.3.1.6.1. La résistance des mortiers à la flexion

Le but de cet essai est de soumettre des éprouvettes prismatiques de dimensions 4 x 4 x 16 cm (NF P 18-400, NF P 18-407) jusqu'à la rupture à un moment de flexion par application d'une charge au moyen de rouleaux supérieur et inférieur d'une machine de flexion conforme à la norme NF P 18-413. La charge maximale atteinte au cours de l'essai est enregistrée, et la résistance en flexion est calculée.

Tous les mortiers ont été démoulés à deux jours d'âge et conservés dans les solutions d'essai pendant 03 mois. A chaque âge de mesure, les éprouvettes sont essuyées pour en ôter l'humidité en excès avant de les placer sur la machine d'essais. Sont aussi essuyés soigneusement toutes les surfaces d'appui de la machine pour éliminer toute particule ou corps étranger des surfaces de l'éprouvette, qui seront en contact avec les rouleaux.

L'éprouvette d'essai est placée sur la machine, en vérifiant qu'elle est convenablement centrée et que son axe longitudinal est orthogonal par rapport à l'axe longitudinal des rouleaux supérieurs et inférieurs.

#### 2.2.3.1.6.2. La résistance à la compression des mortiers

Pour évaluer le degré de dégradation des mortiers du à l'exposition à l'environnement agressif de sulfate de sodium, les pertes de leurs résistances ont été surveillées pendant une période de trois mois.

# 2.2.3.2. Les variations dimensionnelles des mortiers à l'air libre

#### 2.2.3.2.1. Le retrait des mortiers NF P 15 - 433

Les déformations différées que subit les matériaux, bien que non chargé, débutent dès l'instant de sa mise en place et continuent tout au long de sa durée de vie, cependant, la seule déformation étudiée dans ce travail est le retrait libre de dessiccation après durcissement. L'objectif de cet essai est de mesurer, en fonction du temps, la variation de longueur des prismes de mortiers due aux effets de l'hydratation et de la dessiccation des matériaux cimentaires.

L'essai est effectué sur des prismes de 4 x 4 x 16 cm, ces derniers sont disposées de manière à ce que les distances entres eux soient d'au moins 1 cm, et qu'ils soient entourées d'air sur toutes leurs faces. Après démoulage (à 24 heures), les mesures de retrait libre sont effectuées à des échéances très courtes au début, la périodicité de mesure augmente ensuite avec le temps (1, 3, 7, 14, 28, 60, 90, 120, 180 jours et 1 année). Les mesures sont faites suivant l'axe des prismes, entre deux plots métalliques noyés dans le mortier au moment du coulage. Avant chaque série de mesures, le zéro mécanique de l'appareil est réalisé. L'étalonnage du comparateur est effectué à l'aide d'une tige en métal invar ou protégée contre les variations de températures qu'elle est appelée à subir au cours des manipulations et qui sert de référence de mesure (Fig.33).



Fig.33: Mesure du retrait libre de dessiccation.

# 2.2.3.2.2. Variation des masses des mortiers

L'objectif du suivi effectué sur les prismes de mortier conservés à l'air ambiant est de mesurer, en fonction du temps, leurs pertes de masse due aux effets de l'hydratation et de la dessiccation des matériaux cimentaires.

L'essai est effectué sur les mêmes prismes utilisés pour le retrait libre de dessiccation. Les pesées sont faites à des échéances prédéfinies (1, 3, 7, 14, 28, 60, 90, 120, 180 jours et 1 année).

# Résultats et discussions

# Essais sur Bétons et mortiers

# 1. Sur bétons frais

# a. Masse volumique des bétons frais

Les résultats de cet essai sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 35 : Les masses volumiques fraîches des bé	tons.
--	-------

Détons	Masse volumique fraiche	
Detons	(Kg/m³)	
BSC II	2299	
BFC II	2313	
BFC I	2301	

Le béton de fumée de silice (BSC II) possède une masse volumique fraîche proche de celle du béton de filler et ciment CEM I (BFC I) (2299 et 2301 Kg/m<sup>3</sup> respectivement), tandis que le béton de filler et ciment CEM II (BFC II) présente une masse volumique relativement supérieure aux précédentes (2313 Kg/m<sup>3</sup>). Cette différence est certainement due à l'écart de densité entre le filler calcaire et la microsilice (2,62 et 2,15 dans cet ordre) et entre les deux ciments employés (3020 Kg/m<sup>3</sup> pour le CEM II et 3000 Kg/m<sup>3</sup> pour le CEM I).

# b. Essai de consistance

Les résultats de cet essai sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 36 : Consistance des bétons autoplaçants.

Bétons	Etalement (cm)	T50 (secondes)
BSC II	62,5	6
BFC II	75	3
BFC I	73,5	4

Tous les bétons testés présentent un étalement total, soit une grande fluidité. Aucune couronne de laitance ou de mortier n'a été remarquée en périphérie du béton après étalement. De plus, les gros granulats sont entraînés correctement par la matrice cimentaire et ne sont pas amoncelés au milieu des galettes de béton.

L'étalement spécifié est respectivement compris entre 62,5 et 73,5 cm. Ce résultat montre que l'exigence du cahier des charges est convenablement remplie par les trois bétons [90]. Les temps mesurés pour atteindre une galette de 50 cm de diamètre (t<sub>50</sub>) sont de 6, 3,4s pour les BSC II, BFC II et BFC I respectivement. Ces valeurs sont proches des valeurs couramment rencontrées dans la bibliographie, en effet, Poulson (2002) suggère que cette valeur soit de 2 à 5 secondes. Sauf pour le BSC II, le temps est prolongé à 6s, cela est du à la finesse de la fumée de silice et à sa demande élevée en eau [90].

#### c. Essai de ségrégation dynamique

Les résultats de l'essai de la boite en L sont représenté dans le tableau suivant :

Bétons	Rapport H2/H1
BSC II	0,80
BFC II	0,82
BFC I	0,81

Tableau N°37: Résultats de l'essai de la boite en « L ».

L'essai de la boîte en « L » utilisé pour caractériser la ségrégation dynamique des bétons est exploité au travers du taux de remplissage (rapport des hauteurs de béton en fond et en début de boîte), qui doit en principe être supérieur à 0,8 et inférieur à 1 [90]. Toutes les compositions de BAP ont respecté cette condition, donc ils ne subissent aucune ségrégation durant leurs écoulements et ne risquent pas de blocage dans les milieux très encombrés.

#### d. Essai de ségrégation statique

Les résultats de l'essai sont représenté dans le tableau suivant :

Tableau N°38: Résultats de l'essai de stabilité au tamis.

Bétons	La laitance (%)
BSC II	3,33
BFC II	3,88
BFC I	3,65

Tous les BAP ont marqué un taux de ségrégation inférieur à 15%, synonyme d'une stabilité correcte. Comme le taux de ségrégation est aussi inférieur à 5% les trois compositions ont une viscosité élevée, due au volume important de fines et au superplastifiant [9, 14, 90].

La figure (Fig. 30), de la vérification de l'absence de ségrégation, illustre bien le fait que les trois compositions des bétons (BSC II, BFC II et BFC I) ne sont pas sujettes à la ségrégation statique. Les granulats sont en effet régulièrement répartis sur toute la surface transversale des échantillons sciés.

# e. La teneur en air des bétons frais

Les résultats de cet essai sont donnés par le tableau N° 39.

Bétons	Teneur en air (%)
BSC II	1,6
BFC II	2,1
BFC I	1,7

Tableau N°39: Teneur en air des bétons.

L'essai de control de la teneur en air occlus nous a permet de classer les trois bétons en fonction de leurs porosités. Tous les bétons ont un faible pourcentage de vides, 1.6%, 1.7% et 2.1% respectivement pour le BSC II, BFC II et BFC I. Cependant le BFC II a marqué un taux de vides légèrement supérieur par rapport aux BSC II et BFC I, cela est aussi à remarquer dans la figure (Fig. 31) où on observe clairement le ressuage à la surface de ce béton. Ce résultat aura une influence significative sur le comportement mécanique en compression.

#### 2. Sur bétons durcis

#### a. Masse volumique durcie

Les masses volumiques des bétons sont calculées et présentées par la figure ci-dessous (méthode de calcul dans l'annexe B).



Fig. 34 : Masses volumiques durcies des bétons.

A partir des courbes ci-dessus, on observe une baisse de la masse volumique à 24 heures pour tous les bétons. Cette observation est le résultat de l'évaporation de l'eau des matériaux en contact avec l'air ambiant.

La figure 34 montre que les masses volumiques des bétons augmentent en fonction du temps (24 heures, 07, 28, 90 et 180 jours). Cela s'explique par l'hydratation continue des grains de ciment qui ne s'arrête jamais, sachant que les bétons ont été conservés dans l'eau juste après le démoulage à 24 heures.

La masse volumique du béton BFC II est légèrement supérieure à celles des bétons BSC II et BFC I. La teneur en air de ce type de béton relativement importante par rapport aux deux autres bétons lui a conféré une compacité moindre, donc une pénétration facile de l'eau à l'intérieure des pores, ensuite une augmentation de la masse.

#### b. Essai de compression

Pour toutes les compositions, la résistance mécanique a été calculée à différentes échéances (7, 28, 90 et 180 jours) et est donnée par la moyenne des résistances d'une série de trois échantillons cylindriques 16x32 cm (Annexe C).



Les résultats obtenus sont présentés graphiquement dans la figure 35.

Fig. 35 : Evolution de la résistance à la compression des bétons.

La résistance à la compression du BSC II au jeune âge (à 7 jours) est notablement inférieure, 25.9 MPa, à celles des BFC II et BFC I, 31.43 et 32.85 MPa respectivement. A partir de cette date, la courbe BSC II prend une progression rapide dans le temps et atteint en six mois une résistance très importante qui est de 52.75 MPa.

Une légère différence de résistance à la compression est à remarquer entre le BFC II et le BFC I, sachant que ces deux bétons ne différent dans leurs composition que du type de ciment. Leurs résistances au jeune âge sont importantes, 31.43 (BFC II) et 32.85 MPa (BFC I). La vitesse de progression de leurs résistances est assez élevée. En effet, ils atteignent des résistances de 42.8 MPa (BFC II) et 45.3 MPa (BFC I) à six mois.

On peut noter, d'après la figure 35, que les résistances entre les trois compositions de BAP sont assez différentes. Les raisons de ces écarts sont diverses.

La résistance mécanique à la compression du BFC I est légèrement plus importante que celle du BFC II, sachant que, le type de l'addition minérale (filler calcaire) et son dosage sont maintenus inchangés et les ciments utilisés sont de la même classe de résistance (42,5 MPa à 28 jours). Cela s'explique par la différence de porosité trouvée dans l'essai de détermination de la teneur en air occlus dans les bétons (Tableau 39). Ce résultat coïncide avec ceux de Khelifa et *al.* (2008) qui à conclu que le béton le plus poreux est le moins résistant [65].

La résistance retardée du BSC II et son évolution important dans le temps est le résultat de la lenteur de la réaction pouzzolanique de la microsilice. Selon Chatterji (1982), l'action bénéfique de la microsilice vis-à-vis de l'augmentation de la résistance mécanique, s'explique par son effet physique et non pas par son activité pouzzolanique [25]. Mehta (1981) annonce que la dissolution et la consommation de la microsilice accompagne une hydratation rapide du ciment pendant les premiers temps, ce qui augmente la résistance mécanique en compression. Malgré que l'évolution de l'hydratation après l'âge de murissement devienne faible, le système aura une structure dense causée par le réarrangement des produits de l'hydratation et la conversion des grands pores en pores fins résultant de la réaction pouzzolanique, qui joue un rôle clé vis-à-vis de l'augmentation de la résistance à la compression [78].

#### 3. Sur mortiers

#### a. Examen visuel de la dégradation des mortiers

La figure 36 montre les résultats de l'examen visuel des mortiers immergés pendant 90 jours dans les solutions d'essai.



Fig. 36: Mortiers conservés dans les solutions d'essai pendant 90 jours.

On observe, d'après la figure 36, aucun signe de dégradation superficiel au niveau des mortiers même après 90 jours d'immersion dans les solutions d'essai. Aucun signe d'écaillage n'a été observé et aucune couche de précipité blanchâtre n'a été détectée. Cela confirme les résultats obtenus par Dehwah (2007) [31]. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par Wee et *al.* (2000), qui a conclu qu'un remplacement du ciment par 5 à 10% de fumée de silice a joué un rôle clé dans la résistance à l'attaque d'une solution de sulfate de sodium par l'absence des signes de dégradation superficiel même après 1 an d'exposition à 5% de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [109].

Day et Ward (1988) ont aussi observé des expansions de 1% et plus, accompagnées des réductions significatives des propriétés mécaniques des échantillons sans aucun signe de dégradation à la surface [30]. D'après Hill et *al.* (2003), Les mortiers conservés dans la solution saturée de chaux ne sont pas altérés et l'examen visuel n'a marqué aucun signe de dégradation. Ce qui est en accord avec les résultats de notre étude [57].

# b. Analyse minéralogique des mortiers par la diffraction des rayons X

Les diffractogrammes des mortiers obtenus par la DRX sont les suivants (Fig.37, 38,39):



Fig.37 : DRX des mortiers avec MSC II conservés dans les solutions Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et Ca(OH)<sub>2</sub> pendant 90 jours. (P= portlandite, C= calcite, Q= quartz, E= ettringite, T= thaumasite, G= gypse, C-S-H=calcium silicate hydraté).

Le diffractogramme de la figure 37 montre une véritable différence entre les deux échantillons issus des mortiers des deux solutions. Spécialement dans le graphe MSC II<sub>(sulfate)</sub>, on observe une présence :

- abondante de l'ettringite. En effet, trois pics sont détectés : à un angle 2θ égale à 35.9°,
  42.4° et 47,63 ayant des intensités de 7.44%, 36.4% et 8,59% réspectivement.
- de portlandite à de faibles pics.
- du gypse à 2θ de 29.4° (45.78%) et de 35.9° (7.44%).

D'autre part, le graphe de MSC  $II_{(chaux)}$  montre une absence totale de l'ettringite et de gypse.

Le diffractogramme montre une présence de calcium silicate hydraté (C-S-H), résultat de la réaction pouzzolanique de la microsilice dans ces mortiers.

La calcite et le quartz caractérisent les types des granulats utilisés.



Fig.38 : DRX des mortiers MFC II conservés dans les solutions Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et Ca(OH)<sub>2</sub> pendant 90J. (P= portlandite, C=calcite, Q= quartz, E=ettringite, T=thaumasite, G=gypse).

La figure 38 montre des signes de dégradation des mortiers exposés à la solution de sulfate de sodium (graphe MFC II<sub>(sulfate)</sub>) et ce d'après la présence concomitante d'ettringite, de thaumasite, de portlandite et de gypse. En effet, on observe un pic de 100% de gypse à un angle 2 $\theta$  de 29.4° et un autre de 12.14% à 2 $\theta$  de 35.9°. Un pic de thaumasite de 7.12% à 2 $\theta$  égale à 50.6°. L'ettringite et la portlandite sont présentes en plusieurs pics à des intensités faibles à moyennes.

Le diffractogramme de MFC  $II_{(chaux)}$  est entièrement différent de celui de MFC  $II_{(sulfate)}$ . Cependant, on remarque aussi la présence de la portlandite aux même angles et intensités que pour le MFC  $II_{(sulfate)}$ .

Le quartz et la calcite marqués dans la figure 37 sont aussi issus des granulats.



Fig.39: DRX des mortiers MFC I conservés dans des solutions de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et Ca(OH)<sub>2</sub> pendant 90 J. (P= portlandite, C=calcite, Q= quartz, E=ettringite, T=thaumasite, G=gypse).

La figure 39 montre des ressemblances au niveau des diffractogrammes MFC I<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(chaux)</sub> des intensités des pics de portlandite et des angles de leurs détections. Cet élément a marqué des intensités importantes, elles sont de 10.16% à 18.06°, de 30.18% à 34.09° et de 10.35% à 50.7°. Outre la portlandite, le diffractogramme MFC I<sub>(sulfate)</sub> montre une présence concomitante d'ettringite à de faibles à moyennes intensités (une valeur remarquable de 15.42% à 32.1°), de thaumasite et de gypse. En effet, un pic de 100% de gypse à un angle 20 de 29.45° et deux autres de 15.42% et 6.87 à 20 de 35.9° et 45.8 dans cet ordre sont aussi à signalés. Deux pics de la thaumasite, un de 8.35% à 20 égale à 27.9° et un autre de 20.33 à 20 de 47.6 sont notés.

Le quartz et la calcite marqués dans la figure 39 sont aussi issus des granulats.

# c. Expansion des mortiers :

Les tableaux de calcul des expansions des mortiers dans les deux solutions sont donnés dans l'annexe D et les résultats graphiques sont schématisés dans les figures (Fig. 39, 40, 41).



Fig. 40 : Expansion des mortiers avec microsilice.



Fig. 41 : Expansion des mortiers avec filler et ciment CEM II.



Fig. 42 : Expansion des mortiers avec filler et ciment CEM I.

Dans les trois figures ci-dessus, on remarque une instabilité au niveau des courbes d'expansion, des différents mortiers, pendant les premiers temps de l'immersion. Avant l'âge de murissement (28 jours) les réactions d'hydratation sont très actives par conséquent l'état des matériaux est instable. Après 28 jours d'expositions non interrompue des mortiers dans les solutions d'essai, les courbes prennent une allure progressive dans le temps jusqu'à la fin de l'essai (3 mois).

Les figures montrent une expansion assez importante des mortiers immergés dans la solution saturée de chaux. Cette expansion n'était pas prévue du fait que la solution est employée pour les mortiers témoins sensés de conservés leurs grandeurs dimensionnelles quelque soit la durée de l'immersion. Cette expansion peut être expliquée par la présence de faible quantité des alkalis, par conséquent la formation d'un gel gonflant.

La figure 43 rassemble les courbes d'expansion des trois mortiers dans la solution sulfatée.



Fig. 43 : Expansion des mortiers dans la solution de sulfate de sodium.

L'expansion des mortiers MFC II (mortiers avec filler calcaire et ciment CEM II) est beaucoup plus importante, elle est environ de l'ordre de 940  $\mu$ m/m à 90 jours, par rapport aux mortiers MSC II (mortiers avec microsilice) et MFC I (mortiers avec filler calcaire et ciment CEM I) qui ont des expansions de 788 et 511  $\mu$ m/m à 90 jours respectivement. D'après ces courbes, on voit bien que le mortier MFC I est le plus résistant au sulfate de sodium. Cela est dû à la faible quantité de la phase de l'aluminate tricalcique et à la dominance du clinker (le seul composant de ce ciment) qui engendre plus de calcium silicate hydraté. Ce résultat confère au béton une meilleure compacité, une résistance élevée et une durabilité accrue.

Le mortier MSC II semble être de résistance importante au sulfate de sodium. Cela est assuré par son extrême finesse qui rend l'ensemble très compacte et donc imperméable aux solutions agressives. De ce fait, on peut conseiller les constructeurs d'employer la microsilice dans les endroits saturés en cette solution agressive.

L'hydratation prolongée de la chaux libre qui est en excès dans les mortiers MFC  $II_{(sulfate)}$  et MFC  $I_{(sulfate)}$  (mortier avec filler calcaire) a formé la portlandite qui a causé des contraintes par sa croissance cristalline, par la suite, une augmentation du volume. La faible teneur en portlandite dans MSC  $II_{(sulfate)}$  (mortier avec microsilice) la rend, en se développant, comme un obturateur de vides [54].

D'après Lachaud (1979), la portlandite s'hydrate dans MSC  $II_{(sulfate)}$  et forme de l'ettringite qui ne provoque pas d'expansion du fait de sa faible surface spécifique et son faible pouvoir adsorptif vis-à-vis de l'eau [67].

Vue la quantité faible de la portlandite (qui est consommée par la microsilice pour former le C-S-H) dans MSC II<sub>(sulfate)</sub>, l'ettringite formée n'est pas expansible malgré son taux élevé, ce résultat concorde bien avec les résultats de Mehta (1973a,b) qui a observé, que lorsque la portlandite est en petite quantité, l'ettringite se forme en cristaux grossier de l'ordre de 06  $\mu$ m ce qui lui confère une petite surface spécifique et donc un faible pouvoir adsorptif et expansible [76, 77].

Tian et Cohen (2000) ont montré, dans leurs travaux, que la formation du gypse par l'attaque sulfatique externe peut causer une expansion significative même lorsque la formation de l'ettringite est exclue [103].

Même le mortier du ciment CEM I (MFC I<sub>(sulfate)</sub>), sensé d'être résistant aux sulfates, a marqué un léger gonflement dans la solution de sulfate de sodium. Cette expansion est sensiblement plus lente et moins grave que dans le mortier MFC II<sub>(sulfate)</sub> (ciment CEM II). Selon Eglinton (1998) et Lota et *al.* (1995), la raison principale de la résistance du mortier vis-à-vis des sulfates est due à la quantité réduite en aluminate tricalcique (C<sub>3</sub>A) [40, 74].

#### d. Evaluation des masses des mortiers

La variation des masses des échantillons exposés à l'immersion dans les solutions d'essais est présentée en figure 44 et les détails de calcul sont donnés dans l'annexe D..



Fig. 44 : Evolution des masses des échantillons dans le temps.

La figure ci-dessus nous montre un gain de masse remarquable des mortiers MSC  $II_{(sulfate)}$  et MSC  $II_{(chaux)}$  (5,08 et 5,5 respectivement) par rapport à ceux de MFC  $II_{(sulfate)}$ , MFC  $II_{(chaux)}$ , MFC  $I_{(sulfate)}$  et MFC  $I_{(chaux)}$  (2,16, 2,35, 2,27 et 2,61 respectivement).

Une autre remarque est à signalée : pour chaque type de mortier, les gains de masse dans les deux solutions d'essai sont très proches.

Le gain de masse des mortiers conservés dans la solution de sulfate provient de l'eau absorbée pour remplir les vides, des produits d'hydratation de la pâte cimentaire et de l'eau utilisée pour précipiter la phase d'ettringite.

Comme la dégradation du mortier de microsilice n'est pas délétère, le gain de masse est justifié par la formation des produits de l'hydratation (C-S-H) qui confèrent au matériau sa densité et sa compacité.

Tous les mortiers ont marqué une prise de masse. Khelifa et *al.* (2008) considère que cet effet est un gonflement causé par les sulfates et que ce symptôme est une explication macroscopique de l'attaque sulfatique externe [65].

# e. Comportement mécanique des mortiers

#### • La résistance des mortiers à la flexion

La résistance à la flexion des échantillons conservés dans les solutions d'essai est évaluée conformément à la norme NF P 18- 433. Les résultats rapportés sur les courbes sont la moyenne de trois valeurs (voir annexe C).



Fig. 45 : Résistance à la flexion des mortiers de la solution de sulfate de sodium.





Fig. 47: Evolution des flexions des mortiers conservés dans les solutions d'essai.

On remarque, d'après les figures ci-dessus, que la résistance à la flexion des mortiers augmente avec la durée de l'immersion au niveau des deux solutions, pendant toute la période de l'essai (3 mois).

La résistance des échantillons conservés dans la solution de sulfate de sodium est supérieure à celles des échantillons immergés dans la solution saturée de chaux.

L'augmentation de la résistance mécanique en flexion des mortiers conservés dans les deux solutions d'essai en fonction du temps est une réponse macroscopique de l'absence des fissures au sein des matériaux même après 3 mois d'immersion. Ce résultat est aussi dû à la forte compacité des mortiers provenant de l'évolution de l'hydratation des grains de ciment et la formation des phases hydratées.

# • La résistance des mortiers à la compression

La réduction de résistance a été déterminée en comparant la résistance à la pression des demis prismes récupérés de l'essai de flexion dans la solution de sulfate de sodium à celle des spécimens semblables traités dans la solution saturée de chaux. Les mesures ont été faites sur des demi-prismes (4 x 4 x 8 cm), chaque valeur donnée est la moyenne de six résultats de six demi- prismes (voir annexe C).



Fig. 48: Résistance à la compression des mortiers de la solution de sulfate de sodium.

Fig. 49: Résistance à la compression des mortiers de la solution saturée de chaux.



Fig. 50: Comparaison des résistances à la compression des mortiers dans les deux solutions.

D'après la figure 48, on voit bien une augmentation des résistances des trois mortiers jusqu'à deux mois d'immersion puis une légère diminution des résistances des MFC  $II_{(sulfate)}$  et MFC  $I_{(sulfate)}$  (filler calcaire). On observe une augmentation de la résistance, de tous les mortiers, avec la durée de l'immersion pour les échantillons conservés dans la solution de chaux (Fig.49).

La figure 50 de comparaison des résistances des trois mortiers dans les deux solutions d'essai nous permet de noter les remarques suivantes :

- Les résistances des mortiers avec microsilice à 14 jours sont insuffisantes, seulement 23.26 MPa et 21.6 MPa pour MSC II<sub>(sulfate)</sub> et MSC II<sub>(chaux)</sub>; ce résultat est du à la réaction pouzzolanique lente de l'addition minérale. Après cette date, l'augmentation de la résistance prend une vitesse remarquable pour atteindre 53.06 et 52.12 dans les solutions Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et Ca(OH)<sub>2</sub> respectivement.
- Les mortiers avec le filler calcaire et le ciment CEM II présentent une résistance assez importante à 14 jours, 29.06 et 28.77 MPa dans les solutions  $Na_2SO_4$  et  $Ca(OH)_2$ respectivement. La progression de cette résistance est relativement rapide pendant la période de l'hydratation jusqu'à l'âge de murissement. Par la suite, la vitesse de progression devient lente jusqu'à la fin de l'essai. Après 90 jours d'immersion, une perte de résistance de 3.23 MPa de MFC II<sub>(sulfate)</sub> par rapport à MFC II<sub>(chaux)</sub>.
- Les mortiers avec le filler calcaire et le ciment CEM I présentent une résistance très importante à 14 jours, 38.75 et 40.58 MPa dans les solutions  $Na_2SO_4$  et  $Ca(OH)_2$  respectivement. La progression de cette résistance est relativement lente pendant toute la période de l'essai. Après 90 jours d'immersion, une perte de résistance de 2.41 MPa de MFC  $I_{(sulfate)}$  par rapport à MFC  $I_{(chaux)}$ .

L'augmentation de la résistance à la compression de tous les mortiers jusqu'à 28 jours d'âge est le résultat de la poursuite du processus d'hydratation du ciment et à la formation progressive du gel C-S-H qui est le premier responsable de la résistance du béton. Ce résultat coïncide avec les résultats obtenus par Zelié et *al.* (2007) [112].

La diminution de la résistance du MFC II<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(sulfate)</sub> après 28 jours d'exposition dans la solution de sulfate de sodium est justifiée par la formation des produits expansifs de l'ettringite. Résultat justifié par Skalny et *al.* (2002) [98].Dans le MSC II<sub>(sulfate)</sub>, ces produits ont donnés naissance à un confinement de la matrice cimentaire, par conséquent, l'augmentation de la compacité et de la résistance à la compression pendant toute la durée d'immersion [109]. D'après Jambor (1998), le gain de résistance dans les premiers temps est le résultat de l'évolution du processus de l'hydratation du ciment et la formation de l'ettringite qui comble les vides, par conséquent, augmente la résistance. La perte qui s'en suit, est causée par l'expansion et le commencement de la microfissuration du matériau [61]. Selon Lee et *al.* (2008), Tae Lee et *al.* (2008) et Pipilikaki et *al.* (2009), l'incorporation du filler calcaire dans les bétons réduit la résistance à la compression lorsqu'ils sont conservés dans des solutions de sulfate de sodium. Ce résultat prouve l'effet négatif de l'emploi des fillers calcaires dans les bétons destinés aux milieux sulfatés [71, 88, 100].

Le test par la DRX a montré la présence d'une petite quantité du gypse dans MSC II<sub>(sulfate)</sub>, en comparant cette valeur avec celles marquées par MFC II<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(sulfate)</sub>. Selon Lee et *al.* (2008), cela explique l'absence de la perte de résistance dans MSC II<sub>(sulfate)</sub> [71].

Le faible contenu de la portlandite dans le MSC  $II_{(sulfate)}$  causé par la réaction pouzzolanique a aussi joué un rôle important dans l'augmentation de la résistance à la compression [84].

En opposé, Ghrici et *al.* (2007), le taux élevé de la portlandite des MFC II<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(sulfate)</sub> a provoqué la diminution de la résistance mécanique après 28 jours d'exposition [50]. Selon Tea Lee et *al.* (2008), la quantité importante de portlandite dans les mortiers MFC II<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(sulfate)</sub> est due à l'excès de calcaire dans la pâte de ciment qui provient du filler calcaire [100].

Malgré que le taux de l'ettringite soit important dans les mortiers MSC II<sub>(sulfate)</sub>, l'expansion est minime et la résistance mécanique augmente avec le temps d'exposition ; cela peut être expliqué par le confinement des pores par les produits expansifs et aussi par le faible contenu en gypse. Kurtis et *al.* explique cela par l'équilibre, produit entre l'ettringite et le gypse, qui à stabiliser ce mortier [66].

La perte de résistance des mortiers MFC II<sub>(sulfate)</sub> et MFC I<sub>(sulfate)</sub> après l'âge de 28 jours est aussi dû à la présence de la thaumasite. D'après Skanly et *al.* (2002), Richardson (2002) et Irassar (2009), les dommages dus à la formation de la thaumasite sont probablement plus destructifs que ceux provoqués par l'ettringite, car la thaumasite se forme à partir du C-S-H qui est sensé augmenter la résistance mécanique [69, 93, 98]. Les expériences faites par Halliwel et *al.* (1996) montrent que la résistance aux sulfates diminue avec le contenu en éléments calcaires [51]. Irassar (2009) a signalé la présence de la thaumasite dans les échantillons ayant une quantité de filler calcaire supérieur à 5% conservés dans la solution de sulfate de sodium pendant 12 mois d'essai [60].

Le mortier avec le ciment CEM I a marqué la formation simultanée de l'ettringite et de la thaumasite. D'après Teg (1999) et Gaze (1997), la formation de la thaumasite est souvent précédée ou accompagnée de la formation de l'ettringite, et même si ces deux phases présentent des similitudes dans leurs compositions, elles sont facilement distinguées par la DRX [48, 101].

La présence de la thaumasite dans ce mortier engendre des pertes de résistances. Cela explique que l'emploi d'un ciment résistant aux sulfates n'offre pas une amélioration de résistance pour ce type d'attaque du fait qu'il n'implique pas le C<sub>3</sub>A dans son développement. Résultat aussi trouvé par Halliwell et *al.* (1999) [51].

# • Le retrait des mortiers

L'expression du retrait se traduit par le rapport de la variation de la longueur de l'éprouvette  $(\Delta l)$  sur sa longueur de base (L) (voir annexe E). Malgré la diminution de longueur des éprouvettes, ce rapport est généralement exprimé positivement en  $\mu$ m/m et est représenté en fonction du temps (Fig.51).



Fig.51 : Evolution du retrait libre de dessiccation.

L'analyse des courbes de la figure montre que le retrait est faible pendant les premiers temps et que la plus grande partie du retrait de séchage a lieu à 28 jours. Les courbes prennent, ensuite, une pente assez importante jusqu'à 120 jours pour tous les mortiers. Au-delà de cette date, les courbes évoluent très lentement et tendent à se stabiliser. Le retrait du mortier MFC II durant une année d'essai est légèrement inférieur à ceux de MSC II et MFC I qui tendent à s'égaliser. Malgré que les mortiers MFC II et MFC I ne diffèrent dans leurs compositions que par le type de ciment, leurs retraits sont significativement différents. D'autre part, les mortiers MSC II et MFC I sont totalement différent du point de vue du type de l'addition minérale et de ciment utilisés, mais engendrent des retraits relativement identiques durant toute la période de l'essai.

Les retraits relativement élevés, illustré dans la figure 51, sont dus principalement à la composition des mortiers traités. En effet, les mortiers étudiés dans ce travail sont formulés en se basant sur la méthode du mortier de béton équivalent (MBE) et que le béton de référence est un béton autoplaçant. Le retrait de séchage de ces bétons est élevé du fait de l'augmentation du volume de la pâte et la diminution du volume de gros granulats. Ce jugement est en accord avec celui trouvé par Betonson et *al.* (2005), les granulats retiennent le retrait de la pâte de ciment ; plus le volume de granulats est élevé, plus la stabilité dimensionnelle est importante. Et une diminution de la taille maximale des gros granulats augmente le volume de la pâte qui engendre un retrait de séchage important [15].

Le retrait de dessiccation est lié à la migration de l'eau à l'intérieur du matériau qui est en déséquilibre avec le milieu extérieur. D'après Assie (2004), ce départ d'eau entraine peu ou pas de retrait dans un premier temps car il s'agit de l'eau libre contenue dans des pores de grandes dimensions. En revanche, lorsque le séchage continue, l'eau qui s'évapore est plus fortement liée (physiquement) aux autres constituants de la matrice cimentaire (hydrates en particuliers) et va donc générer une contraction du matériau. Cela explique les faibles valeurs des retraits des mortiers testés au jeune âge [9].

La plus grande partie du retrait de séchage qui a eu lieu avant l'âge de murissement (28 jours) est la conséquence du processus de l'hydratation de la matrice cimentaire, plus exactement à la consommation de l'eau dans les réactions chimiques. A partir de cette date et jusqu'à 120 jours, le phénomène de l'hydratation commence à s'amortir et par la suite une augmentation peu importante des retraits. Cette interprétation est en accord avec celle de Turcry (2004) qui explique que le séchage est toujours accompagné de la perte de masse du matériau [106]. Audelà de 120 jours, les retraits n'évoluent quasiment pas ce qui est dû à l'affinement des pores et à la diminution de la porosité. D'après Kamen (2007), le confinement des réseaux des pores est le résultat de l'avancement du processus de l'hydratation, et pour les mortiers avec microsilice, à la réaction pouzzolanique [62].

Le retrait du mortier avec la microsilice, MSC II, est plus important que ceux des mortiers avec le filler calcaire, résultat confirmé par Neviles (2000) [84]. D'après Druta (2003), cela peut être justifié par l'extrême finesse de la microsilice et l'absence du ressuage [38].

Le retrait des mortiers avec le filler calcaire est élevé ce qui est causé par le volume de la pâte en excès dans leur composition. Cependant, ce résultat contredit celui trouvé par Turcry et *al.* (2005) qui ont constaté que l'emploi des fillers calcaires dans un béton induit une augmentation de la compacité et par conséquent une baisse du transfert d'humidité donc du retrait de séchage [107].

Le retrait du mortier MFC I et relativement plus important par rapport à celui du mortier MFC II ce qui peut aussi être expliqué par l'absence du ressuage du mortier MFC I.

# • Variation des masses des mortiers

La variation dimensionnelle des mortiers au cours du temps est accompagnée d'une perte de masse due à l'évaporation de l'eau (annexe E).

La figure suivante illustre le pourcentage de la perte en masse des trois compositions de mortiers.



Fig. 52 : Perte de masse des mortiers en fonction du temps.

Le renseignement fort important à tirer des courbes de la figure 52 est que la perte de masse des trois mortiers aux jeunes âges est importante, dessiccation élevée, avant que les réactions de l'hydratation soient assez avancées pour modifier la structure porométrique de la matrice cimentaire. Après l'âge de murissement, les matériaux se dessèchent de plus en plus et en grande partie par le départ de l'eau vers le milieu extérieur avec une vitesse assez faible. Audelà de 90 jours, on remarque une légère augmentation de la masse interprétée par une légère diminution du taux de la perte.

Les pertes de masse des mortiers MFC II et MFC I tendent à s'égaliser et prennent des valeurs beaucoup plus importantes par rapport à celles du mortier MSC II.

La perte relativement élevée de masse des trois mortiers aux jeunes âges est due à la dessiccation élevée ; pendant ces premiers moments, les réactions de l'hydratation sont très actives. Avec l'avancement du processus de l'hydratation et le départ de l'eau vers le milieu extérieur (évaporation de l'eau causée par la chaleur de l'hydratation), les matériaux se dessèchent de plus en plus avec une vitesse relativement réduite due au confinement des pores. Au-delà de 90 jours, une légère augmentation de la masse des trois mortiers est signalée et qui est due à l'échange de l'eau avec l'extérieur. Ce résultat est, aussi, trouvé par Kamen (2007) [62].

La faible perte de masse du mortier MSC II (Fig.52) est due principalement à la diminution de la porosité par la réaction pouzzolanique de la microsilice qui contribue au confinement des pores dans la matrice cimentaire.

# Conclusion générale :

L'objectif de ce travail était de répondre clairement aux questions préalablement posées. En premier lieu, évaluer les conséquences potentielles à l'emploi des additions minérales, de réactivités différentes, sur le comportement mécanique des trois compositions de bétons autoplaçants. En deuxième lieu, comparer la durabilité et la déformation libre de dessiccation des mortiers de bétons équivalents.

Pour répondre à ces objectifs, nous avons commencé par définir les matériaux utilisés et les formulations des bétons et des mortiers. Ensuite, les bétons ont été caractérisés à l'aide d'essais spécifiques pour vérifier leurs aptitudes à remplir les données imposées par le cahier des charges pour un béton autoplaçant : la fluidité, la mobilité en milieu confiné et la ségrégation dynamique et statique se sont avérées correctes pour tous les bétons étudiés. Nous avons pu montrer à cette occasion que le béton formulé avec la microsilice présente une cohésion et une viscosité un peu plus importante par rapport à ceux avec le filler calcaire. Cela était le résultat de l'extrême finesse des grains de la microsilice et de sa forte demande en eau.

Nos premiers résultats expérimentaux ont montré que la résistance mécanique en compression des bétons de microsilice est largement supérieure à celles des bétons de filler calcaire. Son extrême finesse et sa réaction pouzzolanique sont les principales explications à cette observation.

En ce qui concerne les bétons de filler calcaire, leurs résistances à la compression n'ont pas marqué une sensible différence, elles sont très voisines du fait que les ciments employés possèdent des résistances équivalentes.

De même, notre étude a permis de vérifier si les différences de composition des mortiers avaient une influence majeure sur leurs résistances mécaniques, leurs retraits libres et leurs durabilités. A ce sujet, les essais sur mortiers ont prouvé qu'ils possèdent des comportements différents concernant la résistance vis-à-vis du sulfate de sodium et les déformations libres de dessiccation.
L'utilisation de la microsilice dans les mortiers exposés à l'attaque sulfatique externe a augmenté ces performances mécaniques et sa durabilité. Cependant, l'addition du filler calcaire, a présenté une dégradation même avec l'emploi du ciment résistant aux sulfates (CPA-CEM I /42,5).

En ce qui concerne le retrait libre de dessiccation, l'emploi de la microsilice n'est pas très satisfaisant. Son mortier a présenté un retrait remarquablement supérieur à celui du mortier de filler calcaire.

Pour finaliser, l'addition de la microsilice a donc deux effets antagonistes, d'une part, elle permet d'augmenter significativement la résistance mécanique et la durabilité en milieu sulfaté et d'autre part, elle cause par sa finesse une déformation libre de dessiccation importante.

# Perspectives de recherches :

De nouvelles études pourront faire suite à ce travail en envisageant de faire varier des paramètres tels que les matériaux, l'influence du diamètre maximum des gros granulats, du dosage en eau et d'autres additions minérales.

Bien que notre travail soit basé sur le retrait de dessiccation, des essais supplémentaires doivent êtres menés pour mieux connaître la susceptibilité des BAP à la fissuration, qui peut apparaître dans les premières phases de durcissement, due aux déformations au jeune âge.

Etant donné que le retrait des bétons dans les structures n'est pas libre, il sera intéressent de développer un dispositif de mesure du retrait empêché, permettant d'accéder à la contrainte produite dans le matériau.

En ce qui concerne les propriétés nécessitant la continuité de recherches, on peut augmenter la durée de l'essai de l'attaque sulfatique et d'étudier le phénomène de la dégradation sous le sulfate de magnésium, qui présente aussi une menace pour les constructions en béton.

### Références normatives

- **NF P 15-433:** Norme française. Méthodes d'essais des ciments. Détermination du retrait et du gonflement.
- **NF P 15–473 :** Norme française. Méthodes d'essais des ciments. Détermination du temps de prise et de la stabilité.
- **NF P 18 –011 :** Normalisation française. Bétons. Classification des environnements agressifs.
- **NF P 18-400 :** Norme française. Bétons. Moules pour éprouvettes cylindriques et prismatiques.
- **NF P 18–404 :** Norme française. Essais d'étude, de convenance et de contrôle. Confection et conservation des éprouvettes.
- NFP 18 407 : Bétons. Essai de flexion.
- **NF P 18-412 :** Norme française. Bétons. Caractéristiques particulières des machines hydrauliques pour essais de compression (presse pour matériaux durs).
- **NF P 18-413 :** Norme française. Bétons. Caractéristiques particulières des machines hydrauliques pour essais de flexion des matériaux durs.
- **NF P 18-433 :** Norme française. Essai pour béton durci. Résistance à la flexion sur éprouvettes.
- NF P18-435 : Norme française. Essai pour béton durci. Masse volumique du béton.
- NF P 18-440 : Norme française. Essai pour béton durci. Masse volumique.
- **NF P 18-443 :** Norme française. Essai pour béton frais. Teneur en air méthode de compressibilité.
- **NF P 18-455 :** Norme française. Essai pour béton durci. Résistance à la compression des éprouvettes.
- **NF EN 197-1 :** Normalisation française. Ciment : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants.
- XP P 18- 540 : Normalisation française. Granulats. Définitions, conformité, spécifications.

NFP 18-553 : Normalisation française. Granulats. Préparation d'un échantillon pour essai.

- **NF P 18–554 :** Normalisation française. Granulats. Mesures des masses volumiques, de la porosité du coefficient d'absorption et de la teneur en eau des gravillons et cailloux.
- **NF P 18–555 :** Normalisation française. Granulats. Mesures des masses volumiques, coefficient d'adsorption et teneur en eau des sables.
- **NF P 18–558 :** Normalisation française. Granulats. Détermination de la masse volumique absolue des fines.
- NFP 18-560 : Normalisation française. Granulats. Analyse granulométrique par tamisage.
- NFP 18-561 : Normalisation française. Granulats. Mesure du coefficient d'aplatissement.
- NFP 18-572 : Normalisation française. Granulats. Essai d'usure Micro-Deval.

NFP 18-573: Normalisation française. Granulats. Essai Los Angeles.

- **NF P 18–591:** Normalisation française. Granulats. Détermination de la propreté superficielle.
- **NF P 18–592:** Normalisation française. Granulats. Essai au bleu de méthylène : Méthode à la tâche.
- *NF P18–597:* Normalisation française. Granulats. Détermination de la propreté des sables : équivalent de sable à 10 % de fines.
- NFP 18-851 : Normalisation française. Granulats.
- NF EN 196–3 : Norme française. Méthodes d'essais des ciments. Détermination du temps de prise et de la stabilité.
- **NF EN 932-1 :** Norme française. Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats : Méthodes d'échantillonnage.
- **NF EN 933-1 :** Norme française. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats : Détermination de la granularité Analyse granulométrique par tamisage.

- **NF EN 933-3 :** Norme française. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats : Détermination de la forme des granulats-Coefficient d'aplatissement.
- **NF EN 933-8 :** Norme française. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats : Évaluation des fines- Equivalent de sable.
- **NF EN 933–9 :** Norme française. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats : Qualification des fines Essai au bleu de méthylène.
- NF EN 1008 : Norme française. Eau de gâchage pour bétons. Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton.
- NF EN 12620 : Granulats pour bétons.

# Références bibliographiques

- [1] Acher. P., Torrenti. J.M., Ulm. F.J., 2004 Comportement du béton au jeune âge. Ed. Lavoisier. Paris, France, 186p.
- [2] Adenot. F., Gerard. B., Torrenti. J.M., 1999 Etat de l'art. PP: 19-46. In Torrenti. J.M., Olivier. D., Olivier. J.P., Plas. F., 1999 – "La dégradation des bétons : Couplage fissuration-Dégradation chimique". Ed. Hermes. Paris, France.
- [3] Aïtcin. P.C., 2001 Bétons de haute performance. Ed. Eyrolles. Paris. France. 683p.
- [4] Al- Amoudi. O.S.B Mechanisms of sulfate attack in plain and blended cement: A review. Department of Civil Engineering. Saudi Arabia. pp: 172 – 188.
- [5] Alcocer. C., Berdard-gély. A., Bertin. J.F., Bourdette. B., Cussigh. F., Dallemange. R., Deville Bichot. D., Durand. E., Elguedj. J.P., Guérinet. M., Guiroud. P., Hawthorn.
   F., Lebourgois. S., Lemoine. B., Malier. Y., Perigois. P.Y., Reymond. A., 2003 -Monographie d'ouvrage en BAP. Collection technique CIMBETON, 152p.
- [6] Almeida. E. S., 2005 Avaliação do efeito de um adjuvante redutor de retracção no betáo auto-Compactável. Projecto final de curso. Universidade do Algarve escola superior de tecnologia. Área departamental de enghenharia civil. 102p.
- [7] Andriamanantsilavo. R., 2003 Comportement des matériaux cimentaires dans un coffrage : Expérimentation, modélisation et simulation de la poussée et du processus de maturation. Thèse de doctorat. Laboratoire de Génie Mécanique et Matériaux. Université de Bretagne Sud. 131p.
- [8] Assié. S., 2005 Durabilité comparative des bétons autoplaçant et des bétons vibrés de même résistance mécanique. XXIII<sup>èmes</sup> rencontres Universitaires de Génie Civil. Prix Jeunes Chercheurs. Toulouse. Cedex. 8p.
- [9] Assié. S., 2004 Durabilité des bétons autoplaçants. Thèse de doctorat. Institut national des sciences appliquées de Toulouse. France. 249p.
- [10] Baron. J., Sauterey. R., 1982 Les bétons hydrauliques : Connaissance et pratique. Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Paris. France. 560p.
- [11] Baroghel Bouny. V., 1994 Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons-Méthodes, analyse, interprétation. Thèse de doctorat. Ministère de l'équipement, des Transport et du Tourisme, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC). Paris. France. 468p.

- [12] Bertolini. L., Elsener. B., Rob Polder. P.P., 2004 Corrosion of Steel in Concrete Prevention, Diagnosis, Repair. WILEY VCH edition. 392p.
- [13] Bertron. A., 2004 Durabilité des matériaux cimentaires soumis aux acides organiques. Cas particuliers des effluents d'élevage. Thèse de doctorat. Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, INSA-UPS. Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse. 261p.
- [14] Bethmont. S., 2005 Mécanisme de ségrégation dans les bétons autoplaçants (BAP) : Etude expérimentale des interactions granulaires. Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. 159p.
- [15] Betonson BV, NL., Degussa., Doka Schalungstechnik GmbH., Hanson., Holcim., 2005 -The European Guidelines for Self-Compacting Concrete Specification, Production and Use. 63p.
- [16] Boeraeve. R. P., 2009 Cours de Béton armé. 11p.
- [17] Bonnet. S., Khelidj. A., 2000 La durée de vie des ouvrages en béton armé situés sur la façade atlantique. Report n°2-1: Concrete in marine environment. MEDACHS Interreg IIIB Atlantic Space Project N°197. Institut de recherché en Génie Civil et Mécanique. 33p.
- [18] Boutiba. A., Accélération du durcissement par énergies renouvelables du béton frais et caractérisation du béton durci. Thèse de magister. Physiques et mécaniques des matériaux. Université M'hand Bougarra. Boumerdes. Algérie. 136p.
- [19] Bucea. L., Khatri. R., Sirivivatnanon. V., 2005 Chemical and Physical Attack of Salts on Concrete. UrbanSalt Conference. CSIRO Manufacturing and Infrastructure Technology. 16p.
- [20]Carde. C., 2007 Pathologie. L'ettringite. Laboratoire de la matière. Béton N° 9. PP : 75-76.
- [21] Carré. H., 2005 Evaluation du risque de ségrégation des BAP par la méthode de mortier de béton équivalent. XXIII<sup>èmes</sup> Rencontres de Génie Civil. Risque et environnements. 8p.
- [22] Chanut. S., Geoffray., J. M., Valette. S., 2000 MBE, formulation et suivi rhéologique des bétons. Prise en compte des conditions thermiques dans la formulation de béton fortement défloculé. Projet national CALIBÉ. Paris. 15p.

- [23] Chanut. S., Geoffray. J.M., 2001 MBE, formulation et suivi rhéologique des bétons. Expérimentation de béton auto-plaçant pour sites agressifs. Chantier expérimental. Projet national CALIBÉ. Paris. 21p.
- [24] Chanvillard. G., 1999 Le matériau béton : connaissances générales. Ed. ENTPE Aléas. Lyon. France. 169p.
- [25] Chatterji. S., 1982 Probable mechanisms of crack formation at early ages of concretes: A literature survey, Cement and Concrete Research, 12, pp 371-376. In Kamen. A., 2007 « comportement au jeune âge et différé d'un BFUP écrouissant sous les effets thermomécaniques ». Thèse de doctorat. École Polytechnique Fédérale de Lausanne. 246p.
- [26] Codina. M., 2007 Les bétons bas pH : Formulation, caractérisation et étude à long terme. Thèse de doctorat. Institut National des Science Appliquées. Génie Civil. 201p.
- [27] Collepardi. M., 2003 Self-Compacting Concrete: what is new? Lings of Seventh CANMET/ACI International Concrete on Superplasticizers and Other al Admixtures in Concrete. Berlin. Germany. 16p.
- [28] Collepardi. M., Borsoi. A., Collepardi. S., Troli. R., 2005 Strenght, shrinkage and creep of SCC and flowing concrete. PP: 911- 919. In Shah. S. P., "SCC 2005": Second North American Conference on the Design and Use of Self-compacting concrete. Fourth International RILEM Symposium on Self-Compacting concrete. An Hanley Wood Publication. 10p.
- [29] Cussigh. F., 2007 Bétons auto-plaçants (BAP). Editions T.I. C2217. PP: 1-8.
- [30] Day. R.L., Ward. M.A., 1988 Sulphate durability of plain and fly ash mortars. MRS Symposia Proceedings, 113. PP: 153-161. In Skalny. J., Marchand. J., Odler. I., 2002 "Sulfate attack on concrete". Spon Press Edition. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [31] Dehwah. H.A.F., 2007 Effect of sulfate concentration and associated cation type on concrete deterioration and morphologicale changes in cement hydrates. Construction and Building Materials 21. PP : 29-39.
- [32] De Larrard. F., Sedran. T., Une nouvelle approche de la formulation des bétons -Laboratoire Central des Ponts et Chaussées Centre de Nantes. France. 26p.
- [33] De Schutter. G., 2005 Guidelines for testing fresh self-compacting concrete. Testing SCC. Growth Contract No. GRD2-2000-30024. 24p.

- [34] Détriché. C.H., 1996 La maitrise de la fissuration précoce : Condition de la durabilité des ouvrages. PP : 107-128. In Baron. J., Olivier. J. P., 1996 "La durabilité des bétons". Ed. Presse de l'école nationale des ponts et chaussées. Paris. France. 453p.
- [35] Dieryck. V., Desmyter. J., 2005 Le béton auto-compactant. PP: 491- 502. In Apers. J., Broucke. A., Denoël. J.F., Hardy. P., Vandewalle.L., 2006 - Technologie du béton. Groupement Belge du Béton. 582p.
- [36] Dierkens. M., 2005 Mesures rhéologiques et modélisation des matériaux en cours de prise. Thèse de doctorat. Ecole doctorale Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique (MEGA). 267p.
- [37] Divet. L., 2002 Comment se prémunir des réactions sulfatiques dans les bétons ? Point sur normes actuelles et quelques recommandations. Bulletin du laboratoire de Ponts et Chaussées – 240- Réf 4447. PP: 87-94.
- [38] Druta. C., 2003 Tensile strength and bonding characteristics of self- compacting concrete. Master thesis. Polytechnic University of Bucharest. 115p.
- [39] Duval. R., Hornaim. H., 1996 La durabilité des bétons vis-à-vis des eaux agressives. In Baron. J., Ollivier. J. P "La durabilité des bétons". Edition Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Paris. France. PP: 351-391. 453p.
- [40] Eglinton. M., 1998 -Resistance of Concrete to Destructive Agents". in P.C. Hawlett (ed.), Lea's Chemistry of Cement and Concrete, Arnold, London. PP: 300-342. In Skalny. J., Marchand. J., Odler. I., 2002 Sulfate attack on concrete. Spon Press Edition. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [41] Eric. P., Koehler. E.P., Fowler. D.W., 2007 Aggregates in Self-Consolidating Concrete. Final Report ICAR Project 108. Aggregates Foundation for Technology, Research, and Education (AFTRE). International Center for Aggregates Research (ICAR). The University of Texas at Austin. 353p.
- [42] Esping. O., Löfgren. I., 2006. Investigation of early age deformation in selfcompacting concrete", 2<sup>nd</sup> International Symposium on Advances in Concrete Science. Quebec. Canada. PP: 11-15.
- [43] Esping. O., 2006. Investigation of autogenous deformation in self-compacting concrete. International RILEM Conference on Volume Changes of Hardening Concrete. Lyngby. Denmark. PP: 273-282.

- [44] Esping. O., 2007- Early age properties of self-compacting concrete Effects of fine aggregate and limestone filler. Department of Civil and Environmental Engineering. Building Technology. Chalmers University of Technology. Sweden. 206p.
- [45] Fonolloza. P., 2002 Propriétés Mécaniques et Microstructurales de Nouvelles Matrices A Ultra Haute Performance. Thèse de doctorat. Université Paris VI et université Sherbrooke. 102p.
- **[46] Gagné. R., 2007** Durabilité et réparation des bétons. Université de Sherbrooke. Département de Génie Civil. 62p.
- [47] Gaimster. R., Dixon. N., 2003 Self-compacting concrete. pp : 1- 23. In Newman. J., Choo. B. S., 2003 - "Advanced Concrete Technology, Processes". Butterworth-Heinemann. Elsevier. 699p.
- [48] Gaze. M.E., 1997 The effects of varying gypsum content on thaumasite formation in a cement-lime-sand-mortar at 5 °C", Cement and Concrete Research 27. pp: 259–265. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Spon Press Edition. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- **[49] Geoffray. J.M., 1999** mortier de béton équivalent. Calcul de composition. Essais. Projet national CALIBÉ. France. 20p.
- [50] Ghrici. M., Kenai. S., Said-Mansour. M., 2007 Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements. Cement and Concrete Composites 29. PP : 542–549.
- [51] Halliwell. M.A., Crammond. N.J., 1996 Deterioration of brickwork retaining walls as a result of thaumasite formation. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [52] Halliwell. M.A., Crammond. N.J., 1999 Avoiding the thaumasite form of sulfate attack. Proceedings 8th DBMC, Vancouver, Canada.
- [53] Haouas. A., 2007 Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires Caractérisation et modélisation chimico-hydro-mécanique du retrait. Thèse de doctorat. Ecole Normale de Cachan. Cedex. France. 204p.
- [54] Hatimi. I.E., 1999 Contribution à l'étude physico-chimiques de la consolidation des poussières de four de cimenterie par des cendres volantes. Mémoire de maitrise en sciences appliquées. Université Sherbrooke (Québec). Canada. 198p.

- [55] Hela. R., Hubacek. A., 2006 Research of aerated self compacting concrete problems.
   PP: 245-249. In Alexander. M.G., Beushausen. H.D., Dehn. F., Moyo. P., 2006 "Concrete Repair, Rehabilitation and Retrofitting". Taylor and Francis Group. London.
- [56] Henri. C., 1999 Etude de la formation de l'ettringite secondaire avec divers types de sulfates alcalins et dosages en gypses. Mémoire de maitrise en sciences appliquées. Université Sherbrooke (Québec). Canada. 156p.
- [57] Hill. J., Byars. E.A., Sharp. J.H., Lynsdale. C.J., Cripps. J.C., Zhou. Q., 2003 An experimental study of combined acid and sulfate attackof concrete. Cement and Concrete Composites 25. PP : 997–1003.
- [58] Holcim. H., 2005 Le béton autocompactant. 1<sup>ère</sup> édition. Version 26.11.2004. Suisse. 31p.
- [59] Irassar. E.F., Bonavetti. V.L., Trezza. M.A., Gonz\_alez. M.A., 2005 Thaumasite formation in limestone filler cements exposed to sodium sulphate solution at 20°C. Cement & Concrete Composites 27. PP: 77–84.
- [60] Irassar. E.F., 2009 Sulfate attack on cementitious materials containing limestone filler -A review. Cement And Concrete Research. Volume 39. PP : 241-254.
- [61] Jambor. J., 1998 Sulfate corrosion of concrete", unpublished manuscript summarizing his views on sulfate durability of concrete. In Skalny. J., Marchand. J., Odler. I., 2002 -Sulfate attack on concrete. Spon Press Edition. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [62] Kamen. A., 2007 comportement au jeune âge et différé d'un BFUP écrouissant sous les effets thermomécaniques. Thèse de doctorat. École Polytechnique Fédérale de Lausanne. 246p.
- [63] Khayat. K.H., Aïtcin. P.C., 1993 Silica Fume A Unique Supplementary Cementitious Material, Mineral Admixtures in Cement and Concrete. ABI, Vol. 4, ISBN 81-85522-04-9. PP: 226-265.
- [64] Khayat. K., 1999 Les bétons autonivelants. PP: 479-483. In Baron.J., Ollivier.J.P., 1999
  " Les bétons: Bases et données pour leur formulation". Ed. Eyroless. Paris. France. 522p.
- [65] Khelifa. R., Brunetaud. X., Al-Mukhtar. M., 2008 Conséquences mécaniques de l'attaque sulfatique externe sur des bétons autoplaçants. XXVI<sup>e</sup> Rencontres Universitaires de Génie Civil. 9p.

- [66] Kurtis. K.E, Monteiro. P.J.M., Brown. J.T., Meyer-Ilse. W., Mechanisms of Concrete Damage Caused by Sulfate Attack Examined through Transmission X-ray Microscopy. 3p.
- **[67] Lachaud. R., 1979 -** Thaumasite et ettringite dans les matériaux de construction. Annales de l'institut technique du bâtiment et des travaux publics. Paris. N° 3 70. PP: 1-7.
- [68] Ladang. C., 2005 Les additions : Cendres volantes, fumées de silice, fillers, laitiers. PP: 119-131. In Apers. J., Broucke. A., Denoël. J.F., Hardy. P., Vandewalle.L., 2006 Technologie du béton. Groupement Belge du Béton. 582p.
- [69] Le Bescop. P., Adenot. F., Galle. C., Lovera. P., 1998- Dégradation des matériaux à base de liants hydrauliques en milieu saturé Application au comportement à long terme des colis " béton ". CEA-DCC/DESD/SESD CE Saclay et CE Cadarache, France. 4p.
- [70] Lédée. M., De Larrard. F., Sedran. Th., Brochu. F., 2004 Essai de compacité des fractions granulaires à la table à secousses. Mode opératoire. Méthode d'essai N°61. Techniques et méthodes des laboratoires ponts en chaussées. LCPC. Cedex. Paris. France.
- [71] Lee. S.T., Hooton. R.D., Jung. H.S., Park. D. H., Choi. S.C., 2008 Effect of limestone filler on the deterioration of mortars and pastes exposed to sulfate solutions at ambient temperature. Cement and Concrete Research 38. PP: 68–76.
- [72] Lee. T.P., 2003 Deterioration mechanisms. PP: 10- 36. In Mays. G., 2003 "Durability of concrete structures: Investigation, repair, protection". Chapman and hall edition. London. New York. Tokyo. Melbourne. Madras. 287p.
- [73] Lisbôa. E.M., 2004 Obtenção do concreto autodensável utilizando residuo do beneficiamento do mármore e granite e estudo de propriedades mecânicas. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil. 144p.
- [74] Lota. L.S., Pratt. P.L., Bensted. J., 1995 -A discussion of the paper 'Microstructural and microanalytical studies of sulfate attack' by R.S. Gollop and H.F.W. Taylor", Cement and Concrete Research 25: 1811–1813. In Skalny. J., Marchand. J., Odler. I., 2002 - Sulfate attack on concrete. Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 230p.
- [75] Mata Luis. A., 2004. Implementation of Self-consolidating Concrete (SCC) for Prestressed Concrete Girders. Master Thesis of Science in Civil Engineering. Raleigh, North Carolina. 19p.

- [76] Mehta. P.K., 1973a Mechanism of expansion associated with ettringite formation, Cement and Concrete Research 3: 1–6. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Ed. Spon Press. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [77] Mehta P.K., 1973b Effect of lime on hydration of pastes containing gypsum and calcium aluminates or calcium sulfoaluminates. Journal of the American Ceramic Society 56: 315-319. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 "Sulfate attack on concrete". Edition Spon Press. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [78] Mehta P.K., 1981- Studies on blended portland cements containing santorin earth, Cement and Concrete Research, 11. PP: 507-518. In Kamen A., 2007 – « comportement au jeune âge et différé d'un BFUP écrouissant sous les effets thermomécaniques ». Thèse de doctorat. École Polytechnique Fédérale de Lausanne. 246p.
- [79] Mehta. P.K., 2003 Concrete in the marine environment. Elsevier Applied Science. London and New York. USA. 225p.
- [80] Méthode d'essai 2000 Béton, suivi rhéologique sur mortier de béton équivalent. Calcul de composition – essais rhéologiques. Projet National CALIBE. Fabrication du béton. MBE, formulation et suivi rhéologique des bétons, la méthode MBE. PP: 14 – 23.
- [81] Meziani. M., 2006 Influence de l'ajout de la brique broyée dans un béton autoplaçant. Mémoire de fin d'étude. Université de Bejaïa. Algérie.82p.
- [82] Nausha. A., Aness. U.M., Shabreer. A., Fadi S.M., 1999 Corrosion studies on microsilica added cement in marine environment. PP: 2571-2617. Technical Report No. TR 3804/ EVP 93001 in "Corrosion Protection Performance of Microsilica Added Concretes in NaCl and Seawater Environments". Construction and Building Materials. Vol. 13. PP: 213-219.
- [83] Neville. A., 2004 The confused world of sulfate attack on concrete. Cement and concrete research 34. PP: 1275-1296.
- [84] Neviles. A.M., 2000 Propriétés des bétons. Edition Eyrolles, Paris, France, 755p.
- [85] Newman. J, Choo. B.S., 2003 Advanced Concrete Technology. Processes. Great Britain. Ed. Butterworth-Heinemann. Elsevier. 699p.
- **[86] Okamura. H., Ouchi. M., 2003** Self-compacting concrete. Journal of advanced concrete technology V.1, N°.1. pp: 5-15.

- [87] Petrov. N., 2003 : effets combinés de différents facteurs sur l'expansion des bétons causée par la formation différée de l'ettringite, Thèse de doctorat à l'université Sherbrooke Canada.
- [88] Pipilikaki. P., Katsioti. M., Gallias. J.L., 2009 Performance of limestone cement mortars in a high sulfates environment. Construction and Building Materials 23. PP: 1042-1049.
- [89] Planel. D., 2002 Les effets couplés de la précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimique des Bétons. Thèse de doctorat. Physico-Chimie des matériaux. U.F.R de Sciences et Technologies. Université de Marne La Vallée. Agence nationale pour la gestion des déchets radioactifs. 13p.
- [90] Poulson. B., 2002 Specification and Guidelines for Self-Compacting Concrete. EFNARC. 32p.
- [91] Prasad. J., Jain. D.K., Ahuja. A.K., 2006 Factors influencing the sulphate resistance of cement concrete and mortar. Department of Civil Engineering, I.I.T.R.Asian Journal of Civil Engineering (Building Housing). Roorkee. India. Vol. 7, N° 3. PP : 259-268.
- [92] Regourd. M., 1982 La résistance du béton aux altérations physiques et chimiques. PP : 513-531. In Baron. J., sauterey. R., 1995- "Le béton hydraulique". Presse de l'école nationale des ponts et chaussées. Paris. France.
- **[93] Richardson. M.G., 2002 -** Fundamentals of Durable Reinforced Concrete. Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 273p.
- [94] Rozière. E., 2007 Concept de performance équivalente appliquée aux bétons exposés à la lixiviation et aux attaques sulfatiques externes. XXV<sup>èmes</sup> Rencontres Universitaires de Génie Civil. 8p.
- [95] Rozière. E., Grodin. F., Loukili. A., Wenger. E., 2007 Etude expérimentale et modélisation des attaques de sulfate dans les matériaux cimentaires. 18<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique. 6p.
- **[96] Russell. P., 2005 -** Efflorescence and the discoloration of concrete. Taylor and Francis Ed. 56p.
- [97] Sadok Hadriche. M., 1998 Modélisation du comportement du béton autoplaçant : Effet de la composition. Mémoire de maîtrise des sciences appliquées. Université de Sherbrooke (Québec), Canada. 244p.

- [98] Skalny. J., Marchand. J., Odler. I., 2002 Sulfate attack on concrete. Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [99] S.V.A (Sachverstandigenausschus) in Stark. J., Wicht. B., 2001. Dauerhaftigkeit von Beton. Birkhauser verlac.
- [100] Tae Lee. S., Hooton. R.D., Jung. H.S., Park. D.H., Sik Choi. C., 2008 Effect of limestone filler on the deterioration of mortars and pastes exposed to sulfate solutions at ambient temperature. Cement and Concrete Research 38. PP: 68–76. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Ed. Spon Press. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [101] TEG Report., 1999 The thaumasite form of sulfate attack: risks, diagnosis, remedial works and guidance on new construction", Report of the Thaumasite Expert Group, Department of the Environment, transport and the Regions. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [102] Terence. C.H., 2005 Silica fume. User's Manual. Silica Fume Association. Federal Highway Administration. 183p.
- [103] Tian. B., Cohen. M.D., 2000 -Does gypsum formation during sulfate attack on concrete lead to expansion?, Cement and Concrete Research 30: 117–123. In Skalny J., Marchand J., Odler I., 2002 – "Sulfate attack on concrete". Spon Press Ed. Taylor and Francis Group. London and New York. 217p.
- [104] Toma. G., 1999 Comportement des bétons aux jeunes âges. Thèse de PhD. Université Laval. Québec. Canada. 264p.
- [105] Toutanji. H.A., Liu. L., El-khorch. T., 1998 The role of silica fume in the direct strength of cement-based materials. Materials and Structures / Matériaux et Constructions. Vol. 32. PP : 203 209.
- [106] Turcry. Ph., 2004 Retraits et fissuration des bétons autoplaçants influence de la formulation. Thèse de doctorat. Ecole Centrale de Nantes. Université de Nantes. Ecole Doctorale Mécanique, Thématique et Génie Civil. France. 223p.
- [107] Turcry. Ph., Rozière. E., Loukili. A., 2005 Influence du volume de pâte et des additions sur le retrait et la fissuration des bétons autoplaçants. XXIII<sup>ièmes</sup> rencontres universitaires de Génie Civil Risques et Environnement. 8p.

- **[108] Vicat. L.,** La technologie du béton. GUF\FORMATION\BETON\TECHNOBETON v05\_01. Degussa Construction Chemicals France. 140p.
- [109] Wee. T.H., Suryavanshi. A.K., Wong. S.F., Anisur Rahman. K.M., 2000 Sulfate resistance of concrete containing mineral admixture. ACI Mater 97(5). PP: 536-49. In Lee. S. T., Hooton. R. D., Jung. H.S., Park. D. H., Choi. S. C., 2008 - "Effect of limestone filler on the deterioration of mortars and pastes exposed to sulfate solutions at ambient temperature". Cement and Concrete Research 38. PP: 68-76.
- **[110] Wüstholz. T., 2003 -** Fresh properties of self-compacting concrete (SCC). 179 Otto-Graf-Journal Vol. 14. PP: 179 – 188.
- [111] Yajun.J., Cahyadi. J. H., 2004 Simulation of silica fume blended cement hydration. Materials and Structures /Matériaux et Constructions, Vol. 37. PP : 397-404.
- [112] Zelié. J., Radovanovi. I., Jozié. D., 2007- The effect of silica fume additions on the durability of Portland cement mortars exposed to magnesium sulfate attack. 4p.
- [113] Zia. P., Nunez. R.A., Mata. L.A., 2004 Implementation of self-consolidating concrete for prestressed concrete girders. Final Report. Department of Civil, Construction, and Environmental Engineering. North Carolina State University. 82p.

### Annexe A : Fiche de données de l'adjuvant MEDAFLUID SFR 122.

#### 1- Utilisation du produit : Adjuvant pour bétons, mortiers et coulis

#### 2 - Composition / Information sur les composants :

Caractéristique chimique : Lignosulfonate modifié, Composant pas dangereux.

#### 3- Identification des dangers :

Identification particulière de danger pour l'homme et l'environnement : non combustible et non explosif.

#### 4- Premiers secours : Indications générales.

Après contact avec la peau : Laver la peau à l'eau et au savon.

Après contact avec les yeux : Rincer abondamment les yeux avec de l'eau.

Après ingestion : Faire boire beaucoup d'eau. Consulter le médecin.

#### 5- Manipulation et stockage :

Manipulation: Eviter un contact permanent avec la peau

Mesures de protection contre l'incendie et l'explosion : Non combustible et non explosif.

Stockage : - Garder le produit dans des récipients fermés hermétiquement.

- Stocker à l'abri du gel et de la chaleur

- La température doit être comprise entre  $t = 5^{\circ}c$  et  $t = 40^{\circ}c$ .

#### 6- Contrôle de l'exposition / protection individuelle

Equipement de protection individuelle : gants et lunettes adéquats

Vêtements de protection : port de vêtements adaptés pour éviter le contact cutané

Mesures générales de protection et d'hygiène : Ne pas fumer.

### 7- Propriétés physiques et chimiques :

Etat physique : Liquide

Couleur : Marron

Odeur : Résine de bois

Changement d'état : Stable

*Température de solidification* : 0°c.

Solubilité dans l'eau : Soluble

PH: 6.5

Densité : 1,22

#### 8- Stabilité et réactivité :

Condition à éviter : Gel et chaleur.

Réaction dangereuses : Décomposition thermique

*Produits de décomposition dangereux* : A très haute température, oxydes de carbone, oxydes de sulfure.

# Annexe B : Masses volumiques des bétons.

## Evolution des masses volumiques des bétons :

<b>D</b> (4	E	volution	de la masse	e volumique o	des bétons (F	Kg∕m³)
Betons	0 jour	1 jour	7 jours	28 jours	90 jours	180 jours
	2296	2283	2309	2331	2333	2326
BSC II	2307	2296	2296	2334	2345	2349
	2294	2273	2301	2309	2317	2330
Masse volumique moyenne	2299	2284	2302	2326	2332	2335
	2319	2307	2322	2326	2332	2337
BFC II	2325	2317	2326	2399	2341	2339
	2296	2289	2329	2343	2346	2344
Masse volumique moyenne	2313	2304	2326	2336	2339	2340
					1	1
	2296	2289	2309	2317	2325	2462
BFC I	2292	2283	2298	2320	2335	2340
	2314	2311	2301	2332	2330	2329
Masse volumique moyenne	2301	2294	2303	2323	2330	2337

# Annexe C : Résistances mécaniques des bétons et des mortiers

# <u>Résistance à la compression des bétons (MPa) :</u>

Dátana	Ré	esistance à l	a compressi	on
Belons	7 j	28 j	90 j	180 j
	24	39,6	41,4	56,2
BSC II	27,8	43,3	39,05	49,3
	25,9	38	43	52,75
Résistance moyenne	25,9	40,3	41,15	52,75
	32,3	38,5	40,05	45,3
BFC II	28,8	40,1	40,4	41,87
	33,2	38,16	38,95	41,23
Résistance moyenne	31,43	38,92	39,8	42,8
	30,12	40,25	43,2	45,5
BFC I	35,79	39,7	42,18	44,67
	32,64	40,95	42,87	45,73
Résistance moyenne	32,85	40,3	42,75	45,3

## <u>Résistance à la compression des mortiers (MPa) :</u>

Montiona		So	lution Na <sub>2</sub> S	04			Sol	ution Ca <sub>2</sub> (O	PH)₂	
wortiers	14 j	21j	28 j	56 j	91 j	14 j	21j	28 j	56 j	91 j
	22,65	31,68	38,46	49,95	51,65	23,56	28,88	44,51	50,31	50,93
	23,90	30,72	42,25	50,65	52,53	22,93	32,72	42,14	50,45	$51,\!87$
MSC II	23,10	33,19	41,91	50,47	53,25	19,28	33,28	40,09	50,20	52,50
MSC II	24,41	30,47	44,69	50,87	52,94	19,81	29,33	42,24	50,69	52,12
	21,40	34,25	41,96	50,28	53,50	20,11	32,72	43,34	50,39	51,64
	24,12	32,94	46,10	50,01	54,52	23,79	32,29	41,18	50,42	53,68
Résistance moy	23,26	32,21	42,56	50,37	53,07	21,58	31,54	42,25	50,41	52,12
	28,31	32,54	48,38	44,28	43,47	27,25	35,50	45,91	46,16	45,91
	29,93	33,04	45,66	43,78	42,18	29,08	34,98	47,04	39,66	47,98
MFC II	29,82	34,01	47,40	44,04	43,72	29,80	31,63	42,48	48,94	45,93
	31,33	35,28	47,36	42,60	45,02	26,20	32,39	43,05	47,29	46,83
	27,14	35,35	46,56	44,25	42,78	29,89	34,73	46,18	44,71	45,66
	27,83	35,02	45,81	45,29	43,17	30,42	33,51	48,43	47,17	47,43
Résistance moy	29,06	34,21	46,86	44,04	43,39	28,77	33,79	45,52	45,66	46,62
	38,02	36,22	41,33	43,59	48,48	42,09	42,80	50,38	50,71	44,72
	42,24	40,03	39,14	53,68	48,34	40,75	42,65	41,98	47,21	49,59
MEC I	30,70	48,36	36,58	52,96	42,08	41,52	41,75	40,61	52,11	41,12
	32,91	46,68	41,77	52,95	42,46	38,66	41,43	43,49	49,86	41,43
	44,02	39,00	51,10	51,38	43,85	39,88	45,09	52,59	50,07	45,12
	44,59	43,87	47,42	55,25	43,86	34,93	46,51	49,15	45,40	43,57
Résistance moy	38,75	42,36	44,73	45,75	44,85	40,58	43,41	46,25	46,66	47,26

	Résista	nce à la flex	tion des moi	rtiers de la :	solution							
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>											
Mortiers	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j							
	2,1722	5,27	5,96	7,28	8,35							
MSC II	2,6027	5,38	6,59	8,77	9,04							
	2,4937	4,83	5,89	8,23	8,64							
Résistance moyenne	2,42	5,16	6,146	8,09	8,676							
	•	•	•	•	•							
	2,2897	5,6	5,82	8,61	8,71							
MFC II	2,0153	5,64	5,23	7,5	8,45							
	2,3607	6,04	6,11	6,8	8,73							
Résistance moyenne	2,221	5,76	5,72	7,636	8,63							
	•	•		•								
	3,1073	8,21	7,61	8,27	8,9							
MFC I	2,6479	7,24	8,07	8,43	9,28							
	3,1037	7,24	8,99	8,8	9,96							
Résistance moyenne	2,95	7,56	8,22	8,5	9,38							

## <u>Résistances à la flexion des mortiers (MPa):</u>

	Résista	nce à la flex	ion des mor Ca(OH)2	rtiers de la s	solution
Mortiers	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j
	2,1367	5,07	6,57	9,27	8,27
MSC II	2,0993	5,34	6,25	7,1	7,76
	1,8593	5,15	6,69	6,71	7,54
Résistance moyenne	2,031	5,186	6,5	7,69	7,86
	2,2058	4,4	6,22	6,71	7,15
MFC II	2,2255	4,95	6,07	6,58	6,42
	2,1299	4,64	5,05	6,72	7,38
Résistance moyenne	2,187	4,66	5,78	6,67	6,98
		[	[		
	2,9377	5,97	6,7	7,57	7,33
MFC I	2,7148	6,32	7,16	7,75	7,05
	2,906	6,25	6,75	6,94	8,13
Résistance moyenne	2,85	6,18	6,87	7,42	7,5

Annexe D : Mesure des expansions et des gains de masses :

### <u>Les valeurs de dl(t) 10<sup>6</sup> mm:</u>

Mortier de la solution Na2SO4 :

	2 j	3 j	7 j	12 j	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j
	1704,5	1832,5	1758	1830	1859	1861,5	1850	1842	1857,5
MSC II	1795	1707,5	1815,5	1818	1815	1814	1812,5	1810	1812
	1685	1803,5	1820	1862,5	1825,5	1869	1911	1909	1922
dl(t) moyenne	1728,17	1781,17	1797,83	1836,83	1833,17	1848,17	1857,83	1853,67	1863,83
	1538	1589,5	1603,5	1619	1623	1623	1623	1721	1727,5
MFC II	1334	1389,5	1402,5	1391,5	1403,5	1398	1408,5	1540	1516
	1485	1525	1551,5	1520	1533,5	1524	1531	1532	1564,5
dl(t) moyenne	1452,33	1501,33	1519,17	1510,17	1520	1515	1520,83	1597,67	1602,67
	•			•	•		•		
	1718	1787	1796,5	1787,5	1788,5	1782,5	1788,5	1782	1781
MFC I	1505,5	1555,5	1569,5	1557,5	1557,5	1558	1550,5	1565	1566
	1649,5	1721,5	1791	1785	1785,5	1772	1775,5	1771	1771,5
dl(t) moyenne	1624,33	1688	1719	1710	1710,5	1704,17	1704,83	1706	1706,17

## Mortier de la solution Ca<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub> :

	2 j	3 j	7 j	12 j	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j
	2018,5	2040	2058	2060	2070	2090	2176	2143	2150,5
MSC II	1842	1845	1846,5	1953,5	1951,5	1956,5	1943	1921	1949
	1606,5	1631	1666	1762	1759	1765	1753,5	1747	1770,5
dl(t) moyenne	1822,33	1838,67	1856,83	1925,17	1926,83	1937,17	1957,5	1937	1956,67
	1248	1346,5	1372	1383,5	1391	1385	1390,5	1390	1387,5
MFC II	1082	1167,5	1180	1182,5	1150,5	1145,5	1150,5	1157,5	1151
	1282	1373,5	1387,5	1383,5	1383	1388	1388,5	1395	1391
dl(t) moyenne	1204	1295,833	1313,17	1316,5	1308,17	1306,17	1309,83	1314,17	1309,83
		•						•	
	1702	1775,5	1750	1740,5	1730,5	1729	1728	1739	1738,5
MFC I	1680,5	1750,5	1783,5	1782,5	1779,5	1782	1785,5	1788,5	1788,5
	1680,5	1789,5	1790,5	1776	1774,5	1771	1774	1770	1773
dl(t) moyenne	1687,67	1771,83	1774,67	1766,33	1761,5	1760,67	1762,5	1765,83	1766,67

		Les mortier	s conservés	dans les solu	itions d'essai	i				
Jours	La	solution Na	2 <b>SO</b> 4	La s	La solution Ca(OH) <sup>2</sup>					
	MSC II	MFC II	MFC I	MSC II	MFC II	MFC I				
2	0	0	0	0	0	0				
3	331,000	306,3	397,900	102,1	574,000	526,000				
7	435,400	416	591,700	215,6	682,300	543,800				
12	679,100	361,5	535,400	642,7	701,100	491,600				
14	662,500	416,7	538,600	653,1	650,000	458,300				
21	750,000	391,7	499,000	717,7	638,500	456,300				
28	807,600	428,1	503,100	718,8	661,500	467,700				
56	784,300	908,4	510,400	719,8	688,500	494,800				
91	788,400	939,6	511,500	839,6	661,500	493,700				

# Les valeurs d'expansion (ɛ(t)10<sup>3</sup> mm):

## Les masses des mortiers de la solution Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (en grames):

	2 j	3 j	7 j	12 j	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j
	514,4	538,65	542,49	542,77	541,78	542,45	541,53	541,41	541,38
MSC II	519,48	545,73	548,71	549,53	548,83	549,18	548,92	548,66	548,59
	526,91	551,39	554,01	555,29	554,72	555,12	554,66	554,23	554,34
Masse moy	520,26	545,26	548,4	549,2	548,44	548,92	548,37	548,1	548,1
		-	-	-	-	-		-	
	558,41	566,24	568,72	567	570,93	571,88	570	570,53	570,9
MFC II	562,26	570,72	573,1	575,02	575,28	575,93	574,92	574,75	575,07
	557,38	563,86	566,33	569,15	568,78	569,26	568,16	568,62	569,03
Masse moy	559,35	566,94	569,38	570,39	571,66	572,36	571,03	571,3	571,67
	553,83	562,24	565,23	566,68	566,66	567,35	566,09	566,85	567,05
MFC I	545,67	552,27	555,23	557,05	557,57	557,66	556,7	556,92	557,17
	548,09	556,55	559,19	561,21	561,36	561,72	560,87	561,37	561,65
Masse moy	549,2	557,02	559,88	561,65	561,86	562,24	561,22	561,71	561,96

	2 j	3 j	7 j	12 j	14 j	21 j	28 j	56 j	91 j
	529,44	557,11	559,79	561,4	560,18	561,14	560,65	560,8	561,96
MSC II	525,02	550,52	553,39	554,45	553,32	554,85	554,26	554,14	554,76
	527,55	552,91	555,82	556,97	555,84	557,73	556,82	557,18	557,36
Masse moy	527,34	553,51	556,33	557,61	556,45	557,91	557,24	557,37	558,03
v		I	<u> </u>	<u> </u>		I		<u> </u>	
	562,54	571,18	573,51	575,84	575,79	576,91	576,19	575,64	575,7
MFC II	543,48	553,45	555,65	557,67	557,89	558,77	558,08	557,86	557,67
	558,28	566,16	568,38	570,81	570,77	571,92	571,29	570,82	571,05
Masse moy	554,77	563,60	565,85	568,11	568,15	569,20	568,52	568,11	568,14
<b>v</b>	<u> </u>	1				1	1	1	
	542,16	550,35	553,21	555,37	555,48	556,85	555,75	555,85	555,52
MFC I	549,84	558,07	561,19	563,47	563,45	564,62	563,89	563,81	563,73
	543,52	553,09	555,96	558,55	558,29	559,51	558,91	559,1	559,21
Masse	545,17	553,84	556,79	559,13	559,07	560,33	559,52	559,59	559,49
moy									

Les masses des mortiers de la solution Ca(OH): (en grames):

Le	gain e	de i	masse	des	mortiers	dans	les	solutions	d'essai	(en	pourcentag	ze):	•
_													

	Sa	olution Na <sub>2</sub> S	5 <b>0</b> 4	Solution Ca(OH) <sub>2</sub>			
Jours	MSC II	MFC II	MFC I	MSC II	MFC II	MFC I	
2	0	0	0	0	0	0	
3	4,58	1,34	1,4	4,73	1,57	1,56	
7	5,13	1,76	1,91	5,21	1,96	2,09	
12	5,27	1,94	2,22	5,43	2,35	2,5	
14	5,14	2,15	2,25	5,23	2,36	2,49	
21	5,22	2,27	2,32	5,48	2,54	2,7	
28	5,13	2,05	2,14	5,37	2,42	2,56	
56	5,08	2,09	2,23	5,39	2,35	2,58	
91	5,08	2,16	2,27	5,5	2,35	2,61	

Annexe E : Mesure du retrait libre et de la perte de masse :

### <u>Les valeurs de dl(t) 10° mm :</u>

Mortier	1j	3 j	7 j	14 j	28 j	60 j	90 j	120 j	150 j	180 j	210 j	360 j
	1940	1935,5	1823	1782	1735,5	1692,5	1668	1634	1633,5	1632,5	1633	1639
MSC II	1780	1775	1767,5	1622	1562	1559,5	1555	1550,5	1549	1548	1545	1549,5
	1941	1913	1829,5	1785,5	1726	1683,5	1657,5	1630	1622	1616	1622	1625
dl (t) moyen	1887,00	1874,5	1806,67	1729,83	1674,50	1645,17	1626,83	1604,83	1601,50	1598,83	1600,00	1604,50
	I	<b>I</b>	1	1	T	1	1	1	1	I	1	ſ
	1852	1851,5	1847	1730	1679	1662	1648	1617	1617	1617,5	1611	1608
MFC I	1757	1756,5	1631,5	1607,5	1564	1561	1560	1558	1554	1549,5	1549	1552,5
	2435	2435	2344	2223,5	2175	2135	2105	2101	2095,5	2089,5	2092,5	2089
dl (t) moyen	2014,67	2014,33	1940,83	1853,67	1806,00	1786,00	1771,00	1758,67	1755,50	1752,17	1750,83	1749,83
				·		•	•	•	•			
	1535	1520	1435	1395	1335	1257	1253,5	1228,5	1225	1221	1221	1227
MFC II	1780	1762,5	1746	1605,5	1555	1554	1552,5	1551	1548,5	1540,5	1546	1545
	2020	2009,5	1994	1967	1815	1765	1733,5	1719	1717	1715	1716	1718
dl (t) moyen	1778,33	1764	1725,00	1655,83	1568,33	1525,33	1513,17	1499,50	1496,83	1492,17	1494,33	1496,67

Jours	MSC II	MFC II	MFC I
1	0,00	0,00	0,00
3	89,58	2,08	81,25
7	502,08	461,45	333,33
14	982,29	1006,25	765,6
28	1328,12	1304,16	1312,50
60	1511,45	1429,16	1580,95
90	1626,04	1522,91	1657,29
120	1763,54	1600,00	1742,70
150	1784,37	1619,79	1759,37
180	1801,04	1640,62	1788,54
210	1793,75	1648,95	1775,00
360	1765,62	1655,20	1760,41

# <u>Les valeurs du retrait (ɛ(t)10³ mm) :</u>

# Evolution des masses (en grammes) :

Mortier	1 j	3 j	7 j	14 j	28 j	60 j	90 j	120 j	150 j	180 j	210 j	360 j
	553,33	543,39	533,73	528,35	527,03	527,13	526,88	528,39	529,48	530,77	534,89	536,03
MSC II	551,83	544,17	531,68	526,71	524,77	524,65	524,33	525,95	527,42	528,8	532,1	533,42
	553,29	542,71	532,39	527,39	526,49	526,7	526,55	528,06	529,3	530,25	534,66	536,01
masse moyenne	552,82	543,42	532,6	527,48	526,1	526,16	525,92	527,47	528,73	529,94	533,88	535,15
	562,43	538,33	525,31	520,65	518,14	518,06	518,24	518,96	520,56	522,28	526,29	527,72
MFC II	553,53	538,07	523,11	515,9	512,52	511,15	510,58	511,21	512,8	514,55	517,18	518,54
	561,04	540,75	525,3	519,91	517,15	516,72	516,86	517,66	519,38	521,13	524,64	526,02
masse moyenne	559	539,05	524,57	518,82	515,94	515,31	515,23	515,94	517,58	519,32	522,7	524,09
	547,59	517,79	510,84	506,56	503,88	503,15	502,94	503,06	504,43	506,05	509,46	510,55
MFC I	547,68	529,01	521,72	516,74	513,22	511,7	510,92	510,99	512,53	514,22	517,94	518,95
	548,72	522,32	514,65	510,97	507,63	506,74	506,51	506,64	508,09	509,74	513,62	514,7
masse moyenne	548	523,04	515,74	511,42	508,24	507,2	506,79	506,9	508,35	510	513,67	514,73

Jours	Mortier MSC II	Mortier MFC II	Mortier MFC I
1	0,00	0,00	0,00
3	1,70	3,57	4,55
7	3,66	6,16	5,89
14	4,58	7,19	6,67
28	4,83	7,70	7,25
60	4,82	7,82	7,45
90	4,87	7,83	7,52
120	4,59	7,70	7,50
150	4,36	7,41	7,23
180	4,14	7,10	6,93
210	3,43	6,49	6,26
360	3,20	6,24	6,07

## <u>Perte de masse (en pourcentage):</u>

### Annexe F : La diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive pour l'identification et la détermination quantitative des différentes formes cristallines présentes dans un solide.

La méthode générale consiste à irradier un échantillon de poudre par un faisceau monochromatique (une seule longueur d'onde) de sorte que les différentes phases cristallines différentes à différentes angles de rotation  $\theta$ .

La diffraction des rayons X permet de déterminer les phases cristallines présentes dans les matériaux à partir de leurs propriétés telles que les distances entre les plans réticulaires et les intensités correspondantes. Sous une radiation monochromatique à certains angles  $\theta$ , les atomes du plan réticulaire réfléchissent le faisceau de rayons X selon des directions caractéristiques aux phases minérales. L'intensité d'un pic correspond à la sommation du nombre de directions diffractées selon une phase parallèle enregistrées numériquement en coups par seconde. La détermination des angles  $2\theta$  permet de trouver les distances entre les différents plans réticulaires et, ainsi, déduire les phases minérales présentes par comparaison aux fiches ASTM déjà établies sur les propriétés des différents minéraux, par la relation de Bragg :



Avec :  $\lambda$  : Longueur de l'onde de la radiation utilisée.

d : Distance interréticulaire entre les plans hkl.

k = 1 (un plan réticulaire).

## Les fiches PDF (Powder Diffraction File):

### <u>Quartz:</u>

<u>Name and formula</u>	
Reference code:	01-083-0539
Mineral name: PDF index name:	Quartz Silicon Oxide
Empirical formula:	$O_2Si$
Chemical formula:	$SiO_2$
Crystallographic parameters	
Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P3121
Space group number:	152
a (Å):	4.9210
b (Å):	4.9210
c (Å):	5.4163
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Calculated density (g/cm^3):	2.63
Volume of cell $(10^{6} \text{ pm}^{3})$ :	113.59
Z:	3.00
RIR:	3.07
<u>Subfiles and Quality</u>	
Subfiles:	Inorganic
	Mineral
	Alloy, metal or intermetalic
	Corrosion
	Pharmaceutical
	ICSD Pattern
	Excipient
Quality:	Star (S)
<u>Comments</u>	
ANX:	AX2.
Wyckoff Sequence:	c a (P3121).
ICSD collection code:	79634.

References

Primary reference:	Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
Structure:	Glinnemann, J., King, Jr., H.E., Schulz, H., Hahn, Th., La Placa,
	S.J., Dacol, F., Z. Kristallogr., 198, 177, (1992)

<u>Peak list</u>

No.	h	k	1	d [A]	2Theta[	<u>deg] I [%]</u>
1	1	0	0	4.26171	$20.827^{-1}$	21.7
2	1	0	1	3.34924	26.593	100.0
3	1	1	0	2.46050	36.488	6.5
4	0	1	2	2.28570	39.389	6.6
5	1	1	1	2.24018	40.224	3.1
6	2	0	0	2.13086	42.384	4.9
$\overline{7}$	0	2	1	1.98292	45.718	2.8
8	1	1	2	1.82111	50.046	11.3
9	0	0	3	1.80543	50.511	0.4
10	2	0	2	1.67462	54.772	3.4
11	1	0	3	1.66241	55.209	1.5
12	2	1	0	1.61078	57.138	0.2
13	2	1	1	1.54395	59.857	7.9
14	1	1	3	1.45561	63.902	1.5
15	3	0	0	1.42057	65.673	0.4
16	2	1	2	1.38440	67.616	4.9
17	0	2	3	1.37748	68.002	6.1
18	3	0	1	1.37409	68.193	6.6
19	0	1	4	1.29050	73.296	1.8
20	0	3	2	1.25800	75.515	2.4
21	2	2	0	1.23025	77.531	1.3
22	1	2	3	1.20194	79.715	2.4
23	2	2	1	1.19969	79.895	1.5
24	1	1	4	1.18630	80.982	2.1
25	3	1	0	1.18199	81.339	2.4
26	3	1	1	1.15481	83.677	1.5
27	0	2	4	1.14285	84.756	0.2
28	2	2	2	1.12009	86.899	0.1
29	0	3	3	1.11641	87.257	0.2

#### Stick Pattern



Calcium hydroxide Ca(OH)2 :



## Calcite (CaCO<sub>3</sub>):



<u>Ettringite :</u>



### Thaumasite:



### <u>Gypse :</u>


Calcium silicate hydrate (C-S-H):



Chaux libre CaO :





Oxyde de fer (Fe2SO4) :



Oxyde de magnésium (MgO) :



Oxide de sodium (Na2O):



Oxide de potassium (K2O):



Oxide d'aluminium (Al2O3):

