



**HAL**  
open science

# Formulation de bétons décarbonés à base de clinker, métakaolin et d'addition calcaire pour une application aux produits préfabriqués

Lucas Mosser

► **To cite this version:**

Lucas Mosser. Formulation de bétons décarbonés à base de clinker, métakaolin et d'addition calcaire pour une application aux produits préfabriqués. Génie civil. IMT - MINES ALES - IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2023. Français. NNT : 2023EMAL0004 . tel-04233378

**HAL Id: tel-04233378**

**<https://theses.hal.science/tel-04233378v1>**

Submitted on 9 Oct 2023

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

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

**THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR  
DE L'INSTITUT MINES-TELECOM (IMT) –  
ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES D'ALÈS (IMT MINES ALÈS)**

**En Mécanique et Génie Civil**

**École doctorale I2S – Information, Structures, Systèmes**

**Unité de recherche C2MA**

**FORMULATION DE BÉTONS DÉCARBONÉS À BASE DE CLINKER,  
MÉTAKAOLIN ET D'ADDITION CALCAIRE POUR UNE APPLICATION  
AUX PRODUITS PRÉFABRIQUÉS**

**Présentée par Lucas MOSSER**

**Le 26 mai 2023**

**Sous la direction de Eric GARCIA-DIAZ,  
Patrick ROUGEAU et François JACQUEMOT**

**Devant le jury composé de :**

Martin CYR, Professeur, Université Paul Sabatier Toulouse III  
Emmanuel ROZIERE, Professeur, École Centrale de Nantes  
Myriam CARCASSES, Professeure, Université Paul Sabatier Toulouse III  
Thierry SEDRAN, Docteur, Ingénieur TPE, Université Gustave Eiffel  
Eric STORA, Docteur, Rector Lesage  
Eric GARCIA-DIAZ, Professeur, IMT Mines Alès  
Patrick ROUGEAU, Docteur, HDR, Cerib  
François JACQUEMOT, Docteur, Cerib

Président, rapporteur  
Rapporteur  
Examinatrice  
Examineur  
Examineur  
Directeur  
Co-encadrant  
Co-encadrant





## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt porté à ces travaux de thèse. En particulier Emmanuel ROZIERE d'avoir accepté de rapporter ces travaux et Martin CYR d'avoir également accepté la tâche de rapporteur et de présider le jury.

Je remercie également Eric GARCIA-DIAZ d'avoir dirigé cette thèse ainsi que Patrick ROUGEAU et François JACQUEMOT pour leur confiance et leurs conseils tout au long de ces travaux.

Un grand merci aux membres de l'équipe DMEC du Cerib : Josette, Suzanne, Eric, Laurence, Thomas D., Jérôme, Céline, Pierre-Yves, Florian, Yoann, Bertrand, Antoine, Valentin, Jonathan, Pauline B., Pauline M., Paulo, Thomas P., Marion, Christèle, Philippe, Sarah et Marjorie. Votre aide précieuse et la bonne humeur que vous véhiculez rendent le travail au Cerib très agréable. Merci également aux stagiaires ayant participé aux travaux : Claire, Camille et Léa.

Merci aux membres du Service Informatique, du Service Communication et des Services Généraux du Cerib pour leur aide lors de l'organisation de la soutenance.

Je n'oublie pas les membres de l'équipe DMS du C2MA aux Mines d'Alès ainsi que les autres doctorants du centre. Merci pour votre accueil chaleureux lors de mes visites occasionnelles !

À mes amis Nico, Schmidtos, Metos, Merwish, Marjo, Elise, Elena et Régulette. Bien que nous nous soyons éparpillés, merci pour tous les bons moments passés ensemble et de m'avoir soutenu dans les périodes plus difficiles.

Aux membres de la table ronde David, Simon et Pierre, merci pour votre amitié sans faille après toutes ces années. Vivement notre prochaine tablée ! Johnny, merci pour cette amitié fraternelle qui dure depuis nos premiers éperviers.

Je tiens enfin à remercier les membres de ma famille et en particulier mes parents. Merci pour tout ce que vous avez pu m'offrir et de m'avoir soutenu dans tout ce que j'ai pu entreprendre au cours de ma vie. Je n'aurais pas pu arriver jusqu'ici sans vous et ne pourrai jamais être assez reconnaissant.

Ce manuscrit est dédié à ma sœur Marie.

## Résumé

Afin de contribuer à l'atteinte des objectifs de la Stratégie Nationale Bas Carbone, la réglementation RE2020 impose des seuils dégressifs de l'empreinte carbone des bâtiments. Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans la démarche entreprise par l'Industrie du Béton de réduire l'empreinte carbone de ses systèmes constructifs. Il s'agit dans un premier temps, lors de la conception, de diminuer les quantités de béton utilisées en optimisant le dimensionnement structurel. À cela s'ajoute l'optimisation du matériau, qui consiste à diminuer la teneur en clinker du béton. Dans cette optique, deux voies de réduction ont fait l'objet des recherches : la substitution du clinker par des additions minérales ou la diminution du volume de pâte.

Une des contraintes principales de production des produits préfabriqués est la nécessité d'atteindre une résistance mécanique minimale au jeune âge ( $\leq 24$  heures). Cette exigence est liée aux opérations de démoulage et/ou de manutention réalisées à des échéances adaptées aux cadences de production. En général, réduire la teneur en clinker du béton entraîne automatiquement une diminution de sa résistance, en particulier au jeune âge. Pour pallier ce phénomène, différents leviers à l'échelle du matériau et du procédé de fabrication peuvent être employés.

Dans un premier temps, la substitution d'une teneur élevée en clinker (50 % à 70 %) par un mélange d'additions calcaires ou un mélange de métakaolin et d'addition calcaire a été étudiée. Des performances mécaniques ainsi que des propriétés rhéologiques et de durabilité équivalentes voire supérieures à celles d'un béton témoin (80 % de CEM I et 20 % d'addition calcaire) ont pu être mesurées. Ces performances ont pu être atteintes par le biais d'une réduction importante de la teneur en eau (rapport Eau/Liant de 0,3) ainsi que l'application d'un traitement thermique de 40 °C pendant 8 heures.

Dans un second temps, l'intérêt s'est porté sur la réduction du volume de pâte par l'optimisation de la compacité du squelette granulaire via un modèle prédictif (Modèle d'Empilement Compressible). Une diminution de 50 L/m<sup>3</sup> à 100 L/m<sup>3</sup> de pâte a pu être réalisé sans impacter les propriétés rhéologiques et mécaniques mesurées. Par l'association de ces deux voies et l'optimisation de l'adjuvantation, il a été possible de mettre au point des formulations de béton à empreinte carbone réduite et répondant au cahier des charges industriel défini. Ces formulations présentent une empreinte carbone inférieure à 150 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>, ce qui représente une réduction de l'ordre de 50 % par rapport au béton témoin.

**Mots-clés** : Béton à faible empreinte carbone, métakaolin, addition calcaire, compacité, volume de pâte

## Abstract

French RE2020 regulations define decreasing carbon footprint thresholds for building products. The research work presented in this thesis is motivated by the necessity for precast industrials to respect those restrictions. Concrete's carbon footprint can be efficiently decreased by reducing its clinker content. To succeed, two methods can be used: substituting clinker with mineral additions or decreasing paste volume.

High early-age ( $\leq 1$  day) strength of concrete is the major precast production prerequisite. This problematic originates from demoulding and handling products at times imposed by production rates. In general, clinker content reduction tends to reduce concrete's mechanical performances, especially at early age. This strength loss can be compensated by adapting some composition and process parameters.

First, high clinker content substitution rates (50% to 70%) by a combination of two limestone additions or a mix of metakaolin and limestone addition have been studied. Similar mechanical, rheological and durability performances have been measured in comparison with a reference concrete (80% of Portland cement and 20% of limestone addition). Those properties have been obtained by highly reducing the water content (water/binder ratio of 0.3) and applying a thermal treatment (40°C for 8 hours).

Then, paste volume reduction via numerically optimized granular compacity (Compressible Packing Model) has been investigated. A decrease of 50 to 100 L/m<sup>3</sup> of paste has been achieved for constant rheological and mechanical performances. Finally, by applying both methods of clinker reduction, low carbon footprint concrete compositions meeting industrial specifications have been developed. A carbon footprint lesser than 150 kg.eq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> has been achieved, which represent a decrease of 50% compared to the reference concrete.

**Keywords:** low-carbon footprint concrete, metakaolin, limestone, compacity, paste volume

# Table des matières

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Partie 1 : Introduction générale</b>                              | <b>9</b>  |
| <b>1. Changement climatique</b>                                      | <b>9</b>  |
| 1.1. Historique  | 9         |
| 1.2. Conséquences  | 10        |
| 1.3. Politique française   | 10        |
| <b>2. Construction en béton et empreinte carbone</b>                 | <b>11</b> |
| 2.1. Origine   | 11        |
| 2.2. Cadre réglementaire   | 12        |
| 2.3. Cadre normatif  | 14        |
| <b>3. Conclusion et organisation du manuscrit</b>                    | <b>21</b> |
| <b>Partie 2 : Substitution du ciment par des additions minérales</b> | <b>22</b> |
| <b>Chapitre 1 : État de l'art</b>                                    | <b>23</b> |
| <b>1. Additions calcaires</b>  | <b>23</b> |
| 1.1. Généralités   | 23        |
| 1.2. Propriétés en combinaison avec du ciment                        | 25        |
| <b>2. Métakaolin</b>   | <b>40</b> |
| 2.1. Généralités   | 40        |
| 2.2. Propriétés en combinaison avec du ciment                        | 42        |
| <b>3. Synergies entre métakaolin et addition calcaire</b>            | <b>53</b> |
| 3.1. Propriétés rhéologiques   | 53        |
| 3.2. Hydratation   | 54        |
| 3.3. Résistances mécaniques  | 56        |
| 3.4. Retrait   | 58        |
| 3.5. Durabilité  | 59        |
| <b>4. Conclusion</b>   | <b>61</b> |
| <b>Chapitre 2 : Étude préliminaire sur mortiers</b>                  | <b>63</b> |
| <b>1. Démarche expérimentale</b>                                     | <b>63</b> |
| 1.1. Matériaux utilisés  | 63        |
| 1.2. Méthodes  | 66        |
| <b>2. Résultats et interprétations</b>                               | <b>69</b> |
| 2.1. Propriétés rhéologiques   | 71        |
| 2.2. Évaluation de l'effet de dilution                               | 72        |
| 2.3. Réduction de la teneur en eau                                   | 73        |
| 2.4. Application d'un traitement thermique                           | 74        |
| 2.5. Solutions à très faibles teneurs en espèces réactives           | 76        |
| 2.6. Empreinte carbone   | 77        |
| <b>3. Conclusion partielle</b>                                       | <b>80</b> |

|  |   |            |
|--|---|------------|
| 4.   | <b>Étude de la microstructure sur pâte</b> .....              | <b>80</b>  |
| 4.1.   | Démarche/plan d'expérience .....                              | 80         |
| 4.2.   | Résultats et discussions .....                                | 84         |
| 5.   | <b>Conclusion</b> .....                                       | <b>95</b>  |
| <b>Chapitre 3 : Application à l'échelle du béton</b> ..... |   | <b>97</b>  |
| 1.   | <b>Démarche expérimentale</b> .....                           | <b>97</b>  |
| 1.1.   | Matériaux utilisés.....                                       | 97         |
| 1.2.   | Méthodes.....   | 97         |
| 2.   | <b>Résultats et discussion : 1<sup>ère</sup> gâchée</b> ..... | <b>108</b> |
| 2.1.   | Formulations .....  | 108        |
| 2.2.   | Essais à l'état frais .....                                   | 108        |
| 2.3.   | Résistance à la compression .....                             | 110        |
| 2.4.   | Résistance au fendage .....                                   | 111        |
| 2.5.   | Module d'Young.....   | 111        |
| 2.6.   | Retrait et gonflement.....                                    | 112        |
| 3.   | <b>Résultats et discussion : 2<sup>nde</sup> gâchée</b> ..... | <b>114</b> |
| 3.1.   | Formulations .....  | 114        |
| 3.2.   | Porosité à l'eau .....  | 115        |
| 3.3.   | Carbonatation accélérée.....                                  | 116        |
| 3.4.   | Résistivité et migration des ions chlorure.....               | 118        |
| 4.   | <b>Étude économique et environnementale</b> .....             | <b>119</b> |
| 4.1.   | Hypothèses de calcul .....                                    | 119        |
| 4.2.   | Étude comparative des solutions développées .....             | 122        |
| 5.   | <b>Conclusion</b> .....                                       | <b>124</b> |
| <b>Chapitre 4 : Application en usine</b> .....             |   | <b>125</b> |
| 1.   | <b>Les Murs à Coffrage Intégré (MCI)</b> .....                | <b>125</b> |
| 2.   | <b>Formulations réalisées en usine</b> .....                  | <b>127</b> |
| 3.   | <b>Résultats d'essais</b> .....                               | <b>129</b> |
| 3.1.   | Essais à l'état frais .....                                   | 129        |
| 3.2.   | Résistances mécaniques .....                                  | 129        |
| 3.3.   | Résistivité et migration des ions chlorure.....               | 130        |
| 3.4.   | Porosité à l'eau .....  | 130        |
| 3.5.   | Carbonatation accélérée.....                                  | 131        |
| 4.   | <b>Étude environnementale</b> .....                           | <b>131</b> |
| 4.1.   | Cadre de l'ACV .....  | 131        |
| 4.2.   | Résultats de l'ACV .....                                      | 137        |
| 5.   | <b>Conclusion</b> .....                                       | <b>139</b> |

|   |            |
|---|------------|
| <b>Partie 3 : Optimisation de la compacité</b> .....      | <b>141</b> |
| <b>Chapitre 1 : État de l'art</b> .....                   | <b>142</b> |
| <b>1. Compacité du squelette granulaire</b> .....         | <b>142</b> |
| 1.1. Influence sur la rhéologie .....                     | 142        |
| 1.2. Influence sur la résistance à la compression .....   | 143        |
| <b>2. Volume de pâte</b> .....                            | <b>143</b> |
| 2.1. Influence sur la rhéologie .....                     | 143        |
| 2.2. Influence sur la résistance à la compression .....   | 144        |
| <b>3. Conclusion</b> .....                                | <b>146</b> |
| <b>Chapitre 2 : Optimisation de la compacité</b> .....    | <b>147</b> |
| <b>1. Le Modèle d'Empilement Compressible (MEC)</b> ..... | <b>147</b> |
| 1.1. Mélange binaire sans interaction (cas idéal) .....   | 147        |
| 1.2. Mélange binaire avec interactions partielles.....    | 148        |
| 1.3. Mélange polydispersé : cas général.....              | 149        |
| 1.4. Détermination de la compacité réelle.....            | 150        |
| 1.5. Prédiction de certaines propriétés du béton.....     | 151        |
| 1.6. Programme utilisé.....                               | 156        |
| <b>2. Essais de caractérisation à réaliser</b> .....      | <b>156</b> |
| 2.1. Analyses granulométriques.....                       | 156        |
| 2.2. Masse volumique réelle .....                         | 158        |
| 2.3. Compacité résiduelle .....                           | 158        |
| 2.4. Détermination de l'indice de serrage K .....         | 162        |
| 2.5. Validation du modèle.....                            | 163        |
| <b>3. Conclusion</b> .....                                | <b>167</b> |
| <b>Chapitre 3 : Réduction du volume de pâte</b> .....     | <b>169</b> |
| <b>1. Squelette granulaire non optimisé</b> .....         | <b>169</b> |
| <b>2. Squelette granulaire optimisé</b> .....             | <b>170</b> |
| <b>3. Résistance à la compression</b> .....               | <b>172</b> |
| <b>4. Prédications du modèle</b> .....                    | <b>173</b> |
| 4.1. Viscosité .....                                      | 173        |
| 4.2. Affaissement au cône d'Abrams .....                  | 174        |
| 4.3. Résistance à la compression .....                    | 175        |
| <b>5. Empreinte carbone et coûts</b> .....                | <b>176</b> |
| <b>6. Application aux liants ternaires</b> .....          | <b>177</b> |
| 6.1. Résistances mécaniques .....                         | 179        |
| 6.2. Empreinte carbone et coûts .....                     | 180        |
| <b>Conclusion générale</b> .....                          | <b>185</b> |
| <b>Références bibliographiques</b> .....                  | <b>189</b> |
| <b>ANNEXES – FTP des constituants utilisés</b> .....      | <b>207</b> |

## Partie 1 : Introduction générale

Les travaux de cette thèse sont motivés par un contexte d'urgence climatique. Cette problématique actuelle nécessite la mise en place d'actions collectives, y compris pour l'Industrie du Béton. Afin d'initier la mise en place d'une démarche de réduction de l'empreinte carbone des bétons, il faut d'abord comprendre l'origine de cette urgence ainsi que les conséquences du changement climatique en cas d'inaction. Pour contextualiser les solutions étudiées au cours de cette étude, il est aussi important d'identifier les cadres actuels politique, réglementaire et normatif. Ceux-ci peuvent en effet représenter des freins au développement de ces solutions mais également des opportunités. Enfin, il est nécessaire de faire l'inventaire des solutions bas carbone existantes afin d'identifier les axes de recherche les plus pertinents.

### 1. Changement climatique

#### 1.1. Historique

La découverte d'un potentiel dérèglement du climat initié par les émissions de gaz à effet de serre (Eges) liées à l'activité humaine n'est pas récente. En 1896, Svante Arrhenius (1859-1927) publia une étude dans laquelle il quantifia l'effet des variations de concentration en CO<sub>2</sub> sur les variations de température de l'atmosphère. Il conclut alors qu'une augmentation de cette concentration provoquait une augmentation de la température globale, plus ou moins marquée en fonction de la localisation terrestre [1].

Plus tard, du fait d'une prise de conscience progressive des conséquences d'un tel dérèglement ainsi que de son caractère anthropogène, des actions communes mondiales ont été entreprises. À la suite de la Conférence des Nations Unies sur l'environnement de Stockholm en 1972, la Déclaration de Stockholm a été publiée, émettant des recommandations pour l'évaluation du lien entre la croissance économique et la pollution de l'environnement. Il est suggéré par exemple dans la Recommandation 57 la mise en place de systèmes de « surveillance continue des niveaux de pollution de l'environnement résultant des émissions de dioxyde de carbone, de dioxyde de soufre, d'oxydants, d'oxydes d'azote (NOx), de chaleur et de matières particulaires, ainsi que de ceux résultants des déperditions de produits pétroliers et de la radioactivité. ». Il est également recommandé d'« approfondir les connaissances des relations entre ces niveaux et les effets sur le climat, la santé humaine, la vie animale et végétale et les valeurs d'agrément. » [2].

Par la suite, avec la montée progressive d'inquiétudes sur les effets potentiels d'une dégradation de la couche d'ozone sur l'environnement, la « Convention de Vienne pour la protection de la couche d'ozone » a été rédigée en 1985 par le PNUE (Programme des Nations Unies pour l'environnement). Dans ce document, les pays signataires s'engagent à coopérer pour la surveillance et la recherche sur les différentes sources (naturelles ou anthropogènes) de dégradation de la couche d'ozone. Ils identifient notamment les dérivés du carbone suivant : monoxyde de carbone (CO), dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), méthane (CH<sub>4</sub>) et autres hydrocarbures [3]. Bien qu'il ne s'agisse pas de réchauffement climatique, ces actions ont donc encouragé dès cette époque une surveillance des émissions de CO<sub>2</sub> mondiales. Quelques années plus tard, en 1988, le Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat (GIEC) est créé [4]. Son rôle est d'étudier le réchauffement climatique dans le monde en faisant l'analyse et la synthèse ponctuelles des publications scientifiques sur le sujet.

Des actions plus importantes sont entreprises par la suite avec en 1992 l'ouverture à la signature de la Convention-cadre des Nations Unies sur les changements climatiques (CCNUCC avec 158 états signataires). Elle a alors pour objectif la stabilisation des Eges. En décembre 1997, le Protocole de Kyoto

visant la réduction d'au moins 5 % des Eges entre 2008 et 2012 par rapport à 1990 est adopté [4]. Enfin, lors de la COP 21 de décembre 2015, les Accords de Paris sont signés par 196 Parties avec pour objectif principal la limitation du réchauffement climatique en deçà d'une valeur de 2 °C par rapport au niveau préindustriel (1850-1900). Chaque pays signataire doit alors soumettre pour l'année 2020 sa stratégie afin d'atteindre cet objectif [5].

### 1.2. Conséquences

L'origine principale du réchauffement climatique est une forte augmentation de la concentration atmosphérique en gaz à effet serre depuis l'époque préindustrielle. Le second rapport du GIEC de 1995 rapportait une augmentation de « 280 à près de 360 ppmv<sup>3</sup> » de la concentration en CO<sub>2</sub> depuis cette époque. Il indiquait également que ces émissions étaient principalement dues aux activités humaines, à savoir : « emploi de combustibles fossiles, modification de l'occupation des sols et agriculture pour l'essentiel ». Également, les experts notaient une augmentation de la température globale de 0,3 °C à 0,6 °C depuis la fin du XIX<sup>e</sup> siècle. Selon les scénarios dressés à cette époque, ils estimaient, parmi de nombreuses conséquences, une augmentation de la température de 1 °C à 3,5 °C, une augmentation du niveau de la mer d'environ 50 cm d'ici 2100 et prédisaient une « aggravation des sécheresses et/ou inondations à certains endroits ». Au-delà de ces conséquences météorologiques, il était également mentionné une possible disparition totale de certains écosystèmes au profit de la formation d'autres [6].

Selon un rapport plus récent publié en 2018, une augmentation de 1,5 °C de la température globale est estimée entre 2030 et 2052, au rythme d'évolution actuel. Ne pas dépasser ce seuil et se limiter à une augmentation de 2 °C d'ici 2100 permettrait d'endiguer considérablement les conséquences sur la biodiversité, la montée des eaux, les épisodes météorologiques (inondations, sécheresses, pics de températures) ainsi que les impacts sur les sociétés humaines [7]. Pour cela, les experts estiment qu'il est nécessaire de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> de 45 % d'ici 2030 par rapport à 2010 puis d'atteindre la neutralité carbone d'ici 2050. Parmi les solutions proposées pour atteindre cet objectif, il est notamment conseillé :

- d'adopter des modes de vie moins consommateurs en ressources matérielles et énergétiques ;
- d'innover et développer des technologies à faibles émissions de CO<sub>2</sub> (productions d'énergie et fabrication des produits) ;
- de développer des technologies de captage du CO<sub>2</sub> dès son émission et/ou déjà présent dans l'atmosphère.

Enfin, selon le 6<sup>ème</sup> rapport d'évaluation du GIEC publié en mars 2023, il est constaté qu'une augmentation de 1,1 °C de la température par rapport à l'ère préindustrielle a été atteinte aujourd'hui. Selon ce même rapport, une augmentation de 1,5 °C d'ici 2030 est inévitable. Il apparaît donc dans l'évolution alarmante de ces différents constats que, si des actions sont entreprises pour endiguer le réchauffement climatique, celles-ci sont loin d'être suffisantes à l'heure actuelle.

### 1.3. Politique française

Pour respecter les objectifs présentés dans les rapports du GIEC, chaque pays doit mettre en place des mesures politiques favorisant une réorientation de leur développement vers des pratiques plus respectueuses de l'environnement. En France, la loi de transition énergétique pour la croissance verte a été publiée en août 2015 afin d'encadrer la lutte contre le dérèglement climatique. C'est dans le cadre de cette loi qu'a été définie la Stratégie Nationale Bas Carbone (SNBC) qui avait notamment pour objectif initial la réduction de 40 % des Eges entre 1990 et 2030 et une division par 4 de ces émissions

entre 1990 et 2050. En 2019, cet objectif a été revu à la hausse (division par 6) pour atteindre la neutralité carbone d'ici 2050 [8].

## 2. Construction en béton et empreinte carbone

### 2.1. Origine

Les secteurs du Bâtiment et de la construction combinés représentent environ 39 % des Eges mondiales. Elles sont issues de la consommation d'énergie et des procédés de fabrications (réactions chimiques et « émissions fugitives » = fuites/rejets irréguliers) [9]. À l'échelle de la France, ce secteur représente environ 23 % des Eges [8]. Au-delà des émissions relatives aux consommations énergétiques ainsi qu'aux transports, les matériaux de construction, dont le béton, en représentent une part non négligeable. Au sein d'une publication du SNBPE [10], l'exemple de deux bâtiments de logements collectifs (R + 4 de 13 logements et R + 7 de 27 logements) est présenté. La part moyenne des produits de construction et équipements (PCE) et du béton sur les Eges globales a été calculée pour ces deux bâtiments. Les résultats moyens sont présentés sur la figure 1.1 :

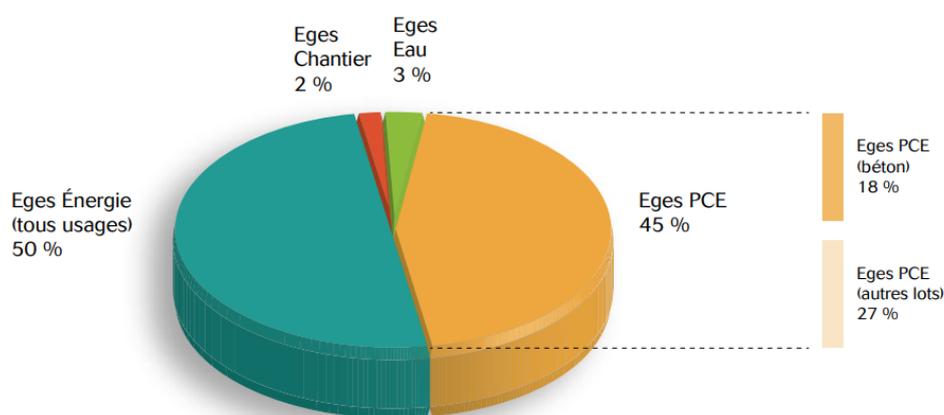


Figure 1.1 Répartition des Eges moyenne pour deux bâtiments (R + 4 de 13 logements et R+7 de 27 logements)

Les PCE représentent 45 % des Eges globales et 18 % sont issues du matériau béton. À l'échelle de ce matériau, il s'avère que son empreinte carbone dépend majoritairement du liant utilisé. À titre d'exemple, la répartition de l'impact sur le réchauffement climatique entre les différentes étapes du cycle de vie d'un Mur à Coffrage Intégré (sans remplissage) est présentée à la figure 1.2.

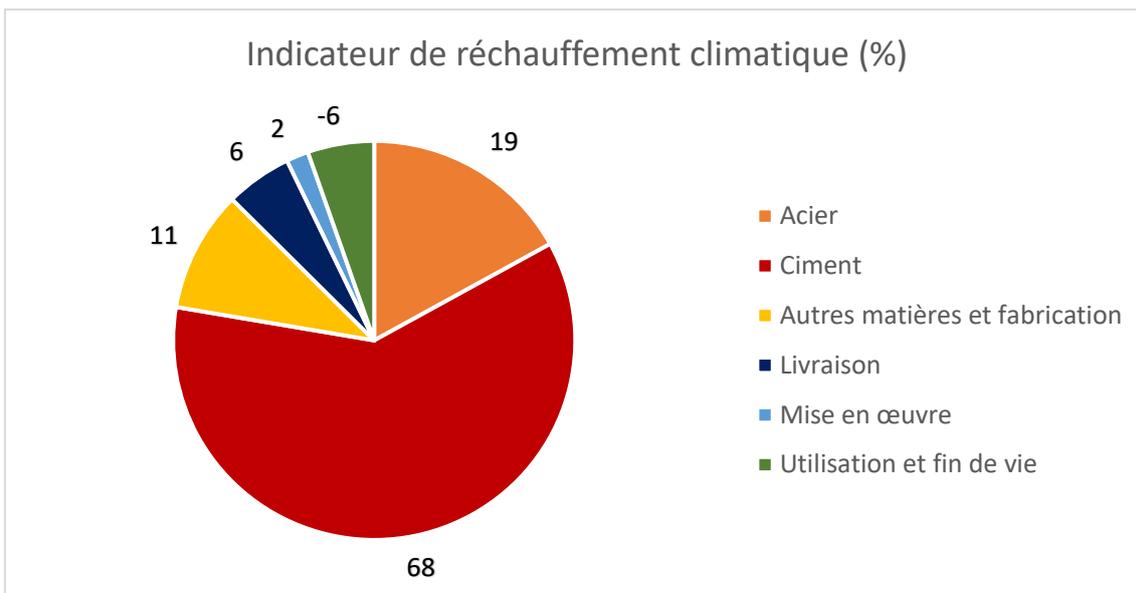


Figure 1.2 Analyse de Cycle de Vie d'un Mur à Coffrage Intégré pour l'indicateur de réchauffement climatique

Il apparaît que le ciment, ici de type Portland (CEM I), représente la majorité de l'impact de ce type de produit sur le réchauffement climatique. Le ciment Portland CEM I a en effet une empreinte carbone importante, de l'ordre de 752 kg.éq.CO<sub>2</sub>/t. Sa fabrication consiste en la cuisson d'un mélange de calcaire et d'argile au sein d'un four rotatif à une température d'environ 1 450 °C. Lors de cette cuisson, le calcaire (CaCO<sub>3</sub>) subit une réaction de décarbonatation, provoquant la formation de chaux (CaO) et l'émission de CO<sub>2</sub>. Ainsi, la consommation énergétique liée à sa production représente environ 40 % de son empreinte carbone, tandis que la réaction de décarbonatation compte pour 60 %. Les autres constituants du béton ont des empreintes carbone faibles par rapport au CEM I, comme indiqué au tableau 1.1. Les adjuvants ont généralement des impacts plus élevés à la tonne mais leur utilisation en faibles proportions au sein du béton fait qu'ils ne constituent pas la part majoritaire de l'empreinte carbone globale. Les impacts des additions minérales utilisées dans les travaux de cette thèse sont également présentés.

| Constituant                   | Empreinte carbone (kg.éq.CO <sub>2</sub> /t) | Source            |
|-------------------------------|--|-------------------|
| Ciment Portland CEM I         | 752  | SFIC [11]         |
| Métakaolin flash Argicem      | 139  | Fiche DIOGEN [12] |
| Addition calcaire Bétocarb-HP | 43,9   | CCA Europe [13]   |
| Addition calcaire Bétoflow-D  | 56,4   |                   |
| Sable/Gravillons              | 2,6  | UNPG [14]         |
| Superplastifiant              | 1 880  | EFCA [15]         |
| Eau                           | 0,132  | ADEME [16]        |

Tableau 1.1 Hypothèses d'empreintes carbone de la production de différents constituants usuels du matériau béton

Il est à noter que d'autres additions minérales telles que les pouzzolanes naturelles, fumées de silice ou cendres volantes peuvent également substituer en partie le clinker. La pertinence de leur utilisation varie en fonction de leur disponibilité géographique et de leur coût [17].

## 2.2. Cadre réglementaire

Dans le cadre de la SNBC, la Réglementation Environnementale 2020 (RE2020) a été mise en place. Elle définit notamment des « seuils carbone », en kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>2</sup> de surface habitable, dégressifs jusqu'à 2030. Le but est d'imposer une réduction progressive des émissions de CO<sub>2</sub> du secteur de la

construction. Lors de l'établissement d'un projet de construction, la maîtrise d'œuvre sera donc tenue de sélectionner les solutions constructives permettant de respecter ces seuils (figure 1.3) [18].

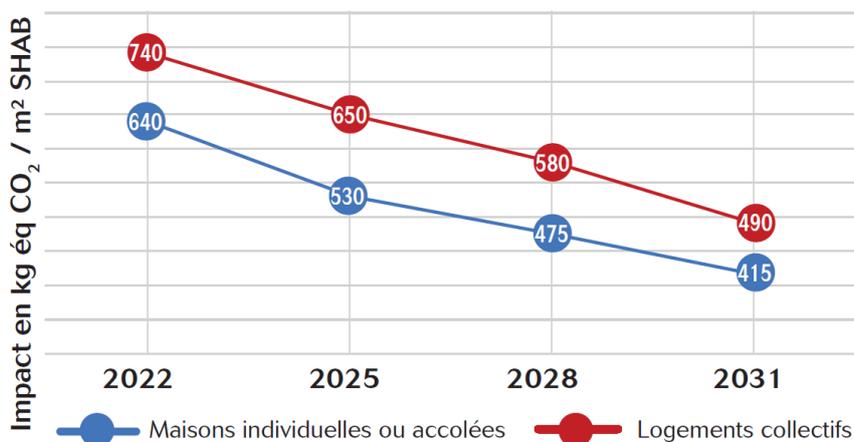


Figure 1.3 Seuils carbone dégressifs imposés par la RE2020

Le respect de ces nouvelles limitations nécessite donc le développement de solutions pour une réduction efficace de l'empreinte carbone d'un bâtiment. Dans une seconde publication du SNBPE [18], des stratégies à mettre en place sont présentées en fonction de la temporalité. Jusqu'en 2025, il est possible de respecter les seuils imposés grâce à des notions d'« eco-design ». Il s'agit principalement de réaliser des économies de matières en employant diverses méthodes, parmi lesquelles :

- faire évoluer les systèmes constructifs : favoriser par exemple des systèmes poteaux/poutres plutôt que voiles/refends ;
- réduire les dimensions des éléments quand la structure le permet : il est estimé par exemple que la réduction de 1 cm de l'épaisseur d'un voile béton permet en moyenne une diminution de 6 % de son empreinte ;
- utiliser l'existant et éviter la déconstruction lorsque cela est possible.

Il peut être noté également qu'en optimisant le choix des classes d'exposition liées à la durabilité en fonction du produit en béton et de sa position dans le bâtiment, des économies de matières sont réalisables. Par exemple, choisir pour des façades protégées des intempéries une classe XC1 plutôt que XC4 (classe de résistance à la carbonatation naturelle) permet une réduction moyenne de leur empreinte de 6,4 %.

En revanche, il est estimé que le respect des seuils ultérieurs nécessitera aussi d'actionner des leviers à l'échelle du matériau. Afin de réduire l'empreinte carbone du béton, deux axes de solutions possibles sont les suivants :

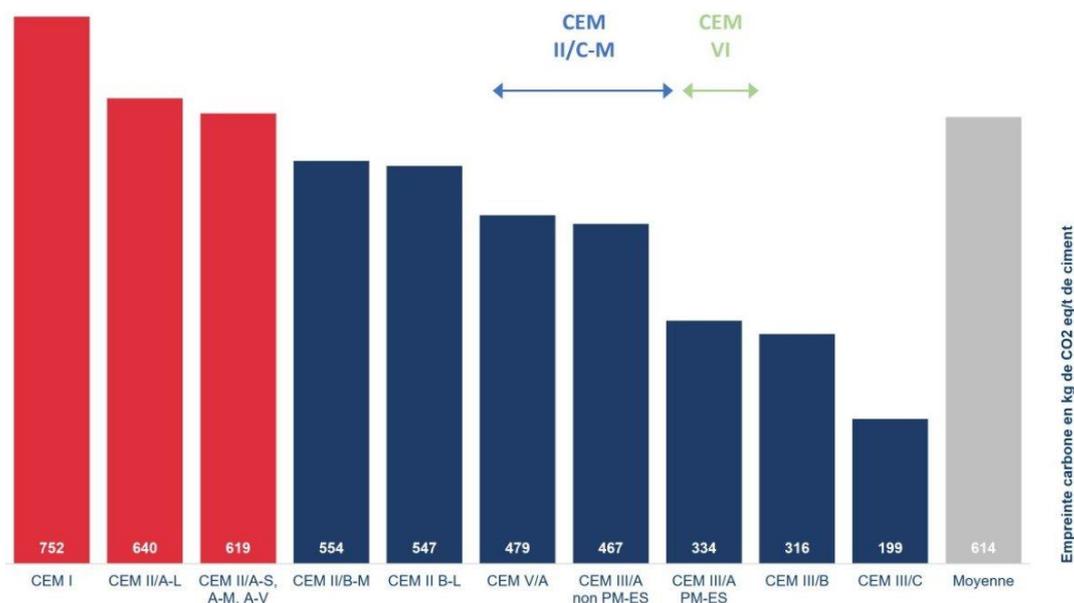
- avoir recourt à des liants décarbonés : substituer une partie du clinker par des constituants plus sobres telles que des additions minérales ;
- optimiser la compacité : un béton avec un squelette granulaire plus compact nécessite une quantité moins importante de pâte, et donc de liant (ciment et additions), pour être mis en œuvre.

Dans le paragraphe suivant, les solutions matériaux autorisées aujourd'hui par le cadre normatif seront présentées. Du fait que les solutions développées au sein de cette étude ne respectent pas ce cadre, une autre approche de validation de ces bétons sera décrite.

## 2.3. Cadre normatif

### 2.3.1. Solutions liantes autorisées

En tant que solutions liantes, certains ciments définis par les normes NF EN 197-1 [19] et NF EN 197-5 [20], présentent déjà une empreinte carbone réduite par rapport à un ciment Portland (du fait d'une teneur en clinker plus faible). Ces différents ciments ainsi que leur empreinte sont présentés à la figure 1.4.



Source : moyenne SFIC pour les ciments français, en conformité avec la norme NF EN 15804+A2 et son complément national NF EN 15804+A2/CN.

Figure 1.4 Empreinte carbone liée à la production des différents types de ciments normalisés [21]

Pour information ou rappel, la nomenclature des ciments définis par ces normes est la suivante :

- CEM I : ciment Portland ;
- CEM II : ciment Portland composé ;
- CEM III : ciment de haut fourneau ;
- CEM IV : ciment pouzzolanique;
- CEM V et CEM VI : ciments composés.

Globalement, l'empreinte carbone dégressive observée sur la figure précédente est quasiment proportionnelle à la teneur en clinker au sein du mélange. Les ciments dont l'empreinte carbone est considérée la plus faible aujourd'hui sont ceux pour lesquels une forte teneur en clinker est substituée par du laitier granulé moulu de haut fourneau (CEM III/A-B-C). Ce dernier étant un co-produit de la production de fonte, l'empreinte carbone qui lui est allouée est très faible. Cependant, les technologies de production de fonte évoluent et conduisent à une production moins importante de laitier. Avec une utilisation croissante de ce constituant au sein du béton et un risque de disponibilité moindre, cette ressource peut tendre à se raréfier. Il paraît donc essentiel de diversifier le panel de solutions bas carbone en favorisant l'utilisation d'autres additions minérales telles que les additions calcaires et les argiles calcinées.

### 2.3.2. Approche prescriptive

Au-delà des ciments encadrés par la norme, il est possible pour les industriels du béton de réaliser des mélanges de ciments et d'additions minérales. Pour cela, les industriels peuvent passer par différentes approches : « prescriptive » via le cadre de la norme NF EN 206/CN ou « performantielle » via le fascicule de documentation FD P 18-480 (approche incluse dans la norme NF EN 206/CN). La première indique les règles de formulation à respecter en fonction des classes d'exposition liées à la durabilité, au sein des tableaux NA.F.1 à NA.F.4. Seuls des ciments de types CEM I et CEM II/A sont concernés pour les mélanges avec des additions minérales. Les règles diffèrent et sont plus ou moins strictes en fonction des tableaux et des classes d'exposition. À titre d'exemple, le tableau NA.F.1 « Valeurs limites applicables en France pour la composition et les propriétés du béton en fonction de la classe d'exposition » impose un rapport  $E_{\text{eff}}/L_{\text{éq}}$  (Eau efficace/Liant équivalent) maximal, une classe de résistance à la compression minimale ainsi qu'un dosage minimal en liant équivalent pour chaque classe d'exposition. Le liant équivalent peut être calculé à l'aide de l'équation 1.1. :

$$L_{\text{éq}} = C + k.A \quad (\text{Équation 1.1.})$$

Avec C la teneur massique en ciment et A une partie de la teneur massique en addition. Si plusieurs additions minérales sont mélangées avec le ciment, une seule peut être considérée dans le calcul du liant équivalent. Le coefficient k prend une valeur propre à chaque addition, dépendant de sa réactivité. Par exemple, k vaut 1 pour un métakaolin tandis qu'il vaut 0,25 pour une addition calcaire. Il apparaît que, pour toutes les additions, seule une fraction de celles-ci est considérée comme participant aux propriétés liantes. Dans la suite du manuscrit, il sera également fait mention de liant total (L), correspondant à la masse totale de ciment et d'additions minérales, sans application du coefficient k, ni limite sur la quantité A.

Ce même tableau impose des valeurs limites de rapport  $A/(A + C)$ . Il signifie que, pour une masse de ciment donnée C, la masse d'addition minérale A pouvant être incorporée est limitée. Afin d'illustrer ces règles de formulation, on se place dans le cas d'un mélange de ciment CEM I et de laitier de haut fourneau. En se fixant pour objectif la formulation d'un béton de classe XC4 (classe maximale de durabilité vis-à-vis de la carbonatation), les exigences imposées par le tableau NA.F.1 sont les suivantes :

- rapport  $E_{\text{eff}}/L_{\text{éq}} \leq 0,60$  ;
- classe de résistance C25/30 minimum ;
- teneur en  $L_{\text{éq}} \geq 280 \text{ kg/m}^3$  ;
- rapport  $A/(A + C) \leq 0,30$ .

Dans le cas du laitier de haut fourneau, le calcul du liant équivalent est le suivant :

$$L_{\text{éq}} = C + k.A = C + 0,9.A$$

À partir de la limite imposée sur le rapport  $A/(A+C)$ , on obtient :

$$\frac{A}{(A + C)} = 0,3 \rightarrow A = 0,3.(A + C) \rightarrow 0,7.A = 0,3.C \rightarrow A = \mathbf{0,428.C}$$

Pour une quantité fixe de ciment dans le mélange, peu importe la quantité de laitier de haut fourneau ajoutée, seule une masse équivalente à 42,8 % au maximum de la masse de ciment sera comptabilisée dans le liant et le reste sera considéré comme un ajout.

Pour un liant équivalent minimum de  $280 \text{ kg/m}^3$ , il faut donc, en mélange avec du laitier de haut fourneau, la quantité minimale de ciment suivante :

## PARTIE 1 : INTRODUCTION GÉNÉRALE

$$280 = C + 0,9 * 0,428.C \rightarrow C = \frac{280}{1,3852} = \mathbf{202,14 \text{ kg/m}^3}$$

Avec ces limites de calcul, il faut donc mélanger un minimum d'environ 202 kg de ciment Portland avec 86,5 kg de laitier de haut fourneau pour respecter la quantité minimale de liant équivalent imposée. D'après les compositions des ciments indiquées par la norme NF EN 197-1, cela revient à recomposer un ciment de type CEM II/B-S (Ciment Portland au laitier).

Plusieurs points sont à relever vis-à-vis de cette méthode. Tout d'abord, pour chaque type d'addition, les calculs imposeront une teneur minimale en ciment (et donc en clinker), peu importe la quantité d'addition ajoutée. Dans l'exemple précédent, même pour un mélange de 202 kg de CEM I et de 150 kg de laitier de haut fourneau, la quantité de liant équivalent calculée restera 280 kg/m<sup>3</sup> (72 kg de laitier ne sont donc pas pris en compte). Pour cette quantité de liant équivalent, il est donc impossible de recomposer certains ciments des normes NF EN 197-1 et NF EN 197-5.

Pour illustrer ces limites, un diagramme ternaire de composition a été tracé en figure 1.5. Sur ce diagramme, les domaines de compositions des ciments constitués de clinker (K), d'addition calcaire (L) et de pouzzolane naturelle calcinée (Q) sont représentés. La masse de liant total nécessaire au respect des prescriptions du tableau NA.F.1 de la norme NF EN 206/CN pour une classe d'exposition XC3/XC4 a été calculée pour chaque point de ce diagramme. Des isocourbes de liant total (en kg/m<sup>3</sup>) ont ensuite été tracées. Ici, le raisonnement pour le calcul est inversé par rapport à l'exemple présenté précédemment. C'est-à-dire que les teneurs en K, L et Q sont imposées et la quantité de liant total est augmentée jusqu'à ce que la valeur de liant équivalent obtenue respecte le critère imposé par la norme (les masses de K, L et Q sont donc incrémentées en simultané).

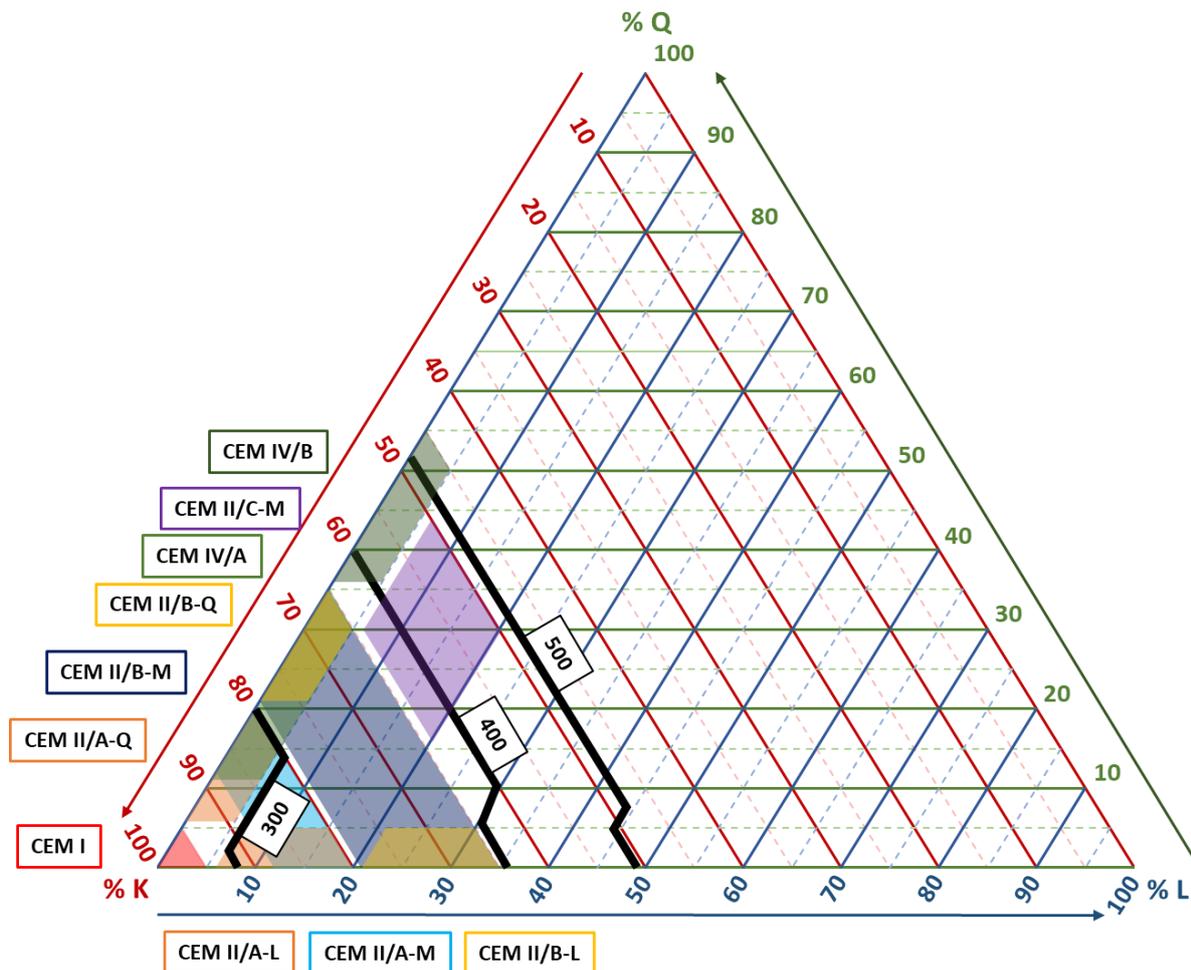


Figure 1.5 Diagramme ternaire de composition des ciments normalisés à base de clinker (K), pouzzolane naturelle calcinée (Q) et addition calcaire (L). Les barres noires correspondent à des iso-empreintes carbone calculées pour une classe d'exposition XC3/XC4 et une quantité de liant équivalent minimale de 280 kg/m<sup>3</sup>

Le diagramme et les isocourbes illustrent les limites de l'approche prescriptive actuelle. S'il était souhaité de réaliser à tout prix un mélange (ciment et additions) compris dans le domaine du CEM IV/B, il peut être observé qu'une quantité de liant total comprise entre 400 et 500 kg/m<sup>3</sup> serait nécessaire. Pourtant, l'option consistant à utiliser un ciment seul conduirait à 280 kg/m<sup>3</sup>. L'objectif est ici simplement de souligner le fait qu'avec les règles actuelles de la norme NF EN 206/CN, reconstituer un liant analogue à un ciment en respectant les proportions des normes NF EN 197-1 et NF EN 197-5 n'est pas viable, tant du point de vue des émissions de CO<sub>2</sub> que du point de vue économique.

Les règles imposées par l'approche prescriptive apparaissent dépassées, compte tenu des enjeux liés à la décarbonation. Il existe aujourd'hui un certain recul sur les propriétés des liants à plus faibles teneurs en clinker, notamment vis-à-vis de la durabilité, qui mériterait une reconsidération de ces limites normatives. Néanmoins, une nouvelle approche pour la caractérisation et la validation de bétons ne répondant pas à l'approche prescriptive a été développée au cours des années précédentes, grâce notamment à la réalisation du projet national PerfDub. Il s'agit de l'approche performantielle.

### 2.3.3. Approche performantielle

Les règles de cette méthode alternative sont définies par le fascicule FD P 18-480. Elle consiste à qualifier un béton ne respectant pas le cadre de l'approche prescriptive en comparant ses propriétés de durabilité à des seuils définis selon les différentes classes de durabilité. Son applicabilité dépend du respect de certaines conditions :

- l'ensemble des constituants utilisés doivent faire l'objet d'une aptitude à l'emploi selon la norme NF EN 206/CN ;
- l'application de cette méthode ne permet pas de déroger aux prescriptions de la norme NF EN 1992 concernant les dispositions de l'Eurocode participant à la durabilité de l'ouvrage, soit l'enrobage des armatures et le contrôle de l'ouverture de fissure ;
- le choix de la méthode performantielle comme alternative à la méthode prescriptive doit être validé par les différentes parties, quel que soit l'acteur à l'initiative de la démarche.

L'approche prescriptive est une méthode rapide car elle nécessite la réalisation de peu d'essais, le béton étant validé principalement par sa formulation. L'approche performantielle permet quant à elle de valoriser davantage les additions minérales. Elle est en revanche plus longue et plus coûteuse à mettre en place car nécessitant la réalisation d'essais de durabilité sur plusieurs bétons (compositions nominales et dérivées) ainsi que d'une épreuve de convenance. Elle permet néanmoins la qualification de bétons dont les compositions liantes ne respectent ni les teneurs imposées par la norme NF EN 206/CN ni celles imposées par les normes NF EN 197-1 et NF EN 197-5.

De manière simplifiée, il s'agit donc de qualifier les bétons réalisés via les essais de durabilité suivants :

- mesure de la résistivité et du coefficient de diffusion des ions chlorure ;
- mesure de la porosité à l'eau ;
- mesure de la vitesse de carbonatation accélérée.

Les valeurs caractéristiques obtenues à la suite de ces essais sont alors comparées à des valeurs seuils récapitulées aux tableaux 1.2, 1.3 et 1.4, fournies par le fascicule. Pour les classes d'exposition relatives à la corrosion induite par la carbonatation XC, les bétons peuvent être qualifiés via les valeurs mesurées de résistivité et, soit de porosité à l'eau, soit de vitesse de carbonatation accélérée. Les seuils considérés correspondent à des valeurs caractéristiques au sens statistique du terme. C'est-à-dire que pour un béton donné, la probabilité que la performance mesurée soit inférieure au seuil déclaré est inférieure à 5 %. Les seuils sont définis pour chaque classe d'exposition et modulés en fonction de la Durée d'Utilisation du Projet (DUP) visée.

**PARTIE 1 : INTRODUCTION GÉNÉRALE**

| Classe d'exposition | Modulation selon la classe de résistivité à 90j ( $\Omega.m$ ) | Porosité caractéristique accessible à l'eau / Fraction volumique de pâte $P_{eau,90j}/fV_p$ (%) |             |
|---------------------|--|---|-------------|
|                     |  | DUP 50 ans  | DUP 100 ans |
| XC1                 | < 100  | 65%   | 65%         |
|                     | 100 à 175  |   |             |
|                     | > 175  |   |             |
| XC2                 | < 100  | 65%   | 60%         |
|                     | 100 à 175  | 65%   | 65%         |
|                     | > 175  |   |             |
| XC3                 | < 100  | 50%   | 50%         |
|                     | 100 à 175  | 55%   |             |
|                     | > 175  |   |             |
| XC4                 | < 100  | 50%   | 50%         |
|                     | 100 à 175  | 55%   | 50%         |
|                     | > 175  | 65% *   | 55% *       |

Tableau 1.2 Seuils de porosité à l'eau caractéristique, modulés par la résistivité, imposés par le FD P 18-480 pour les classe de durabilité XC (\*valeurs liées à un enrobage supérieur à celui correspondant à la classe XC3 et à une forte résistivité du béton, ce qui freine la propagation de la corrosion)

| Classe d'exposition | Modulation selon la classe de résistivité à 90j ( $\Omega.m$ ) | Vitesse caractéristique de carbonatation accélérée $V_{acc,90j}$ (mm/(jour) <sup>0,5</sup> ) |             |
|---------------------|--|--|-------------|
|                     |  | DUP 50 ans   | DUP 100 ans |
| XC1                 | < 100  | 4  | 4           |
|                     | 100 à 175  |  |             |
|                     | > 175  |  |             |
| XC2                 | < 100  | 3  | 2,6         |
|                     | 100 à 175  | 3,5  | 3           |
|                     | > 175  |  |             |
| XC3                 | < 100  | 1,8  | 1,8         |
|                     | 100 à 175  | 2,2  |             |
|                     | > 175  |  |             |
| XC4                 | < 100  | 1,8  | 1,8         |
|                     | 100 à 175  | 2,2  |             |
|                     | > 175  | 3 *  |             |

Tableau 1.3 Seuils de vitesse de carbonatation accélérée caractéristique, modulés par la résistivité, imposés par le FD P 18-480 pour les classes de durabilité XC

Pour les classes d'exposition XS relatives à la corrosion induite par les chlorures présents dans l'eau de mer, il s'agit de caractériser le béton via la valeur caractéristique de coefficient de migration des ions chlorure ainsi qu'un facteur de vieillissement. Ce dernier est défini comme un « paramètre décrivant la diminution du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure dans le béton en fonction du temps ». C'est-à-dire qu'il prend en compte l'évolution de la microstructure au cours du temps lorsque des additions minérales aux propriétés pouzzolaniques ou hydrauliques latentes sont incorporées dans le mélange.

## PARTIE 1 : INTRODUCTION GÉNÉRALE

Selon le FD P 18-480, le facteur de vieillissement  $\alpha$  se calcule de la manière suivante :

$$\alpha = 0,3 + \min(0,2 S ; 0,15) + \min(1,1 V ; 0,30) + \min(1,1 D ; 0,10) + \min(1,1 MK ; 0,10)$$

Avec  $S$  la teneur en laitier,  $V$  la teneur en cendres volantes,  $D$  la teneur en fumées de silice et  $MK$  la teneur en métakaolin au sein du béton.

| Classe d'exposition | Modulation selon la classe de facteur de vieillissement | Coefficient caractéristique de migration des ions chlorure $D_{rem,90j}$ ( $\times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ ) |             |
|---------------------|---|---|-------------|
|                     |   | DUP 50 ans  | DUP 100 ans |
| XS1                 | 0,30 à 0,39   | 16 (28*)  | 9 (16*)     |
|                     | 0,40 à 0,49   | 28  | 22          |
|                     | 0,50 à 0,59   |   |             |
|                     | 0,60 et plus  |   |             |
| XS2                 | 0,30 à 0,39   | 5 (9*)  | 3 (5*)      |
|                     | 0,40 à 0,49   | 9   | 5           |
|                     | 0,50 à 0,59   | 16  | 9           |
|                     | 0,60 et plus  |   |             |
| XS3e                | 0,30 à 0,39   | 5   | 5           |
|                     | 0,40 à 0,49   | 9   | 9           |
|                     | 0,50 à 0,59   | 16  | 16          |
|                     | 0,60 et plus  | 22  | 22          |
| XS3m                | 0,30 à 0,39   | 2   | 2           |
|                     | 0,40 à 0,49   | 3   | 3           |
|                     | 0,50 à 0,59   | 5   | 5           |
|                     | 0,60 et plus  | 9   | 9           |

Tableau 1.4 Seuils de coefficient caractéristique de migration des ions chlorure, modulés par le facteur de vieillissement, imposés par le FD P 18-480 pour les classes de durabilité XS

Dans le cadre de cette étude, les résultats obtenus pour les différents bétons sont des valeurs moyennes  $V_{moy}$ . Les valeurs caractéristiques  $V_{carac}$  ont été estimées par le calcul à l'aide de l'équation 1.2.

$$V_{carac} = \sigma + 1,5 * V_{moy} \quad (\text{Équation 1.2.})$$

Avec  $\sigma$  l'écart type, calculé à partir d'un coefficient de variation  $\alpha$  dont la formule est la suivante :

$$\alpha = \frac{\sigma}{V_{moy}} \quad (\text{Équation 1.3.})$$

Afin d'estimer les valeurs caractéristiques de manière sécuritaire, il est conseillé au sein du fascicule FD P 18-480 de choisir un coefficient de variation  $\alpha$  de 5 % pour la porosité à l'eau et de 25 % pour la vitesse de carbonatation accélérée et le coefficient de diffusion des ions chlorure. Les valeurs caractéristiques seront calculées de cette façon dans la suite du manuscrit.

### 3. Conclusion et organisation du manuscrit

Les effets de nos modes de vie sur le changement climatique et les conséquences de celui-ci sont connus depuis longtemps. L'urgence de la prise d'actions collectives est devenue depuis quelques années une priorité de tout premier ordre. Des décisions politiques ont été prises et des objectifs ont été fixés afin d'atteindre la neutralité carbone d'ici 2050. Afin de réaliser cet objectif, l'ensemble des acteurs du domaine de la construction doit réaliser des efforts.

Parmi l'ensemble des voies possibles de réduction de leur empreinte carbone, les acteurs de la Filière Béton peuvent agir sur leurs formulations. Des solutions liantes à plus faibles teneurs en clinker sont dès aujourd'hui disponibles, notamment à base de laitier de haut fourneau. Cependant, cette ressource ne peut potentiellement pas répondre à la demande globale. Il est donc nécessaire de développer l'utilisation d'autres additions minérales telles que les argiles calcinées (en particulier le métakaolin) et les additions calcaires.

L'objectif de cette thèse est le développement de solutions bas carbone adaptées aux produits préfabriqués. Une empreinte carbone de 150 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> est visée. Afin d'atteindre cette valeur, la méthode employée est la réduction de la teneur en clinker. Pour maintenir les performances du matériau obtenu, des leviers matériau (réduction de la teneur en eau, adjuvantation) et procédé (traitement thermique) sont utilisés.

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont séparés en deux parties principales. La première a pour objectif la formulation de liants ternaires à faible teneur en clinker. Deux types de liants sont étudiés : un mélange de clinker et de deux additions calcaires ainsi qu'un mélange de clinker, de métakaolin et d'addition calcaire. Ces systèmes sont caractérisés à l'échelle du mortier et de la pâte, puis du béton en contextes laboratoire et industriel. Le travail de formulation est basé sur le respect d'un cahier des charges propre à la fabrication de Murs à Coffrage Intégré (MCI). Les propriétés rhéologiques, mécaniques et de durabilité de ces mélanges sont caractérisées dans ces travaux. Pour les performances de durabilité, l'approche performantielle est appliquée.

La seconde partie concerne la réduction de la teneur en clinker par la diminution du volume de pâte au sein du béton. Pour cela, un modèle d'optimisation de la compacité des mélanges granulaires (le Modèle d'Empilement Compressible) est utilisé. Les essais préliminaires nécessaires à l'utilisation de ce modèle et les calculs réalisés sont décrits. L'effet du volume de pâte sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons obtenus est présenté. Cette seconde partie de l'étude se termine par la mise en commun de la réduction du volume de pâte et le recours à des liants ternaires, afin d'atteindre une teneur en clinker minimale.

Au sein de chaque partie est présentée une étude environnementale et économique afin de justifier la pertinence des solutions développées.

## Partie 2 : Substitution du ciment par des additions minérales

Le premier axe de recherche de cette thèse porte sur la substitution d'un ciment Portland (CEM I) par des additions minérales. En tant que substituts, il a été décidé de se focaliser sur l'utilisation d'additions calcaires et de métakaolin (argile kaolinique calcinée). Ces ressources sont effectivement abondantes à l'échelle mondiale, comme observé en 2018 par Scrivener et al [22] (Figure 2.1). Il sera vu dans la suite de cette partie qu'il existe également un fort potentiel de production en France.

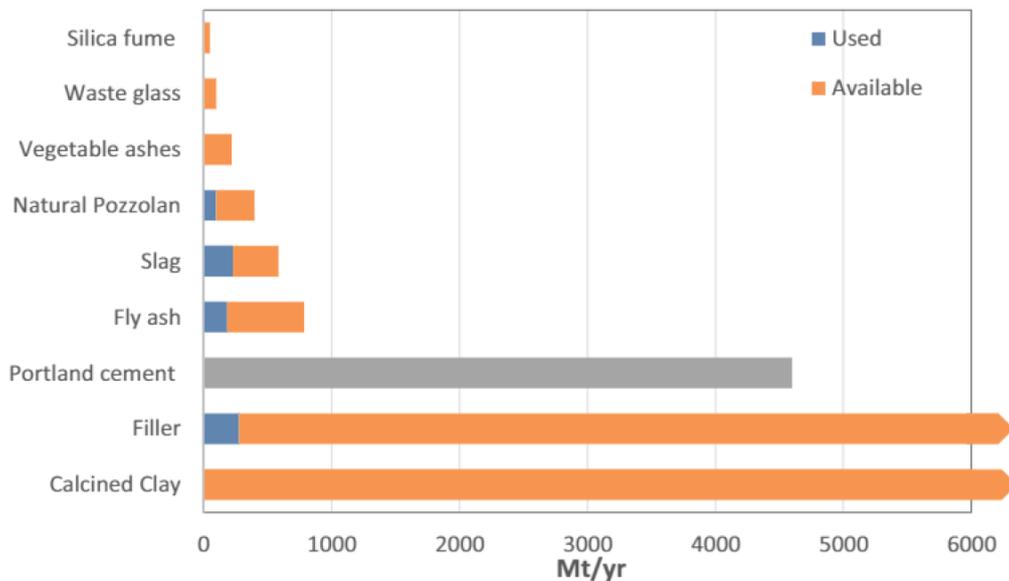


Figure 2.1 Estimation des quantités d'additions minérales utilisées et disponibles dans le monde (publication de 2018)

Du fait de leurs natures chimiques et de leurs procédés de fabrication, ces deux additions présentent des empreintes carbone réduites (entre 40 et 60 kg.éq.CO<sub>2</sub>/t pour les additions calcaires et 139 kg.éq.CO<sub>2</sub>/t pour le métakaolin, utilisés dans cette étude). L'incorporation d'additions calcaires et d'argiles calcinées au sein du béton est donc une piste intéressante pour la formulation de liants décarbonés. Le premier chapitre de cette partie constitue un état de l'art de l'influence de ces additions sur les propriétés obtenues à l'état frais et à l'état durci. Le second concerne une étude préliminaire à l'échelle du mortier ayant permis le développement de liants à faible empreinte carbone. Il est complété par une étude sur pâte ayant pour objectif d'expliquer en partie les performances de ces solutions liantes. Enfin, les derniers chapitres concernent l'application de ces solutions à l'échelle du béton, en contextes laboratoire et usine (application aux Murs à Coffrage Intégré, MCI). Ces bétons sont caractérisés selon leurs performances rhéologiques, mécaniques, de durabilité et environnementales.

## Chapitre 1 : État de l'art

Au sein de cette revue bibliographique, l'influence des additions calcaires et du métakaolin sur les différentes propriétés d'usage des matériaux cimentaires est d'abord étudiée. Les performances rhéologiques, mécaniques et de durabilité observées dans la littérature sont résumées. Dans un second temps, les effets de synergies entre ces deux types d'additions en mélange avec du ciment sont décrits. Aussi, la disponibilité de ces ressources et leurs méthodes de production sont présentées.

### 1. Additions calcaires

#### 1.1. Généralités

Les additions calcaires sont définies par la norme NF P 18-508 comme « des produits secs (...) finement divisés, obtenus par broyage et/ou sélection, provenant de gisements de roches calcaires pouvant être dolomitiques, massives ou meubles » [23]. Elles sont majoritairement composées de carbonate de calcium de formule  $\text{CaCO}_3$ , dont la teneur définit la pureté de l'addition obtenue. La carte présentée en figure 2.2 répertorie les carrières d'exploitation de roches carbonatées en France métropolitaine en 2015 [24]. Cette année-là, 87 exploitants dont 47 de roches calcaires étaient référencés.

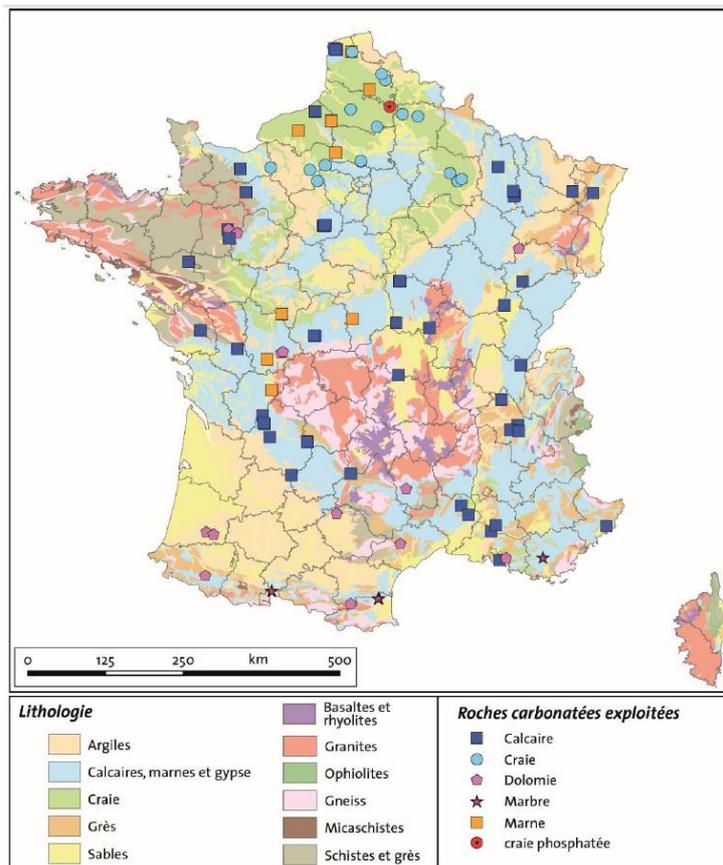


Figure 2.2 Répartition des exploitations de roches carbonatées en France en 2015

Cette carte exclue les exploitations de roches carbonatées pour un usage en cimenterie mais permet de rendre compte de l'omniprésence de cette ressource sur le territoire français. L'exploitation de la roche calcaire pour une utilisation en tant qu'addition pourrait potentiellement augmenter et être accessible localement pour l'ensemble des industriels du béton. En 2015, il est estimé que 20,3 Mt de roches calcaires ont été extraites pour une production totale de roches carbonatées estimée à 37,3 Mt.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Selon un rapport du BRGM [24], il existe également de nombreux gisements encore inexploités sur le territoire. Cependant, des réglementations environnementales limitent l'accès à ces gisements.

La production de roches calcaires pour une utilisation comme addition au sein du béton est estimée entre 4 et 10 Mt/an (données Cerib). Un développement progressif de la demande ainsi que de la production est également noté. Les producteurs de granulats commencent également à s'insérer dans le marché de l'addition calcaire [17].

### 1.1.1. Méthode de production

Dans un premier temps, les roches calcaires sont extraites dans des carrières par l'utilisation d'explosifs ou de pelles hydrauliques, dépendant de la dureté et de la friabilité de la roche. La seconde méthode est cependant généralement préférée pour éviter des dégradations trop importantes de la roche. À la suite des opérations de tailles, les blocs obtenus (figure 2.3) sont envoyés en usine pour être transformés.



Figure 2.3 Exploitation de roche calcaire [25]

Les roches extraites sont ensuite concassées ou broyées puis criblées, parfois lavées afin d'éviter la présence de polluants et d'argiles. Par broyage mécanique, il est possible d'obtenir des granulats de dimensions variées voire des fillers jusqu'à des dimensions inférieures à 80  $\mu\text{m}$ .

### 1.1.2. Incorporation au sein des matériaux cimentaires

Les poudres calcaires obtenues à la suite des traitements précités peuvent être utilisées comme : filler (« granulat dont la plupart des grains passe au tamis de 0,063 mm », [26]), addition de type I (« addition quasi-inerte », [27]) ou comme constituant principal ou secondaire du ciment.

Pour pouvoir être considéré comme filler, le calcaire broyé doit répondre à des critères granulométriques prescrits par la norme EN 12620 : 100 % de passant au tamis de 2 mm, 85 % à 100 % de passant au tamis de 0,125 mm et 70 % à 100 % de passant au tamis de 0,063 mm. Dans ce cas, il est utilisé comme correcteur granulométrique avec pour objectif d'augmenter la compacité du squelette granulaire.

En tant que constituant du ciment, le calcaire doit répondre aux exigences indiquées par la norme NF EN 197-1, à savoir :

- une teneur en carbonate de calcium supérieure ou égale à 75 % en masse ;
- une teneur en argile inférieure à 1,20 g/100 g (essai au bleu de méthylène) ;
- une teneur en carbone organique total soit inférieure à 0,20 % en masse (le calcaire est alors classé « LL »), soit inférieure à 0,50 % en masse (il est alors classé « L »).

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

La conformité du calcaire en tant qu'addition de type 1 est régie par les prescriptions de la norme NF P 18-508 :

- 70 % de passant au tamis de 0,063 mm minimum ;
- surface massique Blaine supérieure ou égale à 220 m<sup>2</sup>/kg ;
- un indice d'activité supérieur ou égal à 0,71 ;
- une teneur en carbonates totale (calcaire et dolomie) supérieure à 90 % ;
- une teneur en carbonates de calcium CaCO<sub>3</sub> totale supérieure à 65 % ;
- autres caractéristiques chimiques (teneurs en matières organiques, chlorures, sulfates, alcalins).

Enfin, selon les normes NF EN 197-1 et NF EN 197-5 [20], il est possible d'incorporer différentes teneurs massiques en calcaire selon les différents types de ciment :

- Ciment Portland au calcaire :
  - CEM II/A-L ou CEM II/A-LL : 6 à 20 % en masse,
  - CEM II/B-L ou CEM II/B-LL : 21 à 35 % en masse ;
- Ciment Portland composé :
  - CEM II/A-M : 6 à 20 % en masse,
  - CEM II/B-M : 21 à 35 % en masse,
  - CEM II/C-M : 6 à 20 % en masse ;
- Ciment composé :
  - CEM VI : 6 à 20 % en masse.

L'utilisation du calcaire dans les matériaux cimentaires est répandue et régie par un cadre normatif stricte. Dans le cadre de cette étude, l'incorporation d'additions calcaires de type 1 pour des teneurs parfois supérieures à celles du cadre normatif fait l'objet des recherches.

### 1.2. Propriétés en combinaison avec du ciment

L'utilisation du calcaire en mélange avec du ciment n'est pas récente. En 1961, J. E. Lamar [28] rapportait son usage pour la formulation de ciments à maçonner en broyant ensemble un mélange de clinker et de roche calcaire. Il peut être noté cependant dans une publication de Kevin D. Ingram et Kenneth E. Daugherty de 1991 [29] qu'une incorporation supérieure à 5 % de cette addition avec du ciment Portland faisait encore débat aux États-Unis et au Canada. Ils rapportent que certains chercheurs craignaient que la substitution d'une partie du clinker par de l'addition calcaire puisse être délétère vis-à-vis des propriétés mécaniques et de retrait. Pourtant, ils citaient déjà plusieurs études suggérant que l'ajout d'addition calcaire permettrait d'accélérer les réactions d'hydratation d'un ciment Portland ainsi que de fluidifier le mélange.

En France, depuis 1994, l'usage des fillers dans la composition des ciments Portland composés CEM II est autorisé jusqu'à une teneur de 35 % au maximum [30][31]. Les différents effets de l'incorporation d'additions calcaires en mélange avec du ciment Portland sont présentés dans les paragraphes suivants.

#### 1.2.1. Propriétés rhéologiques

##### *Notions théoriques*

Les propriétés rhéologiques du béton frais peuvent être caractérisées selon deux paramètres : le seuil de cisaillement et la viscosité plastique. La mobilisation d'un béton frais, notamment lors du malaxage et de sa mise en place, va dépendre de la contrainte de cisaillement appliquée.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Le béton frais est considéré comme un fluide à seuil de cisaillement. Contrairement aux fluides newtoniens (contrainte de cisaillement proportionnelle au gradient de vitesse), sa mise en mouvement nécessite d'appliquer une contrainte de cisaillement au moins égale à ce seuil. Ce comportement rhéologique peut être représenté par la loi de Bingham [32] :

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \quad (\text{Équation 2.1.})$$

Avec  $\tau$  (Pa) la contrainte de cisaillement,  $\tau_0$  (Pa) le seuil de cisaillement,  $\mu$  la viscosité plastique (Pa.s) et  $\dot{\gamma}$  le gradient de vitesse. Ce type de comportement peut s'expliquer par des interactions entre particules au sein d'un fluide (suspension de feuillets d'argile par exemple) entraînant une cohésion du matériau à l'état de repos. Il est dans un premier temps nécessaire d'apporter une certaine quantité d'énergie au mélange pour rompre cette cohésion. Passé ce stade, le matériau se comporte comme un fluide newtonien. Si les contraintes appliquées au matériau sont supprimées, celui-ci retourne progressivement à l'état de repos du fait de la reformation des interactions de cohésion entre les particules en suspension.

Plus un béton est ferme et plus son seuil de cisaillement est élevé. La viscosité traduit quant à elle la sensibilité du béton à la vitesse de cisaillement. Une faible teneur en eau et un dosage élevé en superplastifiant entraînent généralement une forte viscosité, donnant un aspect « collant » au béton mais le rendant cohésif. À l'inverse, une forte teneur en eau permet de diminuer la viscosité mais entraîne des risques accrus de ségrégation et de ressuage.

Selon De Larrard et al. [33], le seuil de cisaillement est lié aux forces de frictions entre les particules en suspension dans le mélange (granulats, ciment et additions minérales). Il est donc influencé par la nature et le nombre de contacts entre les grains. La phase liquide a pour rôle de contrôler la distance entre les grains.

Les propriétés rhéologiques du béton peuvent également évoluer au cours du temps. La viscosité et le seuil de cisaillement peuvent par exemple augmenter tous les deux en cas d'absorption de l'eau libre par les granulats. Si seul le seuil de cisaillement augmente, il peut s'agir d'un raidissement issu de réactions d'hydratation précoces [34]. En effet, les réactions d'hydratation du ciment sont décrites selon quatre phases identifiées par calorimétrie isotherme (figure 2.4) : réactions initiales (1) et périodes dormante (2), d'accélération (3) et de ralentissement (4).

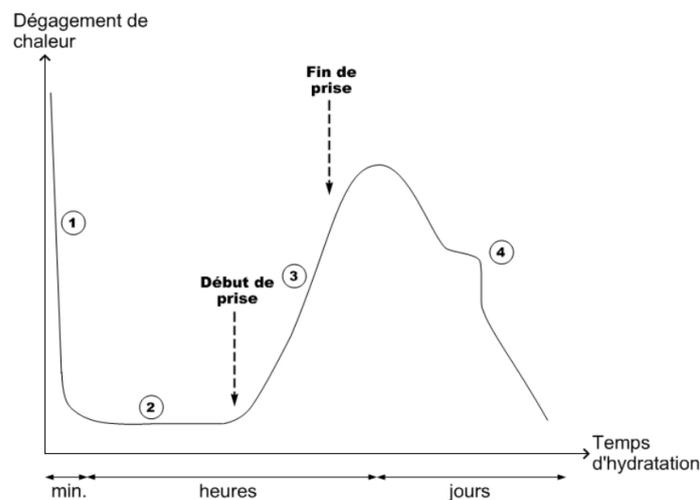


Figure 2.4 Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment [35]

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

La période dormante correspond à la saturation progressive de la solution interstitielle en ions par la dissolution des grains de ciment. Lorsqu'un état de sursaturation est atteint, les hydrates précipitent : c'est le début de la prise. La période dormante correspond donc à la phase durant laquelle le béton est maniable. Une accélération des réactions d'hydratation entraîne donc une réduction de la durée de la période dormante et une diminution plus rapide de la maniabilité.

### *Influence des additions calcaires*

La substitution du ciment par des additions minérales peut exercer une influence sur le seuil de cisaillement et la viscosité du mélange. Selon le type d'addition utilisé et ses caractéristiques, telles que la finesse, les propriétés rhéologiques du mélange vont varier. Le taux de substitution du ciment va également exercer une influence sur le comportement du matériau à l'état frais.

Zhang et Han [36] ont mesuré l'effet d'une substitution de 10 % d'un ciment Portland par une addition calcaire plus fine au sein d'une pâte cimentaire. Cette substitution a permis de réduire de 4,45 Pa.s à 2,52 Pa.s la viscosité et de 8,31 Pa à 1,60 Pa le seuil de cisaillement de cette pâte. Vikan et Justnes [37] ont fait un constat similaire pour un taux de substitution de 12 % avec une addition calcaire de finesse similaire à celle du ciment. Pour des faibles taux de substitution, l'effet de l'addition calcaire sur les propriétés rhéologiques semble donc être généralement positif.

Pour des taux de substitution plus élevés, l'influence des caractéristiques physiques de l'addition utilisée est plus importante. Jiang et al [34] observent que la substitution de 30 % de ciment Portland par une addition calcaire plus fine provoque une augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité d'une pâte cimentaire. Burgos-Montes et al. [38] ont réalisé une substitution similaire. Selon eux, jusqu'à une teneur de 30 % en addition calcaire, l'augmentation du taux de substitution accroît légèrement la demande en eau du mélange. Puis, de 30 % à 50 %, la demande en eau du mélange diminue. La finesse de l'addition utilisée et la capacité de ses particules à s'insérer dans l'empilement des grains de ciment influence la compacité du mélange. Plus elle augmente et plus la demande en eau de l'ensemble diminue.

Cependant, Varhen et al [39] ont fait le constat qu'une augmentation de la compacité d'un empilement entraînait aussi une augmentation de la viscosité du mélange. Yahia et al. [40] ont étudié l'influence de la substitution d'un ciment au sein de mortiers. Pour des E/C de 0,45 et 0,40, ils observent que les propriétés rhéologiques sont améliorées jusqu'à un taux de substitution de 50 %. Pour un E/C de 0,35, le taux de substitution maximal est de 30 %. À partir de ces seuils, l'augmentation de la teneur en addition calcaire provoque l'augmentation de la viscosité. Enfin, Bentz et al. [41] ont substitué 40 % de ciment Portland par une addition calcaire de finesse similaire. Ils ont observé une réduction du seuil de cisaillement ainsi que de la viscosité. Selon eux, les particules d'addition calcaire, du fait de leur nature et morphologie, ont un effet lubrifiant.

Des constats similaires ont été fait à l'échelle du béton. Benaïcha et al [42] ont testé la substitution d'un ciment Portland par une addition calcaire de finesse similaire pour la fabrication de bétons autoplaçants. Pour un taux de substitution de 10 %, ils mesurent un seuil de cisaillement de 20,6 Pa et une viscosité de 87,1 Pa.s. À 40 % de substitution, le seuil de cisaillement mesuré est de 11,5 Pa et la viscosité de 38,5 Pa.s. Nedhi et al. [43] ont quant à eux observé qu'il était possible de substituer jusqu'à 20 % du ciment par une addition calcaire pour atteindre une maniabilité similaire sans nécessiter d'adjuvant.

Il ressort globalement de la littérature que plusieurs paramètres influencent l'effet d'une addition calcaire sur les propriétés rhéologiques d'un mélange. La finesse d'une addition influence la compacité du mélange et donc sa demande en eau, c'est-à-dire la quantité d'eau nécessaire pour combler les

vides de l'empilement de grains. Cependant la réduction des distances interparticulaires avec l'augmentation de la compacité et la réduction de la teneur en eau a tendance à faire augmenter la viscosité du mélange. Aussi, la surface spécifique de l'addition et du mélange obtenu impacte les propriétés rhéologiques. En effet, selon Esping [44], plus la surface spécifique augmente et plus la demande en eau augmente. Costa et al. [45] observent la même tendance dans leur étude. Une difficulté par rapport à ce paramètre est que la finesse d'une addition et sa granulométrie ne sont pas les seuls facteurs l'influençant. L'état de surface des particules (porosité) et leur géométrie sont également à prendre en compte. Une addition plus grossière qu'un ciment mais dont l'état de surface est rugueux et poreux peut avoir une surface spécifique plus élevée et donc une demande en eau similaire voire supérieure.

### 1.2.2. Hydratation

L'incorporation d'additions calcaires avec du ciment peut exercer une influence sur les réactions d'hydratation. Selon Wang et al. [46], quatre mécanismes différents interviennent et dépendent des caractéristiques physiques de l'addition calcaire utilisée :

- effet de dilution ;
- effet filler ;
- nucléation ;
- effet chimique.

#### *Effet de dilution*

Ce premier phénomène est observé dès lors qu'une partie du clinker au sein du mélange est remplacée par une addition minérale inerte ou participant tardivement aux réactions d'hydratation (additions pouzzolaniques par exemple). Les additions calcaires sont quasiment inertes, c'est-à-dire qu'elles participent chimiquement très peu à ces réactions. Pour une teneur en eau fixe, plus le taux de substitution du ciment par de l'addition calcaire augmente et plus la quantité d'hydrates formés diminue. La matrice cimentaire obtenue est de densité plus faible car la quantité d'eau libre (non utilisée pour hydrater le ciment) dans le mélange augmente. Plus cette quantité augmente, plus les grains de ciment sont écartés les uns des autres. La quantité d'hydrates formés n'est alors pas suffisante pour combler entièrement l'espace entre les grains, d'où la formation d'une porosité capillaire. En fonction de la sensibilité à la dessiccation du matériau obtenu, cette porosité peut être saturée en eau ou non à l'état durci. Cet effet n'est pas négligeable car il sera vu dans la suite du manuscrit qu'il impacte fortement les performances mécaniques et de durabilité obtenues.

#### *Effet filler*

Ce mécanisme intervient lorsque l'addition utilisée est d'une finesse telle que ses particules sont capables de s'insérer dans les interstices de l'empilement des grains de ciment. Le cas échéant, la compacité du mélange augmente [47]. Selon Berodier et Scrivener [48], l'augmentation de la compacité est synonyme d'une réduction des distances interparticulaires. À une vitesse de malaxage donnée, la réduction de ces distances provoque une augmentation du taux de cisaillement au sein du mélange. Lorsque les grains de ciment se dissolvent, la solution interstitielle se concentre en ions à proximité de la surface de ces grains. L'augmentation du taux de cisaillement provoque une perturbation accrue de la couche ionique obtenue et une meilleure dispersion des ions en solution. La solution à proximité des grains de ciment n'étant plus saturée, leur dissolution est de nouveau provoquée. Ces phénomènes favorisent ainsi une meilleure hydratation des grains de ciment et la formation d'une quantité plus importante d'hydrates. Les auteurs estiment également que ce mécanisme peut être provoqué par un malaxage plus puissant.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Aussi, lorsque la compacité du mélange augmente, sa demande en eau est réduite. Une quantité d'eau plus faible pour une teneur en ciment donnée permet de saturer plus rapidement la solution interstitielle. Les réactions d'hydratation en sont de fait accélérées.

### Effet de nucléation

L'effet de nucléation correspond à la capacité d'une addition minérale à constituer en surface de ses grains des sites permettant la croissance d'hydrates. L'utilisation d'une faible teneur en addition calcaire de finesse suffisante permet de provoquer une accélération des réactions d'hydratation du ciment. Vance et al [49] ont réalisé des mesures de calorimétrie sur des pâtes constituées de 90 % de ciment Portland et 10 % d'additions calcaires de finesse différentes. Comme montré sur la figure 2.5, plus la finesse augmente, plus le pic de chaleur est intense et mesuré tôt.

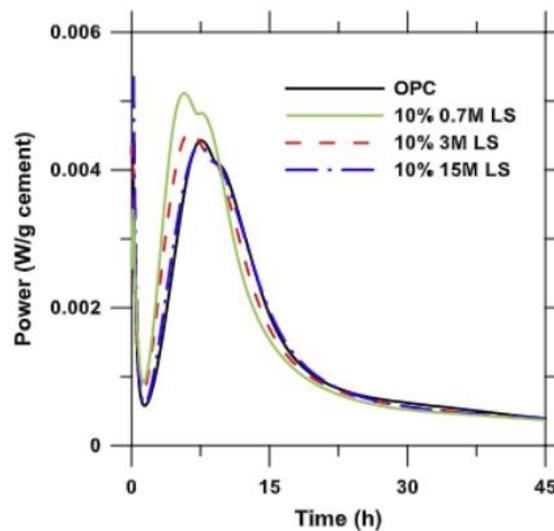


Figure 2.5 Mesures de calorimétrie réalisées pour des additions calcaires de finesse différentes aux mêmes taux de substitution

L'incorporation d'une addition calcaire fine permet, jusqu'à une teneur seuil, d'exploiter l'effet de nucléation. Thongsanitgarn et al [50] ont estimé ce seuil pour l'incorporation d'une addition calcaire fine ( $d_{50} = 5 \mu\text{m}$ ) et d'une plus grossière ( $d_{50} = 20 \mu\text{m}$ ). Les mesures de calorimétrie réalisées pour des taux de substitution d'un ciment Portland allant de 5 % à 30 % sont présentées à la figure 2.6.

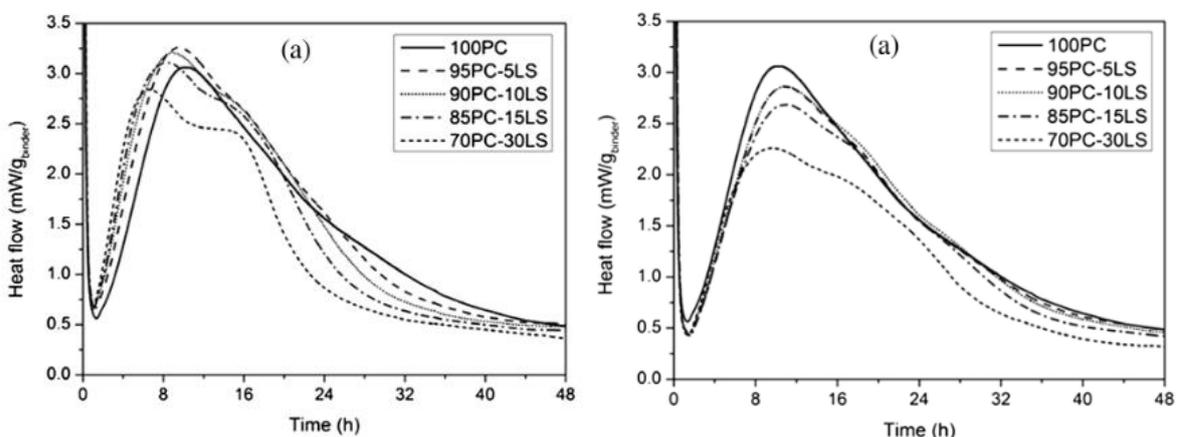


Figure 2.6 Mesures de calorimétrie réalisées pour différents taux de substitution du ciment par des additions calcaires fine (à gauche) et plus grossière (à droite)

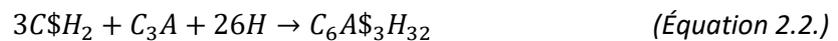
## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Il peut être observé pour l'addition fine que l'effet de nucléation accélère les réactions d'hydratation pour tous les taux de substitution. Cependant, le pic de chaleur mesuré est inférieur à celui de la référence pour une teneur de 30 %. Dans ce cas, l'effet de dilution compense le gain apporté par la nucléation. Dans le cas de l'addition grossière, pour tous les taux de substitution, il n'y a pas d'effet de nucléation notable. Il peut être observé également qu'avec l'incorporation d'addition calcaire, le pic de chaleur unique obtenu pour la référence semble se séparer partiellement en deux pics distincts. Selon Bentz et al [41], les hydrates se forment en partie en surface des grains de calcaire, la surface des grains de ciment est moins saturée en produits d'hydratation. Cela permettrait une « seconde vague » d'hydratation de ces grains.

Parmi toutes les additions minérales, les additions calcaires seraient particulièrement favorables à l'effet de nucléation. Selon Berodier et Scrivener [48], la présence d'ions  $Ca^{2+}$  en surface des grains de calcaire favoriserait la croissance d'hydrates selon un motif régulier. Oey et al [51] ont également constaté que les additions calcaires pouvaient participer aux échanges ioniques en solution et semblaient présenter des sites préférentiels de nucléation, notamment du fait de leur propriétés de sorption.

### *Effet chimique*

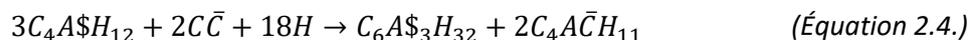
En plus des phénomènes d'accélération et d'amplification des réactions d'hydratation du ciment seul, le carbonate de calcium  $CaCO_3$  est capable de réagir avec les phases riches en aluminium ( $C_3A$  et  $C_4AF$ ). Les réactions qui entrent en jeu sont décrites comme une stabilisation de l'ettringite par la transformation de monosulfoaluminates (AFm :  $C_4A\$_3H_{32}$ ) en monocarboaluminates (AFmc :  $C_4A\bar{C}H_{11}$ ). Au cours des réactions habituelles d'hydratation du ciment, le gypse ( $C\$H_2$ ) réagit avec les  $C_3A$  pour former de l'ettringite ( $C_6A\$_3H_{32}$ ) :



Quand le gypse (source en sulfate) est épuisé avant le  $C_3A$ , l'ettringite est transformée en monosulfoaluminate ( $C_4A\$_3H_{32}$ ) :



Au cours de l'hydratation du  $C_3A$ , les ions sulfates peuvent être échangés avec des ions  $CO_3^{2-}$  apportés par la dissolution partielle du carbonate de calcium de l'addition calcaire [52] [53]. Dans ce cas, le monosulfoaluminate réagit pour former du monocarboaluminate ainsi que de l'ettringite. Cette suite de réactions correspond au mécanisme de stabilisation de l'ettringite, [54] [55].



Aussi, le carbonate de calcium peut réagir avec les  $C_3A$  pour former du monocarboaluminate :



La formation du monocarboaluminate débute tôt (dès 3 jours pour un mélange de 20 % d'addition calcaire et 80 % de ciment Portland [53]). Elle est également favorisée par le fait que le produit de solubilité (constante d'équilibre correspondant à la dissolution d'un solide dans un solvant) du monocarboaluminate est inférieur à celui du monosulfoaluminate. Le premier est donc plus stable que le second. Kakali et al [56] ont également observé la formation de monocarboaluminate pour des pâtes cimentaires à base de ciment Portland et de 0 % à 35 % d'addition calcaire. De même pour Moon et al [57].

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Plus les teneurs en  $C_3A$  et en  $C_4AF$  du ciment augmentent et plus ces réactions chimiques sont favorisées. Une finesse accrue de l'addition calcaire utilisée favorise également ces réactions car favorise sa dissolution [49]. Une dissolution accrue des grains de calcaire permet également de concentrer la solution interstitielle en espèces ioniques, favorisant sa saturation et la précipitation d'hydrates [48]. Cependant, tel que rappelé par P. Tennis [58] dans un article de revue bibliographique, l'action principale des additions calcaires est physique, leur contribution chimique aux réactions d'hydratation restant minoritaire.

### 1.2.3. Propriétés mécaniques

Du fait des mécanismes présentés dans le paragraphe précédent, la substitution du ciment par une addition calcaire va influencer les performances mécaniques du matériau obtenu. Les figures 2.7, 2.8, 2.9 et 2.10 présentent des résultats observés dans la littérature pour l'incorporation d'additions calcaires fines ( $d_{50}$  de 0 à 5  $\mu\text{m}$ ) et grossières ( $d_{50} > 20 \mu\text{m}$ ) [39] [42] [50] [56] [57] [59] [60] [61] [62] [63].

L'ensemble des résultats présentés concerne des essais réalisés sur pâtes, mortiers et bétons confondus. Les constats qui peuvent être faits sont similaires pour l'ensemble des publications. Que l'addition calcaire utilisée soit fine ou grossière, l'augmentation de sa teneur a tendance à faire diminuer plus ou moins les résistances à la compression obtenues. Au jeune âge, un maintien voire une augmentation de la résistance à la compression peut être observé jusqu'à une teneur en addition calcaire de 10 % à 15 %. À partir de ce seuil, la résistance diminue lorsque la teneur en addition calcaire augmente pour une teneur en eau constante. À 28 jours, l'utilisation d'une addition calcaire permet parfois de maintenir les résistances jusqu'à une teneur seuil. Dans d'autre cas, dès que le ciment est substitué par une addition calcaire, la résistance à la compression diminue.

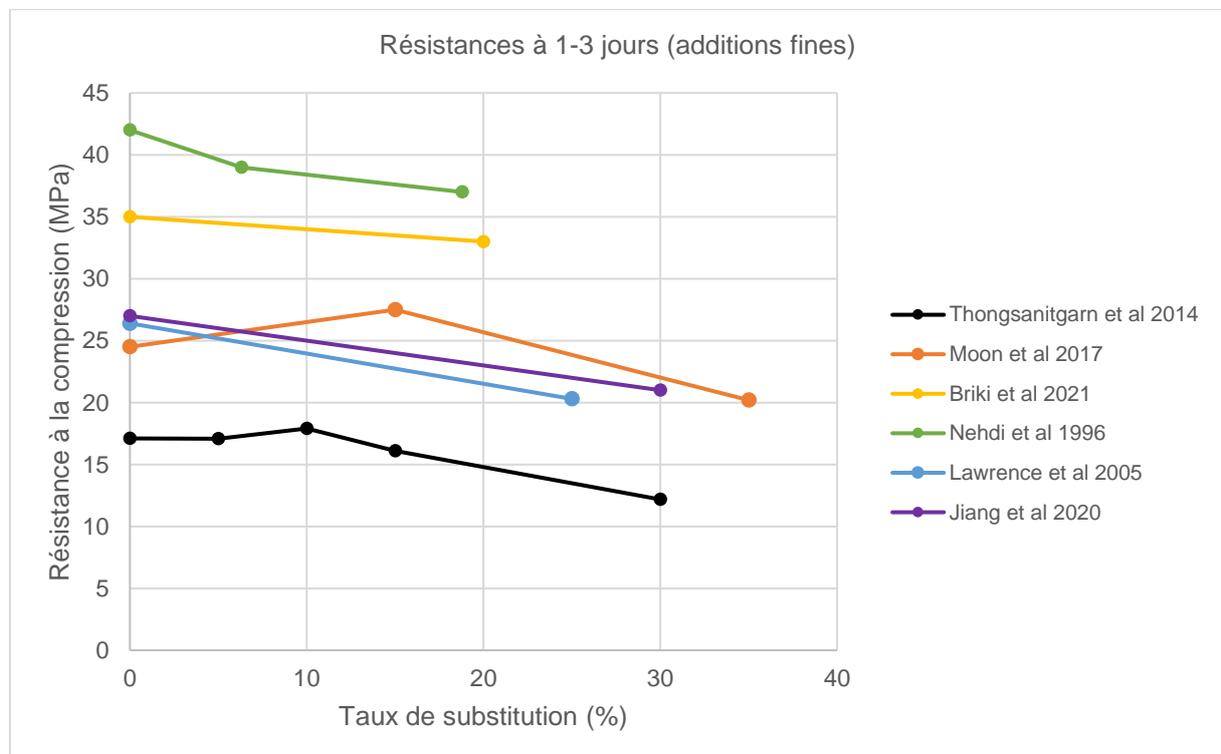


Figure 2.7 Résistances à la compression mesurées dans la littérature pour différents taux de substitution en addition calcaire fine au jeune âge

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

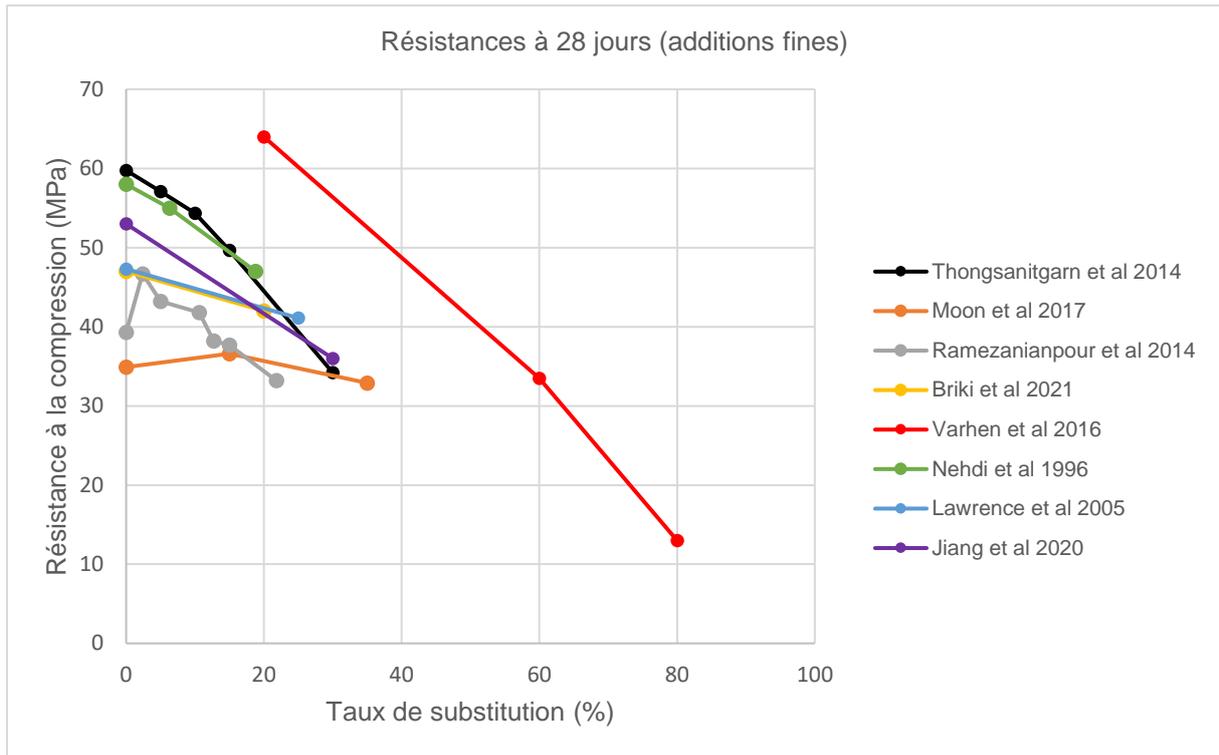


Figure 2.8 Résistances à la compression mesurées dans la littérature pour différents taux de substitution en addition calcaire fine à 28 jours

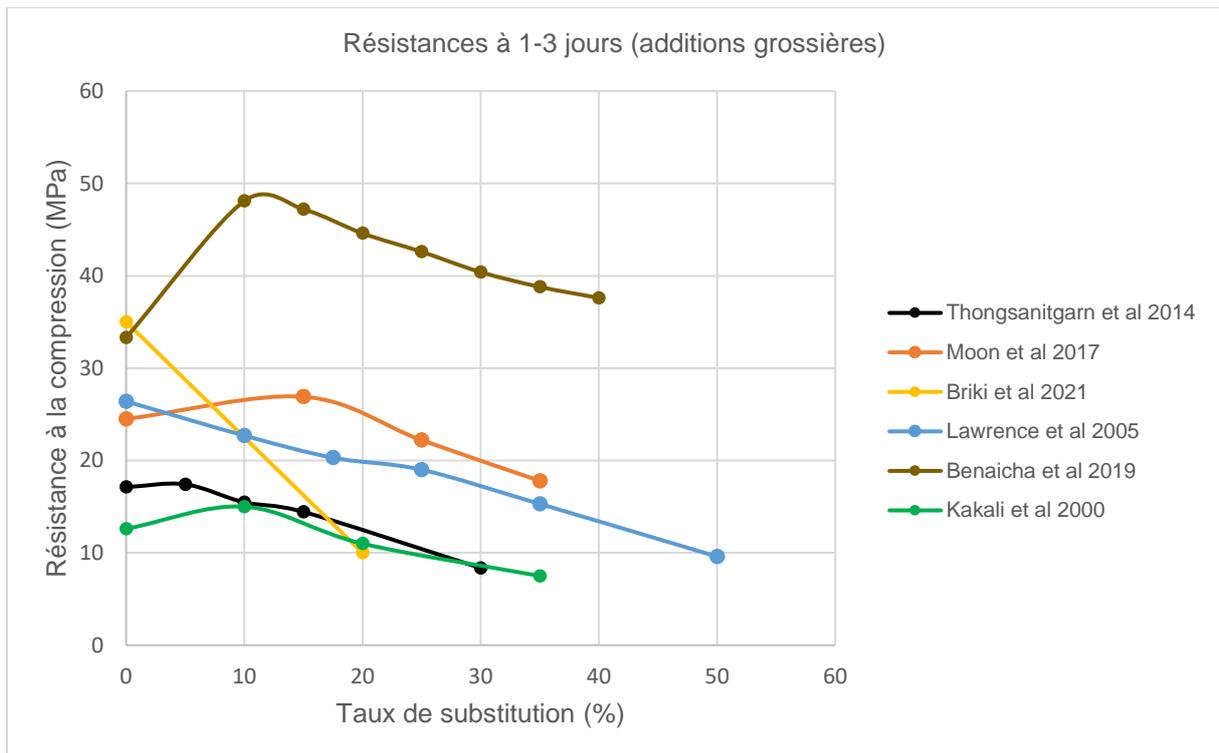


Figure 2.9 Résistances à la compression mesurées dans la littérature pour différents taux de substitution en addition calcaire grossière au jeune âge

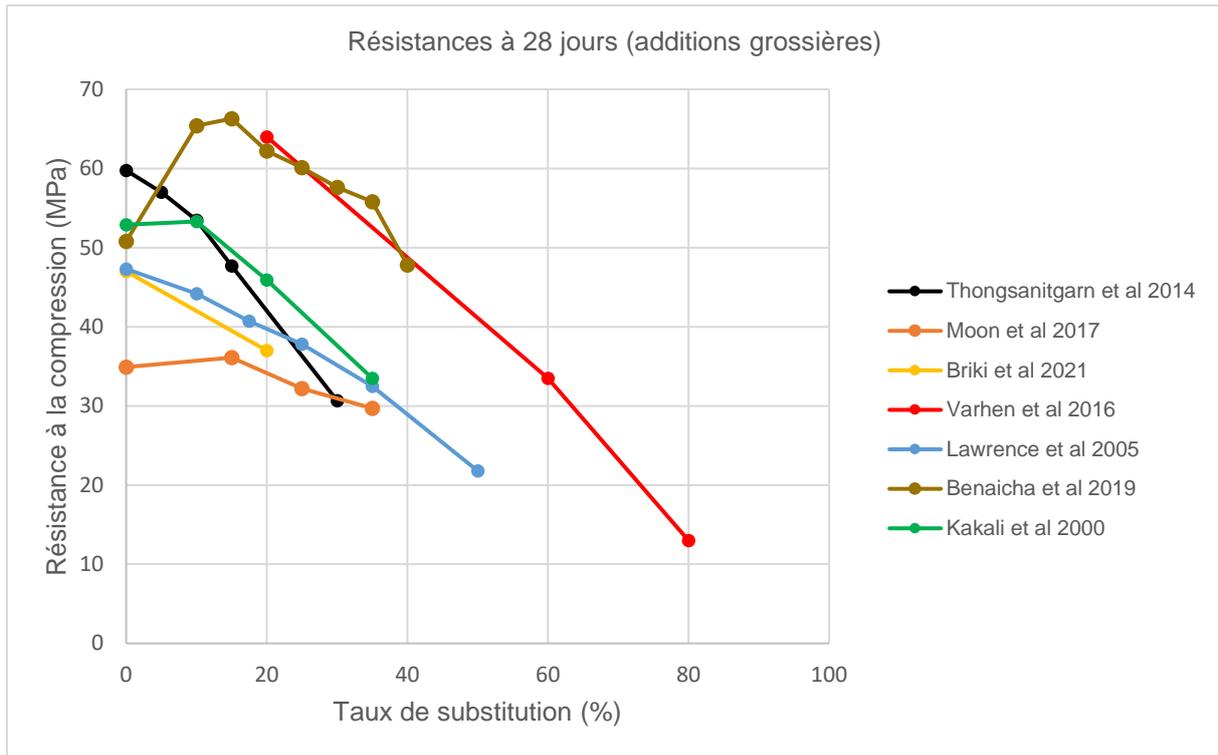


Figure 2.10 Résistances à la compression mesurées dans la littérature pour différents taux de substitution en addition calcaire fine à 28 jours

Selon Soroka et Stern [42], les tendances observées au jeune âge dépendent de la capacité de l'addition utilisée à accélérer les cinétiques d'hydratation. Si le gain en résistance dû à cette accélération permet de compenser l'effet de dilution, il est alors possible de substituer une partie du ciment sans impacter les résistances obtenues. Plus l'addition présente une finesse élevée et plus son effet de nucléation est important, favorisant ainsi le maintien des performances mécaniques. C'est également ce que Lawrence et al [61] mettent en avant pour expliquer leurs résultats. Ils estiment que l'amélioration des propriétés mécaniques est majoritairement provoquée par l'effet de nucléation plutôt que l'effet filler car ils n'observent pas d'évolution de la densité de leur mortier avec l'incorporation d'addition calcaire. Enfin, Briki et al [59] estiment aussi que plus la finesse de l'addition augmente et plus la résistance mécanique obtenue pour un même taux de substitution augmente. Ils ont en effet pu observer la formation d'une quantité plus importante de C-S-H ainsi que de phases AFm et AFt lorsqu'une addition plus fine est utilisée.

#### 1.2.4. Retrait

Différents types de retrait peuvent avoir lieu au cours de la vie d'un matériau cimentaire. Le retrait de « dessiccation » intervient lorsque le béton est conservé dans un environnement dont l'humidité est faible. Si l'on considère un tube partiellement rempli d'eau, un ménisque se forme à l'interface entre l'eau et l'air du fait de tensions superficielles qui se créent entre l'eau et les parois du tube. À l'équilibre, ce ménisque présente un certain angle de courbure. Lors de l'évaporation de l'eau, l'angle de courbure augmente et les tensions superficielles croissent en conséquence. Dans le cas du béton une différence de pression entre celle au sein des pores et la pression atmosphérique se crée lors de l'évaporation, induisant une dépression et une contraction du béton.

Le retrait endogène, appelé également retrait « d'auto-dessiccation » correspond à des variations de l'humidité interne au béton. Il intervient sans influence de l'environnement extérieur et provoque des contractions similaires à celles du retrait de dessiccation [64]. Le retrait « chimique » est quant à lui

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

associé aux réactions d'hydratation du ciment et plus précisément à une différence entre le volume de produits d'hydratation formés et la somme des volumes d'eau et de ciment anhydre consommés. Enfin, d'autres types de retraits peuvent être notamment provoqués par les variations de température ainsi que les réactions de carbonatation avec le CO<sub>2</sub> de l'air [65] [66].

La substitution du ciment par une addition calcaire exerce une influence variable sur les différents types de retrait. L'impact va dépendre de la finesse de l'addition calcaire et du taux de substitution mais peut aussi varier en fonction de la teneur en eau du mélange.

Bouasker et al [67] ont mesuré le retrait endogène à très jeune âge (jusqu'à 24 heures) de pâtes cimentaires. Ils ont substitué des masses de ciment Portland de 20 % et 40 % par une addition calcaire plus grossière. Ils ont observé que cette substitution provoquait une augmentation du retrait endogène. Selon eux, l'accélération des réactions d'hydratation du ciment par effet filler est une des explications. Itim et al [68] mesurent, pour un taux de substitution allant jusqu'à 15 %, un retrait endogène inférieur à celui de la référence au jeune âge (jusqu'à 24 heures). À un an, le retrait total mesuré est cependant similaire à celui de la référence. Bouasker et al [67] observent également une augmentation du retrait chimique, dont l'origine serait la transformation du monosulfoaluminate en monocarboaluminate dont la densité est plus importante. Ce constat est également fait par Khatib et al [69] qui mesurent une augmentation du retrait chimique pour des taux de substitution de 10 % à 15 %. Pour un taux de 20 %, le retrait chimique est plus important que celui de la référence à base de ciment mais inférieur pour un taux de 15 %.

Kang et al [70] ont mesuré également le retrait endogène sur des éprouvettes d'UHPFRC (ultra-high-performance fiber-reinforced-concrete) et ne font pas le même constat. Des taux de substitution du ciment de 25 % et 50 % ont été étudiés. Pour un taux de substitution de 25 %, ils observent une réduction de 9 % du retrait endogène, tandis qu'un taux de 50 % entraîne une réduction de 32 %. En comparant une addition calcaire fine et une plus grossière, ils observent que l'addition la plus fine entraîne une augmentation de 4 % à 9 % du retrait endogène par rapport à la plus grossière. L'accélération des réactions d'hydratation entraîne l'affinement des pores par la formation d'une quantité plus importante d'hydrates. De ce fait, les forces d'attraction au sein des capillaires sont plus intenses que pour une addition grossière. Dans leur cas, ils estiment que le maintien d'une teneur en eau constante pour un taux de substitution plus important permet de réduire le retrait endogène. En effet, par effet de dilution, une quantité d'eau plus importante est présente au sein du matériau sans participer aux réactions d'hydratation, ce qui minimise les phénomènes d'auto-dessiccation.

C'est également ce que présentent Alrifai et al [71] dans leurs travaux. Pour des taux de substitution de 27 % à 57 %, à teneur en eau constante, ils constatent que plus le taux de substitution augmente et plus le retrait endogène diminue. Selon eux, cette addition étant inerte, plus sa teneur augmente et moins le mélange contient d'espèces hydratables. De fait, l'humidité relative au sein du matériau est moins affectée par les phénomènes d'auto-dessiccation. Plus la quantité d'espèces réactives augmente et plus la taille des pores capillaires formés diminue, ce qui intensifie la pression au sein de ces derniers et augmente le retrait endogène.

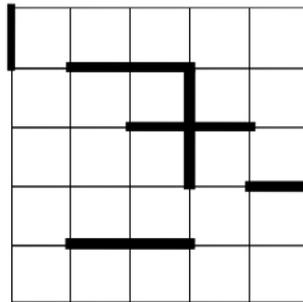
Pour des taux de substitution plus élevés, Silva et Brito [72] ont mesuré le retrait total jusqu'à 180 jours sur des éprouvettes de béton autoplaçant. À toutes les échéances de mesures, pour des teneurs en calcaire de 30 % et 60 %, le retrait total mesuré est plus élevé que la référence. Pour une teneur de 70 %, le retrait total est plus faible. Varhen et al [39] ont observé quant à eux sur des microbétons des diminutions de 50 % et 33 % du retrait pour des mélanges de 20 % de ciment et 80 % d'un mélange de deux additions calcaires (finesses différentes) et de 40 % de ciment et 60 % de mélange respectivement (comparé à une formulation de 80 % ciment et 20 % de mélange).

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Globalement, il ressort de la littérature que l'effet de l'addition calcaire sur les propriétés de retrait varie en fonction des paramètres de formulation du mélange. Pour des taux de substitution faibles, le retrait endogène provoqué par l'accélération des réactions d'hydratation peut être compensé par une humidité relative au sein du matériau plus élevée. Cependant, si cette teneur en eau est trop élevée, le retrait de dessiccation est amplifié. Pour des taux de substitution élevés, l'effet de dilution compense l'accélération des réactions car la quantité d'eau ne participant pas à ces dernières est élevée. Plus la teneur en addition calcaire augmente et plus la teneur en eau au sein du mélange peut être réduite sans provoquer une augmentation du retrait total.

### 1.2.5. Durabilité

La durabilité d'un béton est majoritairement influencée par ses propriétés de transfert. Ces caractéristiques dépendent elles-mêmes de la porosité du matériau et en particulier de la porosité capillaire (influencée par le rapport E/C et le type de cure). Le paramètre essentiel permettant d'expliquer la résistance ou non d'un béton aux agressions environnementales est l'interconnectivité de ses pores capillaires. Pour décrire la connexion des pores, Ollivier et Torrenti [73] utilisent dans leur ouvrage la théorie de la percolation. Soit un milieu en 2D représentant un réseau géométrique régulier (figure 2.11). Ce milieu est constitué d'éléments permettant le transfert d'espèces agressives (liens) et d'éléments barrières.



Percolation de liens

Figure 2.11 Schématisation en 2D de la percolation de liens

Plus la concentration en liens dans le milieu augmente et plus la probabilité que ces liens forment un réseau continu augmente. La concentration à partir de laquelle ce réseau est formé et permet la pénétration et le transfert d'espèces agressives est appelée « seuil de percolation ». Au sein d'un matériau cimentaire, ces liens correspondent à la porosité capillaire. La quantité de pores capillaires va être influencée par le rapport E/C et le degré d'hydratation du ciment. Comme montré par Bentz et Garboczi [74] aux figures 2.12-a et 2.12-b, la réduction de la teneur en eau permet d'assurer la segmentation du réseau de pores capillaires pour des degrés d'hydratation plus faibles. L'auteur a également déterminé que pour une porosité capillaire inférieure à 18 %, la segmentation du réseau capillaire était assurée, quel que soit le rapport E/C.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

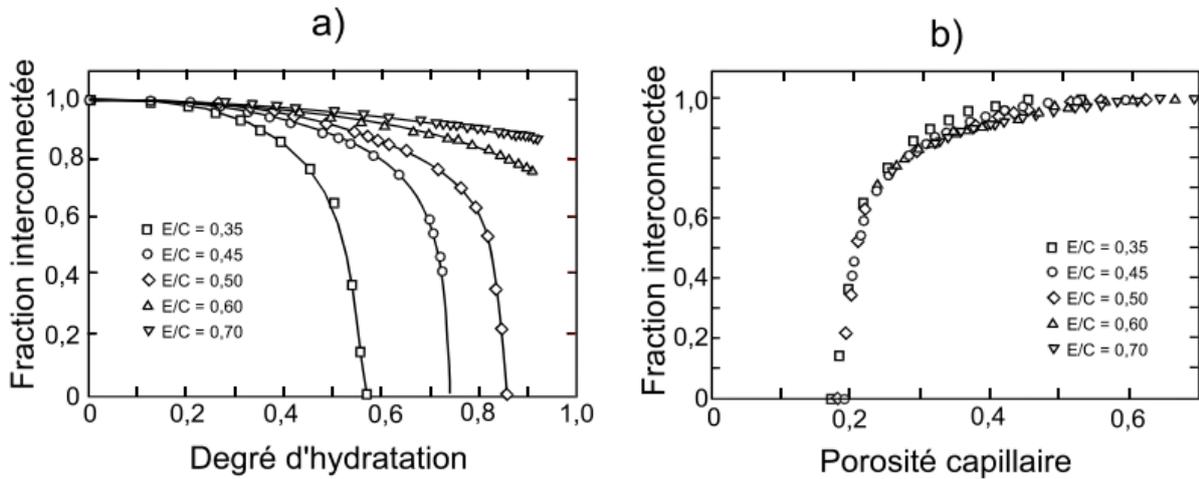


Figure 2.12 a) Seuils de percolation en fonction du degré d'hydratation et du rapport E/C de pâtes cimentaires. b) Seuils de percolation en fonction de la porosité capillaire et du rapport E/C de pâtes cimentaires

Irassar [75] obtient des résultats similaires dans son étude sur des pâtes cimentaires. Il estime que des rapports E/C de 0,40, 0,45 et 0,50 nécessitent des degrés d'hydratation de 0,72, 0,82 et 0,93 respectivement pour que le réseau de pores capillaires soit segmenté. L'utilisation d'une addition calcaire provoque une augmentation de la quantité d'eau libre au sein du mélange. De ce fait, Irassar observe également que pour un taux de substitution de 35 %, un réseau segmenté est obtenu pour un rapport E/L de 0,34. En fonction de la teneur en addition calcaire, il est donc nécessaire d'ajuster la teneur en eau au sein du mélange afin d'obtenir des propriétés de durabilité satisfaisantes.

### Porosité

Comme expliqué précédemment, les propriétés de durabilité des bétons dépendent fortement de leur porosité (volume et dimensions). Il est donc nécessaire dans un premier temps de déterminer l'effet de l'incorporation d'additions calcaires sur la porosité formée.

Da Silva et De Brito [76] ont mesuré la porosité par intrusion au mercure d'éprouvettes de béton. Pour des taux de substitution du ciment de 30 %, 60 % et 70 %, ils observent que plus la teneur en addition calcaire augmente et plus le volume total et la taille des pores augmentent (figure 2.13). Par mesures de l'absorption d'eau de ces bétons, ils concluent que cette évolution entraîne son augmentation.

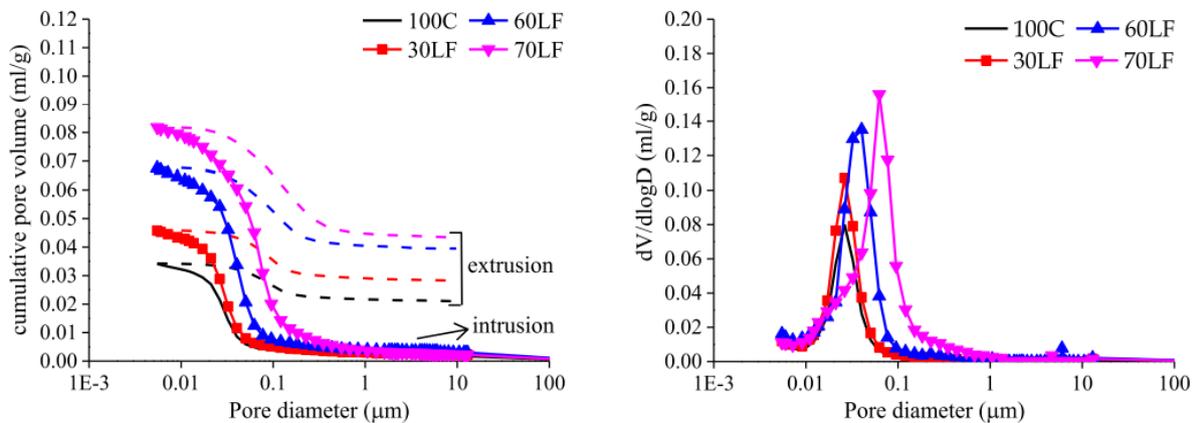


Figure 2.13 Influence de la teneur en addition calcaire sur la porosité du béton. À gauche, volumes de pores cumulés, à droite, distribution de la taille des pores

Shi et al [77] confirment cette tendance par la substitution de 32 % en masse de ciment blanc par une addition calcaire. Kang et al [70] ont réalisé ces mesures sur des éprouvettes d'UHPFRC. Ils ont

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

comparé l'effet de deux additions calcaires, l'une plus fine et l'autre plus grossière que le ciment de référence, pour un taux de substitution de 25 %. La plus fine provoque une augmentation de la proportion volumique de pores de tailles inférieures à 5 nm. La plus grossière provoque la tendance inverse. Dans les deux cas, le volume total de pores est similaire à celui de la référence. Une plus grande finesse de l'addition permet donc une diminution de la taille des pores. Pour un taux de substitution de 50 %, les deux types d'additions provoquent une augmentation globale de la porosité, peu importe la taille des pores. Jusqu'à un certain taux de substitution, l'utilisation d'une addition plus fine semble donc provoquer une diminution de la taille des pores. Ceci peut s'expliquer par l'effet bénéfique d'une addition fine sur le degré d'hydratation du ciment. Lorsque le taux de substitution est trop élevé, l'effet de dilution entraîne une augmentation de la porosité totale. Panesar et al [78] estiment par des mesures sur éprouvettes de béton qu'un taux de substitution de 15 % du ciment par de l'addition calcaire est optimal. Dans leur cas, une plus grande finesse permet d'améliorer la densité du matériau obtenu du fait d'un empilement de grains plus compact et entraîne une réduction du volume de pores. La quantité de mono-carboaluminate produite est également accrue, ce qui contribue à la réduction de la porosité.

Zhang et al [79] ont quant à eux réalisé des mesures de porosité à l'eau sur trois bétons : une référence à base de ciment Portland (E/C de 0,4) et deux bétons dont 40 % du ciment est substitué par une addition calcaire (E/L de 0,4 et 0,36). À 28 jours, ils observent une augmentation de la porosité (mesurée à 12,8 %, 14 % et 13,5 % respectivement). Ils confirment donc que pour une teneur élevée en addition, la porosité totale semble augmenter. La réduction de la teneur en eau permet en partie de compenser cette augmentation.

### *Coefficient de migration des ions chlorures*

Selon Gbozee et al [80], deux types de mécanismes permettent de ralentir la pénétration des ions chlorure au sein d'une matrice cimentaire : physique et chimique. Dans le premier cas, les ions chlorure sont accumulés dans la partie diffuse du gel de C-S-H et la quantité accumulée est influencée par le rapport Ca/Si des C-S-H et la concentration en  $Ca^{2+}$  en surface du gel. Dans le second cas, il s'agit d'une réaction entre les ions  $Cl^-$  et les phases contenant de l'aluminium pour former des sels de Friedel ( $Ca_3Al_2O_6 \cdot CaCl_2 \cdot 10H_2O$ ). La composition chimique de la matrice cimentaire va donc avoir un impact prépondérant sur la résistance à la migration des ions chlorure du matériau.

Du fait de l'évolution de la porosité liée à l'utilisation d'addition calcaire, la résistance au passage des ions chlorure au sein d'un béton va aussi être impactée.

Da Silva et De Brito [81] ont mesuré le coefficient de migration des ions chlorure sur des bétons autoplaçants. L'effet du taux de substitution du ciment sur le coefficient de diffusion, à différentes échéances, est présenté à la figure 2.14. Plus la teneur en addition calcaire augmente et plus le coefficient de diffusion augmente. Ce résultat s'explique selon eux par une augmentation de la porosité du matériau par effet de dilution.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

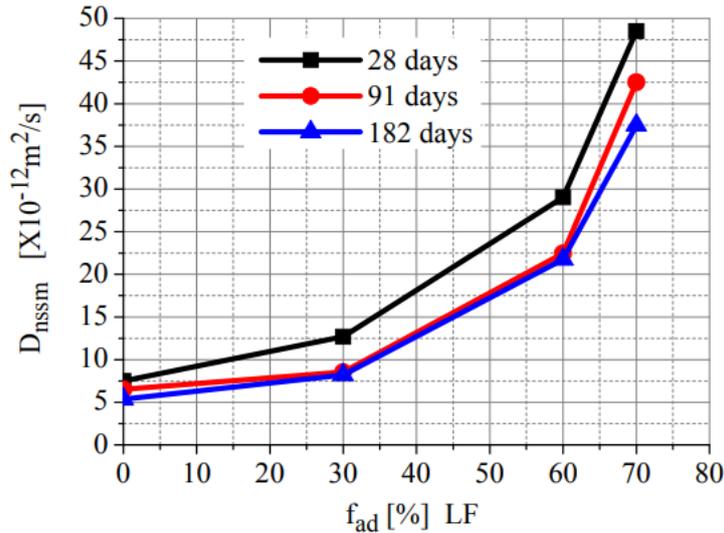


Figure 2.14 Influence du taux de substitution d'un ciment par de l'addition calcaire sur le coefficient de diffusion des ions chlorure du béton, à différentes échéances d'essai

En réalisant des mesures pour des mélanges similaires mais des rapports E/C différents, ils observent que la réduction du E/C permet de réduire le coefficient de diffusion. Ils estiment que ces résultats sont en lien avec la structure du réseau poreux formé, notamment son volume ainsi que sa continuité.

Zhang et al [79] observent également que la résistance à la migration des ions chlorure est affectée négativement par la substitution de 40 % du ciment. Ils considèrent que le caractère inerte de l'addition calcaire provoque cette tendance. D'après eux, la réduction de la teneur en eau (de 0,40 à 0,36) permet d'améliorer cette résistance à 28 jours. À 90 jours, les deux mélanges de E/C différents présentent des résultats similaires. Ceci semble indiquer qu'une teneur en eau plus importante pour un même mélange permet d'atteindre un degré d'hydratation du ciment plus élevé à âge tardif. Cela permettrait d'améliorer la résistance à la migration des ions chlorure. Shadkam et al [82] confirment l'influence de la teneur en eau à 28 jours en mesurant une diminution d'environ  $4,5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  du coefficient de diffusion pour une réduction du E/C de 0,5 à 0,4. Ils observent également une diminution de la porosité de 1,5 % grâce à cette réduction. Même constat pour Ramezani pour et al [83], qui estiment de plus que le taux de substitution du ciment devrait être limité entre 10 % et 15 % afin de réduire le coefficient de diffusion pour une teneur en eau donnée. Briki et al [59] observent en effet que dès 20 % de substitution, le coefficient de migration des ions chlorure augmente, peu importe la finesse de l'addition.

Enfin, les travaux de Meddah et al [84] permettent de résumer les différentes tendances observées dans la littérature (figure 2.15). Il peut être observé que, pour un taux de substitution donné, plus la teneur en eau augmente et plus le coefficient de diffusion est élevé. Malgré l'effet positif d'une réduction de la teneur en eau du mélange, il semble opportun de limiter la teneur en addition calcaire à une valeur de 15 % pour éviter une dégradation trop importante de la résistance du béton au passage des ions chlorure.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

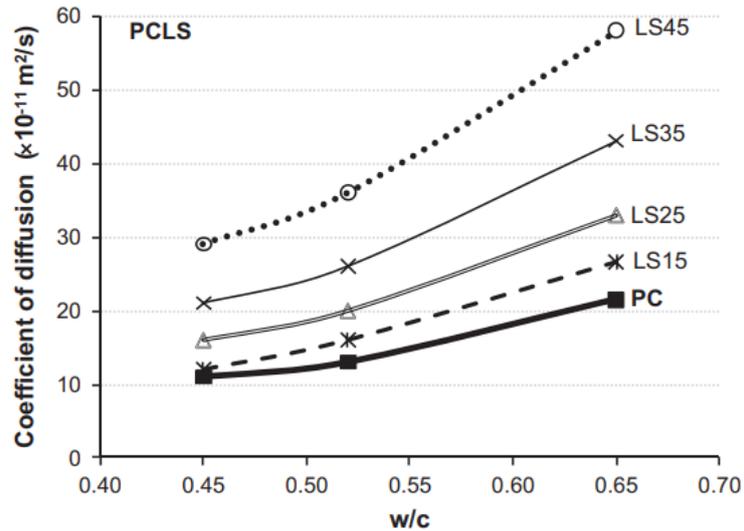


Figure 2.15 Influence du taux de substitution du ciment par de l'addition calcaire et du rapport E/C sur le coefficient de diffusion des ions chlorure

### Carbonatation accélérée

La vitesse de carbonatation d'un béton dépend en partie de sa porosité mais également de sa teneur en espèces carbonatables (portlandite notamment). L'incorporation d'addition calcaire influençant les réactions d'hydratation et la porosité formée, elle influence de fait la résistance à la carbonatation du béton. Au sein d'une analyse bibliographique, Elgalhud et al [85] estiment, qu'en moyenne, un taux de substitution de 30 % du ciment provoque une augmentation de 50 % de la profondeur de carbonatation mesurée à une échéance donnée.

Pour des taux de substitution de 15 % et 30 %, Lollini et al [86] ont mesuré la profondeur de carbonatation au sein de bétons après 28 jours de cure humide. Une teneur de 15 % donne des résultats similaires à la référence à base de ciment Portland tandis qu'une teneur de 30 % provoque une augmentation de la profondeur mesurée. Dans le premier cas, l'effet de dilution est compensé par l'augmentation du degré d'hydratation du ciment. Dans le second cas, l'effet de dilution est trop important. Pour un taux de 40 %, Zhang et al [79] observent par des mesures de carbonatation naturelle que la profondeur de carbonatation mesurée est plus élevée que pour la référence. Une réduction du rapport E/L permet en partie de réduire la profondeur de carbonatation. Selon eux, la faible teneur en espèces carbonatables par effet de dilution est la cause de cette tendance. Ces tendances liées à la teneur en eau et à l'effet de dilution sont également soulignées par Leeman et al [87].

Meddah et al [84] ont également réalisé des mesures de profondeur de carbonatation après 20 semaines d'exposition à une atmosphère riche en CO<sub>2</sub>. La figure 2.16 présente leurs observations en termes d'évolution de la profondeur de carbonatation en fonction du E/L et de la teneur en addition calcaire. Encore une fois, ils estiment nécessaire de limiter la teneur en addition calcaire à 15 % pour limiter la dégradation des performances de durabilité du béton.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

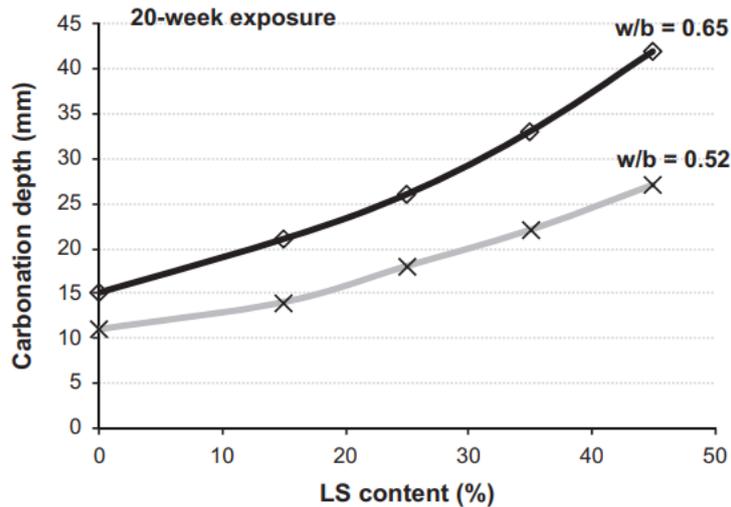


Figure 2.16 Influence du taux de substitution du ciment par de l'addition calcaire et du rapport E/C sur la profondeur de carbonatation

## 2. Métakaolin

De la même manière que pour les additions calcaires, l'influence du métakaolin en mélange avec du ciment sur les performances obtenues est présentée dans cette partie. En premier lieu, la disponibilité de la ressource sur le territoire français est présentée.

### 2.1. Généralités

Selon un rapport du BRGM publié en 2018, 41 carrières exploitant du kaolin ou des argiles kaoliniques étaient recensées en 2017 en France. Cette même année, la production autorisée était de 2 085 kt pour le kaolin et de 2 135 kt pour les argiles kaoliniques. En comparaison, la production annuelle globale est de 400 à 450 kt.

Les applications visées par cette production sont majoritairement relatives aux industries papetière, verrière et céramique. L'utilisation actuelle de ce type de matériau par l'Industrie du Béton ne représente que quelques pourcents de la production.

Comme le montre la carte présentée en figure 2.17 [88], les exploitations de kaolin et d'argiles kaoliniques sont réparties de manière relativement homogène sur le territoire. Il peut être imaginé qu'en cas d'augmentation de la demande en kaolin pour une incorporation au sein du béton, sa production tendrait à augmenter. Aussi, comme pour les additions calcaires, il existe sur le territoire français des gisements encore inexploités.

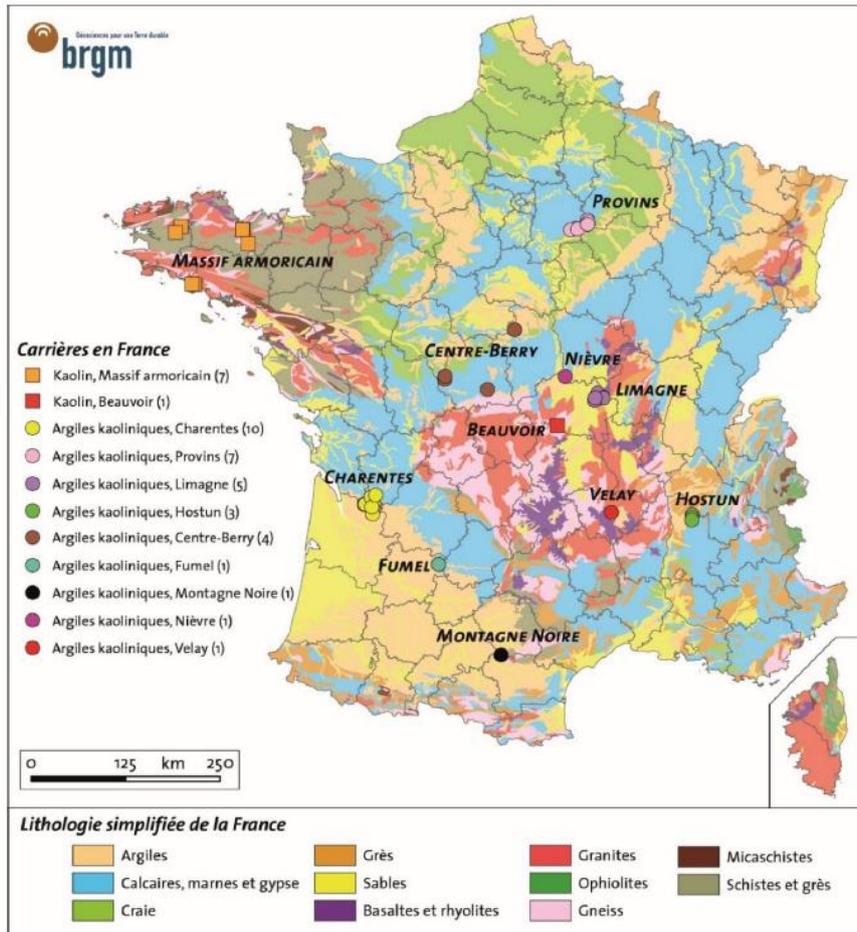
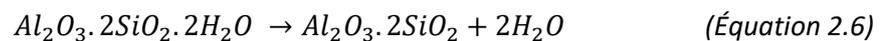


Figure 2.17 Disponibilité des kaolins et argiles kaoliniques en France

### 2.1.1. Méthodes de production du métakaolin

Le métakaolin est obtenu par la cuisson d'une argile kaolinique à une température comprise entre 600 °C et 900 °C. Dans cette gamme de températures, une réaction de déshydroxylation intervient (Équation 2.6).



Lors de cette réaction, l'eau de cristallisation est progressivement éliminée, détériorant progressivement la cristallinité du kaolin. Une « méta-phase » amorphe est alors obtenue [89]. En fonction de la quantité de phases amorphes formées, le métakaolin produit est plus ou moins réactif.

Plusieurs procédés de cuisson existent : four à lit fluidisé, réacteur à lit fixe ou encore à l'aide d'un four rotatif. Murat et Bachiorrini [90] ont testé ces différentes méthodes afin d'évaluer la température idéale de cuisson. Ils ont alors déterminé que les métakaolins obtenus à une température comprise entre 700 °C et 800 °C étaient les plus réactifs, apportant des résistances optimales en mélange avec de la chaux à 7 jours et 28 jours.

Ces procédés de calcination sont longs et représentent une consommation énergétique non négligeable. Plus récemment a été développé le procédé de calcination flash. En quelques secondes, le kaolin est calciné à l'aide d'une flamme portée à 900 °C. Cette méthode est aujourd'hui la plus utilisée car offrant un meilleur rendement et des métakaolins plus réactifs. Cassagnabère et al [91] ont en effet comparé les réactivités de métakaolins obtenus par lit fluidisé et par calcination flash. Ils ont observé par analyse DRX que le taux d'amorphisation des métakaolins obtenus était plus élevé via la

calcination flash. Aussi, le procédé de fabrication influence la morphologie des métakaolins obtenus. Le procédé de cuisson par lit fluidisé suivi d'un broyage produit des particules anguleuses et saillantes. Par broyage puis calcination flash, les particules sont davantage vitrifiées et plus sphériques. Garcia-Diaz [92] a observé cependant que la calcination flash entraînait la formation d'agglomérats poreux. Il sera vu dans la suite de ce manuscrit que ces agglomérats ont un effet délétère sur la réactivité du métakaolin ainsi que sur les propriétés d'usage des produits obtenus (rhéologiques notamment).

La composition chimique du kaolin choisi exerce également une influence sur les propriétés du métakaolin obtenu. En fonction de sa pureté (teneur en kaolinite), le métakaolin produit n'aura pas la même réactivité. Cassagnabère et al [91] ont comparé des métakaolins obtenus par la cuisson de kaolins d'origines différentes. La qualité du métakaolin peut être qualifiée par son rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Ils ont déterminé qu'un rapport de 1,51 correspondait à une teneur en métakaolinite de 68 % contre 53 % pour un rapport de 2,67. Ils estiment également que le rapport optimal est de 1,18. Un rapport plus élevé est donc synonyme d'une forte teneur en impuretés et donc d'une moindre réactivité.

### 2.1.2. Incorporation au sein des matériaux cimentaires

Les métakaolins utilisés dans les matériaux cimentaires doivent être conformes aux spécifications de la norme NF P 18-513. Ils sont définis selon deux types : type A présentant une haute activité (indice d'activité de 100 % minimum) et type B présentant une activité moyenne (90 % minimum). Cette norme définit également d'autres exigences, notamment :

- une somme des teneurs en masse en silice ( $\text{SiO}_2$ ) et alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de 90 % minimum ;
- une fixation d'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  de 700 mg/g de métakaolin minimum (essai Chapelle modifié).

Selon la norme NF EN 197-1, les matériaux pouzzolaniques peuvent être utilisés pour la composition des ciments normalisés sous réserve de présenter une teneur en  $\text{SiO}_2$  réactif minimale de 25 % en masse. Les normes NF EN 197-1 et NF EN 197-5 définissent les teneurs en pouzzolanes naturelles calcinées pour la formulation des ciments standards :

- CEM II/A, B ou C : au maximum 20 %, 35 % ou 50 % respectivement ;
- CEM IV/A ou B : idem 35 % à 55 % ;
- CEM V/A ou B : idem 30 % à 49 %.

Étant donné son caractère réactif, le métakaolin peut donc être incorporé dans les ciments pour des teneurs plus élevées que l'addition calcaire. Idéalement, cette incorporation doit être limitée en fonction de la capacité du métakaolin à réagir avec la portlandite formée. Dans les paragraphes qui suivent, il sera vu cependant que l'utilisation du métakaolin est limitée dans la pratique à des teneurs plus faibles que celles autorisées, du fait de son influence sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et de durabilité.

## 2.2. Propriétés en combinaison avec du ciment

### 2.2.1. Propriétés rhéologiques

Les particules de métakaolin se présentent sous la forme d'empilements de plaquettes ayant tendance à s'agglomérer [93]. Cette morphologie particulière exerce une influence non négligeable sur les propriétés rhéologiques des mélanges cimentaires à l'état frais. Tel que présenté par Cyr [94], la formation de floccs en solution piège une partie de l'eau libre du mélange, ce qui augmente sa viscosité. Aussi, la géométrie des particules de métakaolin peut favoriser les interactions de contacts et de frottements entre particules, ce qui accroît le seuil de cisaillement.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Du fait de cet empilement de feuillets, la surface spécifique des métakaolins est généralement très élevée, ce qui leur confère une demande en eau accrue par rapport à un ciment Portland. En effet, une partie de l'eau d'ajout est piégée dans les espaces entre les feuillets et n'est plus disponible pour enrober les particules et les écarter les unes des autres dans la solution. Diederich et al [95] ont formulé des bétons autoplaçants en substituant 13 % et 26 % d'un ciment Portland en masse. Ils ont observé que, pour des volumes d'eau totale identiques, l'incorporation du métakaolin provoquait une augmentation conséquente de la viscosité du mélange. En formulant les bétons de sorte que l'épaisseur d'eau autour des particules des mélanges soit constante, des viscosités similaires ont été mesurées.

Hassan et al [96] ont également réalisé des mesures de viscosité plastique et de seuil de cisaillement sur des bétons autoplaçants à un E/L de 0,4 et pour des teneurs en métakaolin de 3 % à 25 %. Ils ont observé que plus la teneur en métakaolin est importante et plus ces deux paramètres augmentent. Tandis que la référence à base de ciment Portland présente un seuil de cisaillement de 21,3 Pa et une viscosité plastique de 15 Pa.s, le mélange incorporant 25 % de métakaolin présente des valeurs de 69 Pa et 36,5 Pa.s. L'utilisation du métakaolin entraîne également une augmentation de la teneur en superplastifiant haut-réducteur d'eau requise pour obtenir des propriétés rhéologiques équivalentes.

Sfikas et al [97] ont substitué un ciment Portland par du métakaolin pour des taux de 7 % à 20 % (E/L fixé à 0,6 et 350 kg/m<sup>3</sup> de liant total) pour la formulation de bétons autoplaçants. Ils observent également une augmentation du dosage en superplastifiant requis (de 4,5 kg/m<sup>3</sup> pour la référence à 6 kg/m<sup>3</sup> pour 20 % de métakaolin). Ils mesurent une diminution progressive de l'étalement au cône d'Abrams et une augmentation de la viscosité. Selon eux, la surface spécifique et donc la demande en eau supérieure du métakaolin par rapport au ciment ainsi que la géométrie de ses particules sont à l'origine de ces tendances. Antoni et al [98] ont aussi observé une augmentation du dosage en superplastifiant requis avec l'augmentation de la teneur en métakaolin. De leur côté, Zaribaf et al [99] ont déterminé que les superplastifiants à base de polycarboxylate étaient les plus efficaces pour assurer la dispersion des mélanges à base de métakaolin.

Nazario Santos et al [100] ont étudié le comportement de pâtes cimentaires (E/L de 0,3 et teneur en superplastifiant de 0,5 % par rapport à la masse de liant fixes) incorporant différentes teneurs en métakaolin. Les résultats d'essais d'étalement et d'écoulement au cône de Marsh sont présentés à la figure 2.18. Plus la teneur en métakaolin augmente et plus l'étalement mesuré diminue. À partir d'une teneur de 10 %, les auteurs observent que la pâte ne s'écoule plus au travers du cône de Marsh. À titre de comparaison, Ferraris et al [101] n'ont pas observé d'évolution particulière du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique d'une pâte incorporant 8 % de métakaolin par rapport à la référence à base de ciment (E/L de 0,35). En fonction de la teneur en eau, la teneur seuil en métakaolin à partir de laquelle les propriétés rhéologiques sont impactées varie.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

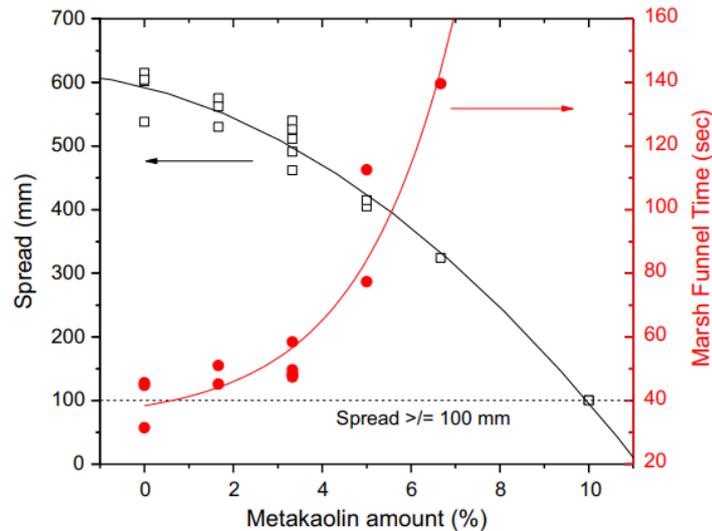


Figure 2.18 Influence de la teneur en métakaolin sur les mesures d'étalement (en noir) et d'écoulement au cône de Marsh (en rouge)

Cassagnabère et al [102] ont quant à eux observé le comportement rhéologique de mortiers incorporant des métakaolins de différentes puretés. Des taux de substitution de 12,5 % et 25 % pour un E/L de 0,5 ont été testés. Par des mesures d'affaissement au mini-cône, ils ont observé que l'incorporation de métakaolin réduisait l'affaissement mesuré ainsi que son maintien dans le temps. Selon eux, du fait d'une demande en eau plus élevée, les distances interparticulaires au sein des mélanges à base de métakaolin sont réduites. L'incorporation de métakaolin nécessite donc un ajustement de la teneur en eau et/ou de l'adjuvantation pour permettre une meilleure dispersion de ces particules. La pureté du métakaolin utilisé influence également ces propriétés. Plus il est pur et plus le maintien des propriétés rhéologiques est réduit.

Selon Nazario Santos et al [100], plus la teneur en métakaolin augmente et plus la pâte présente un comportement thixotropique. Ce type de fluide tend à se structurer une fois laissé au repos. C'est-à-dire qu'en l'absence de contrainte appliquée, sa viscosité augmente progressivement. À l'application d'une contrainte constante et suffisante pour déstructurer le mélange, sa viscosité diminue progressivement. Appliqué au béton, cela signifie que l'incorporation de métakaolin peut nécessiter une durée plus longue de mise en place pour un procédé de serrage donné.

Cyr [94], dans son étude, explique que les mélanges de ciment et de métakaolin peuvent parfois présenter un comportement rhéoépaississant. Il s'agirait du cas d'une solution fortement concentrée en particules solides convenablement dispersées (faible teneur en eau et adjuvantation adaptée). Dans un article suivant [103], il présente les théories de « transition ordonné-désordonné » (order-disorder transition theory) de Hoffman et « théorie des clusters » (clustering theory) de Bossi et Brady. Pour la première, il est considéré qu'à partir d'un taux de cisaillement seuil, les particules qui s'écoulent de manière ordonnée finissent par entrer en collision par un effet de « chahutement ». La seconde est que ces collisions entraînent la création de forces d'attraction entre les particules et provoquent leur cohésion. Des clusters de tailles variables se forment, emprisonnant une partie de l'eau du mélange et augmentant sa viscosité.

En fonction de la quantité et des caractéristiques du métakaolin utilisé, de la teneur en eau ainsi que de l'adjuvantation, des phénomènes variables peuvent influencer le comportement à l'état frais en mélange avec du clinker. Il semble que, du fait de sa demande en eau élevée, le métakaolin ait tendance à diminuer la maniabilité. Il permet cependant d'accroître la cohésion du mélange et de réduire les risques de ségrégation.

### 2.2.2. Hydratation

Le métakaolin est une addition minérale dite pouzzolanique, c'est-à-dire qu'il peut réagir avec les produits d'hydratation (portlandite) du clinker pour former d'autres hydrates. Les réactions pouzzolaniques sont donc des réactions tardives, nécessitant dans un premier temps une hydratation suffisante du clinker.

Dans le cas des métakaolins, il semblerait que la réaction pouzzolanique soit précoce. Cassagnabère et al [104] ont réalisé des pâtes de ciment Portland incorporant 25 % de métakaolin. Par des mesures d'ATD/ATG et DRX, ils ont observé une consommation de la portlandite dès 1 jour d'hydratation. Hollanders et al [105] ont comparé la réactivité de différentes argiles calcinées. Pour cela, ils ont mesuré la consommation de portlandite au cours du temps par ces argiles calcinées en mélange avec de la chaux. Les résultats sont présentés à la figure 2.19. Il peut être observé que les métakaolins (K1 à K3) sont les plus réactifs. De plus, les réactions semblent terminées dès 28 jours.

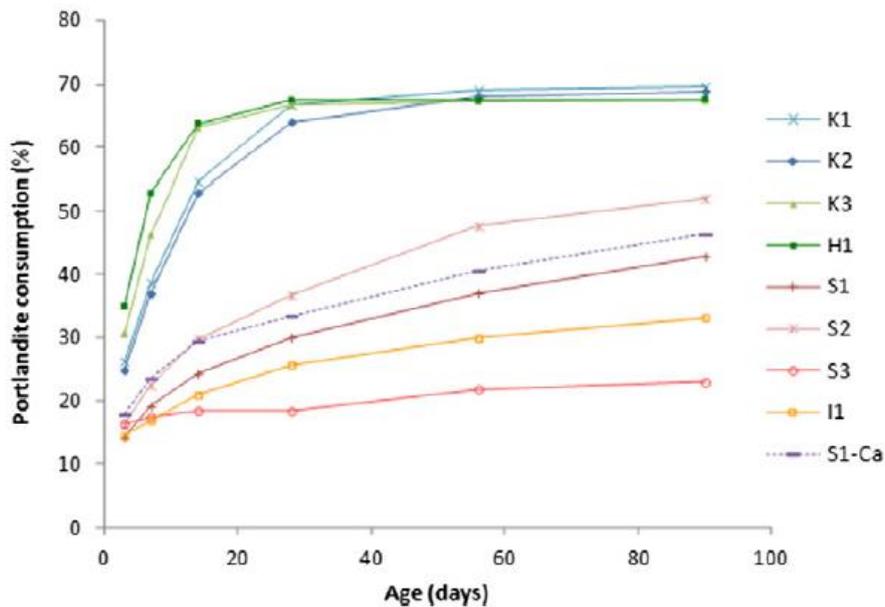


Figure 2.19 Consommation de la portlandite au cours du temps pour différentes argiles calcinées (K = Kaolinite, H = Halloysite, S1/S2 = Montmorillonite, S3 = Hectorite, I = Illite)

Fernandez et al [106] expliquent que les argiles kaoliniques présentent un meilleur potentiel de pouzzolanité par rapport aux autres argiles du fait de leur microstructure (présentée en figure 2.20). La microstructure du métakaolin est en effet propice à la création de désordres du fait d'une plus grande quantité de groupements hydroxyles par rapport aux autres argiles. De plus, une fois les réactions de déshydroxylation terminées, la présence d'Al en surface des grains de métakaolin favorise leur réactivité.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

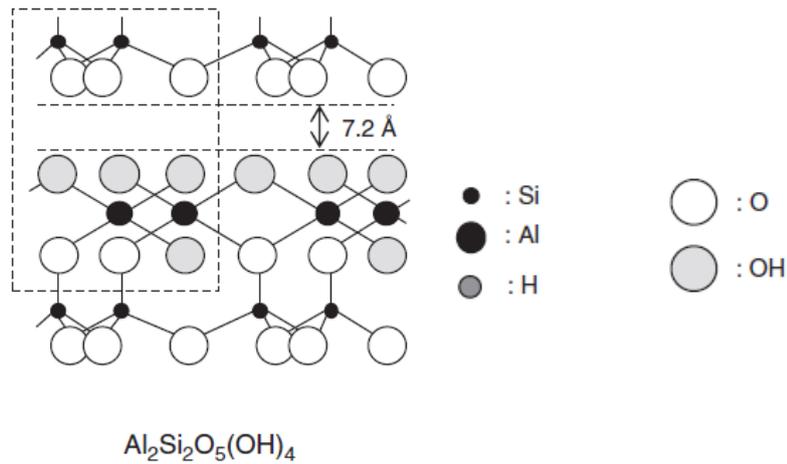
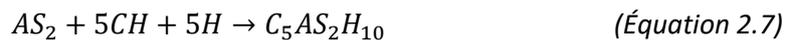


Figure 2.20 Structure de la kaolinite

L'incorporation de métakaolin au sein du mélange provoque une augmentation de la teneur en Al en solution lors de sa dissolution. Par des phénomènes de substitutions ioniques ( $\text{Si}^{4+}$  remplacé par  $\text{Al}^{3+}$ ) lors de la formation des hydrates, un gel de C-A-S-H de structure semblable au gel de C-S-H habituel se forme [106]. En notation cimentaire, la réaction qui a lieu peut être décrite par l'équation 2.7 [107].



La consommation de la portlandite peut être délétère vis-à-vis de la résistance à la carbonatation du béton. Cependant, Baroghel-Bouny [108] indique que le gel de C-A-S-H participe de manière plus efficace que la portlandite au développement des résistances mécaniques. Cependant, la diminution de la teneur en portlandite provoque une vitesse de carbonatation plus élevée du matériau.

Ce gel n'est pas le seul produit d'hydratation formé. D'autres espèces vont être produites en fonction de la teneur en métakaolin dans le mélange. Kunther et al [109] ont substitué un ciment Portland blanc par du métakaolin jusqu'à une teneur de 30 %. Plus cette teneur augmente, plus la quantité d'étringite formée diminue (effet de dilution, réduction de la concentration en sulfates) et plus la quantité de phases AFm formées augmente. Pour des teneurs de 15 à 30 %, de la strätlingite ( $\text{C}_2\text{ASH}_8$ ) est visible à partir de 28 jours. Gbozee et al [80] décèlent la présence de strätlingite pour une teneur en métakaolin de 20 % à 30 % en mélange avec du ciment Portland. Ils n'en détectent cependant pas pour une teneur de 10 %. Frias Rojas [110] et al observent également la présence de strätlingite pour des taux de substitution de 10 %, 20 % et 25 %. Pour ces deux derniers taux, ils attestent aussi la formation d'hydrogrenats ( $\text{C}_3\text{ASH}_6$ ).

La formation de ces espèces est bénéfique car elle permet de densifier la matrice cimentaire. En effet, Cassagnabère et al [104], mesurent que pour un taux de substitution de 25 % d'un ciment Portland par du métakaolin, la quantité totale d'hydrates formés est augmentée de 86 % par rapport à la référence. Ceci a un effet positif sur la porosité et les propriétés mécaniques du produit obtenu. Un point d'attention doit être porté cependant à la diminution de la quantité de portlandite, vis-à-vis de la résistance à la carbonatation.

En effet, Frias et Cabrera [111] ont mesuré que pour des teneurs en métakaolin de 10 à 15 % en mélange avec un ciment Portland, la totalité de la portlandite produite était consommée à 90 jours. Gbozee et al [80] font le même constat pour une teneur en métakaolin de 30 %. Bücher et al [112] observent que plus la teneur en métakaolin augmente et plus la quantité de portlandite au sein du mélange diminue. Ce qui est d'une part lié à la réaction pouzzolanique mais également à un effet de dilution par la substitution du ciment.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Globalement, la réactivité d'un métakaolin dépend de plusieurs caractéristiques. Selon Chatterjee [113], le taux de déshydroxylation après calcination, la surface spécifique ainsi que la présence d'agglomérats et d'impuretés influencent cette réactivité. Hollanders et al [105] observent que plus la surface spécifique d'un métakaolin augmente et plus sa réactivité augmente, du fait de sa dissolution plus importante en solution. Alujas et al [114] indiquent que plus la teneur en  $Al_2O_3$  de l'argile kaolinique de départ est élevée et plus le métakaolin obtenu est réactif. Cette tendance est également observée par Pierkes et al [115] qui ajoutent que la réactivité d'un métakaolin avec du ciment peut également être améliorée par l'utilisation d'un ciment riche en  $C_3S$  et  $C_3A$ . Afin d'optimiser la réaction pouzzolanique du métakaolin, le choix du ciment peut être adapté à la réactivité potentielle du métakaolin choisi.

Le métakaolin peut également avoir un effet filler accélérant les réactions d'hydratation du ciment. Cassagnabère et al [104] observent en effet que la quantité de C-S-H produite dès 1 jour d'hydratation est plus importante avec l'incorporation de 25 % de métakaolin que pour la référence à base de ciment. Medjigbodo et al [116] mesurent également une accélération de l'apparition du pic de chaleur lié aux premières réactions d'hydratation lorsque du métakaolin est utilisé en mélange avec du ciment.

Enfin, Frias et Cabrera [117] ont évalué l'activité pouzzolanique d'un métakaolin en combinaison avec de la chaux en fonction de la température de cure. Les mélanges ont été curés à 20 °C et 60 °C durant des périodes allant de 2 heures à 180 jours et de 2 heures à 123 jours respectivement. Par des mesures de la consommation de  $Ca(OH)_2$  par ATD et ATG, ils ont pu observer que le pic d'activité pouzzolanique se trouvait entre 7 et 56 jours à 20 °C. À 60 °C, ce pic d'activité se situe entre 6 heures et 2 jours. Ces résultats indiquent qu'il est possible d'accélérer fortement la réactivité du métakaolin à l'aide d'un traitement thermique au cours des premiers jours de durcissement.

### 2.2.3. Mécaniques

Le métakaolin étant une addition minérale réactive, l'influence de son incorporation avec du ciment sur les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires est différente de celle de l'addition calcaire. Les tendances observées dans la littérature sur l'effet du métakaolin sur la résistance à la compression sont représentées aux figures 2.21 (jeune âge) et 2.22 (28 jours) [104] [106] [107] [112] [115] [118] [119] [120] [121] [122] [123].

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

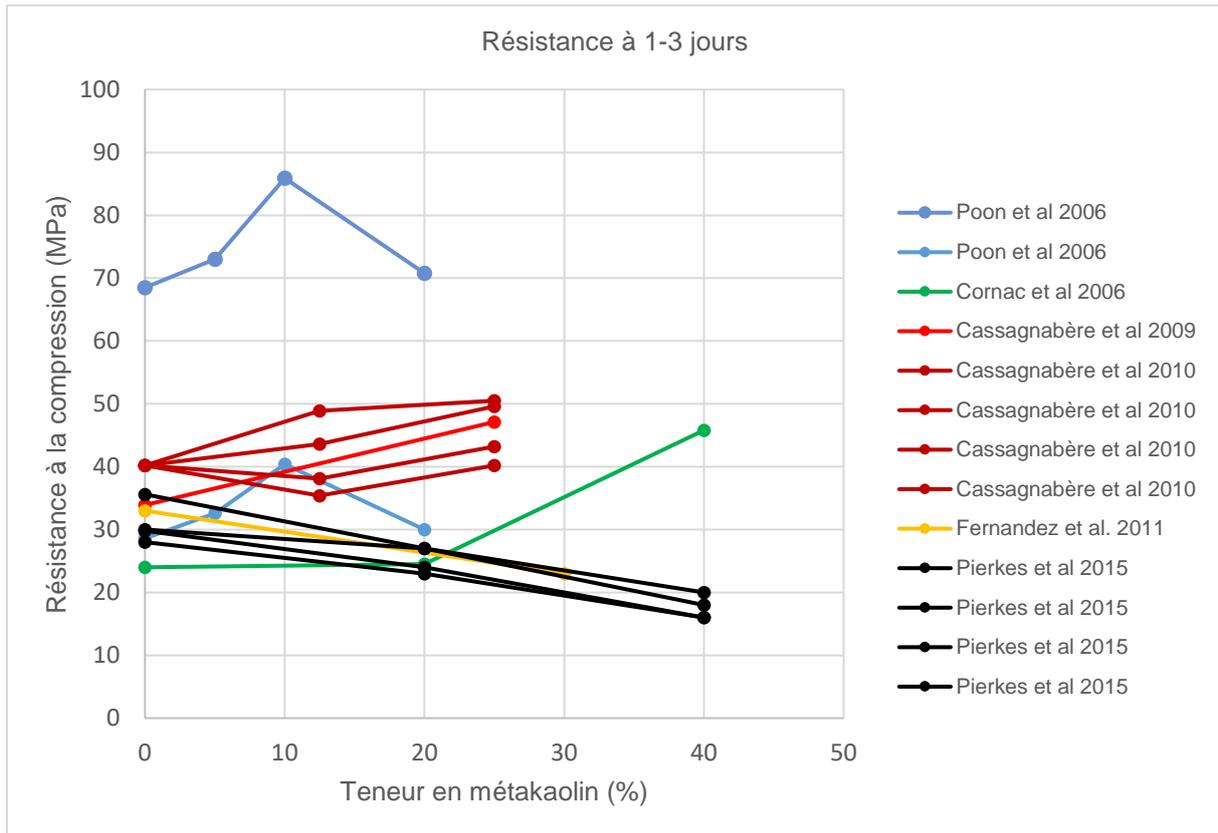


Figure 2.21 Influence de la teneur en métakaolin sur la résistance à la compression au jeune âge

Au jeune âge, il peut être observé que l'effet du métakaolin peut être bénéfique ou délétère en fonction du dosage. Aussi, à cette échéance, la pureté du métakaolin utilisé a une influence particulière. Cassagnabère et al [107] ont utilisé deux métakaolins de puretés différentes (53 % de métakaolin et 43 % de quartz contre 68 % de métakaolin et 13 % de quartz). Le plus pur permet d'obtenir des résistances plus élevées que la référence ciment au jeune âge tandis que le moins pur permet d'atteindre des résistances inférieures ou équivalentes. La réactivité pouzzolanique est selon eux à l'origine de ces différences. Il est important également de noter que les auteurs ont appliqué un traitement thermique consistant en un palier de 55 °C pendant 12 heures. Ceci peut expliquer la tendance observée d'augmentation globale des résistances par rapport à la référence.

Poon et al [118] observent quant à eux qu'il existe plutôt un dosage optimal en métakaolin de 10 % dans leur cas. Selon eux, au jeune âge, le développement des résistances lié au métakaolin est supérieur lorsque le E/L est de 0,5 plutôt que de 0,3. Étant donné que la réaction pouzzolanique du métakaolin est précoce, une plus grande quantité d'eau favorise la formation d'une plus grande quantité de portlandite, ce qui permet au métakaolin de réagir davantage.

Les résultats obtenus par Pierkes et al [115] et Cornac et al [119] divergent pour un taux de substitution de 40 %. Dans les deux études, les essais ont été réalisés sur mortiers normalisés pour des E/L de 0,5. Cependant, Pierkes et al ont utilisé un ciment CEM I 42,5 R tandis que Cornac et al ont utilisé un CEM I 52,5 R. La différence observée pourrait donc s'expliquer par la plus faible réactivité du ciment utilisé dans le premier cas. Comme une quantité plus faible de portlandite est produite au jeune âge, la quantité de métakaolin est trop importante pour réagir de manière optimale. La part de métakaolin qui ne réagit pas provoque donc un effet de dilution, d'où la diminution des résistances. Dans le second cas, le ciment est suffisamment réactif pour permettre au métakaolin de réagir avec la portlandite formée.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

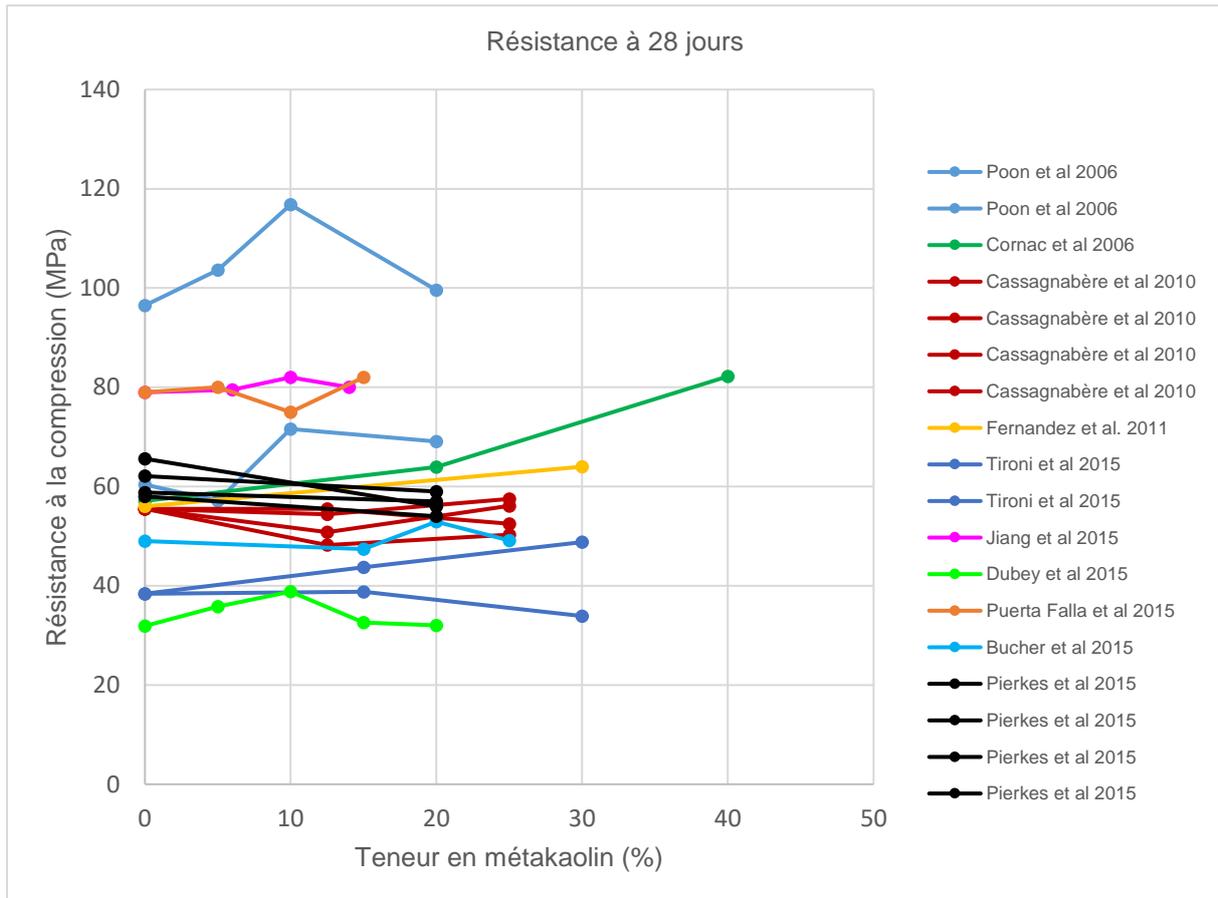


Figure 2.22 Influence de la teneur en métakaolin sur la résistance à la compression à 28 jours

À 28 jours, il apparaît que pour tous les dosages en métakaolin testés, les résistances obtenues sont globalement équivalentes voire supérieures aux références. En testant deux métakaolins de puretés différentes et pour un E/L de 0,5, Tironi et al [124] observent qu'une plus grande pureté permet d'obtenir les meilleures résistances à la compression jusqu'à une teneur en métakaolin de 30 %. Dans les deux cas, la consommation de portlandite n'évolue plus à partir de 28 jours, avec une consommation totale pour le métakaolin le plus pur tandis qu'ils détectent une quantité résiduelle pour le moins pur. Ceci confirme la tendance liée à ce paramètre observée par Cassagnabère et al [107].

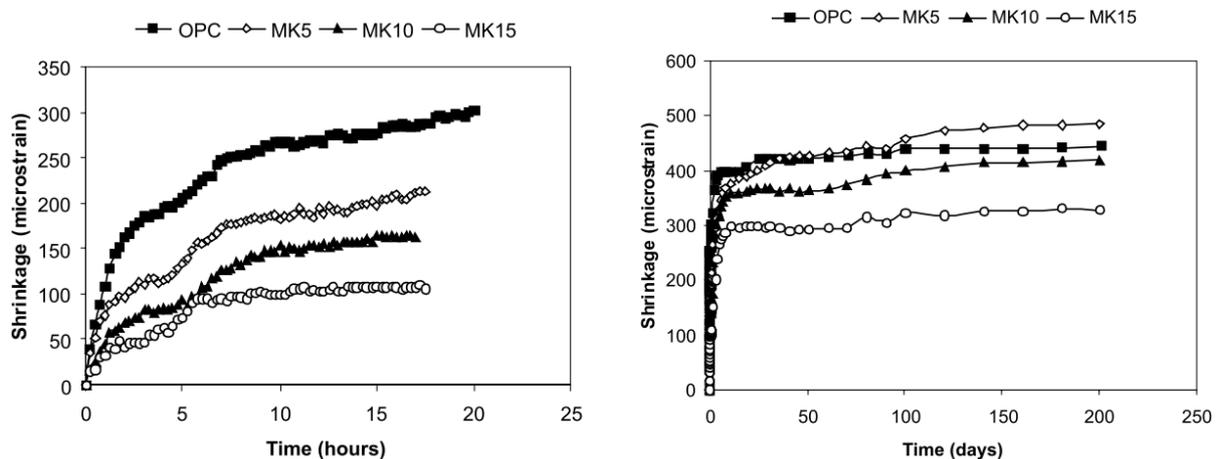
Poon et al [118] observent que le taux de substitution optimal du ciment par du métakaolin dépend de la teneur en eau au sein du mélange. Pour un E/L de 0,3, ce taux est de 10 % tandis que pour un E/L de 0,5, il est possible d'incorporer un taux de 20 %. Selon eux, à faible E/L, le degré d'hydratation du ciment à 28 jours est plus faible. De ce fait, une quantité de portlandite plus faible est produite au cours du temps, ce qui ne permet pas à tout le métakaolin de réagir.

En réalisant des mortiers avec un E/L de 0,17, Jiang et al [121] déterminent que la teneur optimale en métakaolin est de 10 %. Ils estiment également que la teneur en métakaolin optimale dépend du rapport E/L. Pour des bétons à hautes performances dont le E/L est faible, ils considèrent que la concentration en portlandite au sein du mélange est réduite et donc que la réaction pouzzolanique est moins développée. De fait, pour un faible E/L, une plus forte teneur en métakaolin entraîne plutôt un effet de dilution car la réaction pouzzolanique est limitée.

D'autres paramètres influencent la teneur optimale en métakaolin. Medjigbodo et al. [116] indiquent qu'en fonction du ciment utilisé les teneurs en  $C_3S$  et  $C_2S$  influencent la quantité de portlandite produite par l'hydratation. Un métakaolin plus riche en espèces réactives permettra également d'atteindre un taux de réaction pouzzolanique plus avancé. En testant trois métakaolins de puretés et finesses différentes, ils ont observé qu'à jeune âge une plus grande finesse permettait d'améliorer les résistances obtenues. À âge plus tardif, la finesse joue également un rôle car permet une meilleure dissolution du métakaolin et donc un taux de réaction plus élevé avec la portlandite formée. Les métakaolins les plus fins semblent réagir plus vite avec un développement des résistances observé majoritairement entre 2 jours et 7 jours. Passée cette échéance, ce développement est plus limité du fait de l'épuisement de la portlandite dans le milieu réactionnel. Ils confirment également qu'une plus grande pureté permet d'atteindre des résistances supérieures.

#### 2.2.4. Retrait

L'influence de l'incorporation du métakaolin sur les propriétés de retrait varie en fonction du taux de substitution. Brooks et al [125] ont mesuré l'évolution du retrait endogène sur des éprouvettes de bétons incorporant 5 %, 10 % et 15 % de métakaolin (pour des rapports E/L identiques). Les mesures ont été réalisées à partir de la prise du béton et sont présentées à la figure 2.23.



Ils observent que plus la teneur en métakaolin augmente et plus le retrait endogène mesuré lors des premières 24 heures de durcissement est faible. Cette tendance peut s'expliquer selon eux par un effet de dilution au très jeune âge, le retrait endogène étant influencé majoritairement par l'hydratation du ciment. À âge plus tardif, la réduction du retrait endogène avec l'augmentation de la teneur en métakaolin peut s'expliquer par le type d'hydrates formés. Selon Wild et al [126], en fonction des concentrations en métakaolin et en portlandite dans la solution, des espèces différentes vont être produites. Si la quantité de portlandite disponible est élevée, le métakaolin (densité de 2,5) réagit avec la portlandite et l'eau pour former des aluminates de tétracalcium hydratés ( $C_4AH_{13}$  de densité 2,02) et un gel de C-S-H (densité 2,05). Avec la diminution de la teneur en portlandite, un gel de C-S-H ainsi que de la strätlingite ( $C_2ASH_8$  de densité 1,94) se forment. Ils estiment également qu'avec la diminution de la teneur en portlandite, le  $C_4AH_{13}$  peut devenir moins stable et se combiner avec le métakaolin pour former plus de  $C_2ASH_8$ . Quand la teneur en métakaolin est plus élevée, le volume des produits formés est également plus important, ce qui permettrait de compenser en partie le retrait endogène.

Ces résultats sont en accord avec les observations de Kinuthia et al [127]. Ils constatent que pour des dosages en métakaolin de 5 et 10 %, le retrait endogène mesuré est plus élevé. Pour un dosage de 20 %, il est réduit. Ils observent également que la teneur en  $C_3A$  influence ce type de retrait. Une augmentation de cette teneur favorise la formation de strätlingite, ce qui permet de compenser le retrait par la formation d'hydrates plus volumineux. Pour toutes ces études, il est remarqué que le retrait évolue généralement jusqu'à 14 ou 28 jours puis tend à se stabiliser.

En termes de retrait total, il est généralement observé que plus la teneur en métakaolin augmente et plus le retrait diminue. Ding et Li [128] observent effectivement une diminution du retrait total en incorporant jusqu'à 15 % de métakaolin en mélange avec du ciment. Mermerdas et al [129] font également ce constat pour un même taux de substitution. Courard et al [130] ne mesurent quant à eux pas d'évolution significative du retrait total jusqu'à un taux de substitution de 25 %. Cette tendance pourrait également être expliquée par les observations de Wild et al [126]. Ils expliquent que la combinaison de l'hydratation du ciment et de la réaction pouzzolanique entraîne une consommation accrue de l'eau du mélange par rapport à une référence à base de ciment. De ce fait, la quantité d'eau libre sujette à l'évaporation diminue, ce qui entraîne une réduction du retrait de dessiccation.

### 2.2.5. Durabilité

#### *Porosité*

Cassagnabère et al [107] observent que l'incorporation de métakaolin à des taux de substitution de 12,5 % et 25 % entraîne une augmentation de la porosité à l'eau à une échéance de 35 jours, à teneur en eau constante. Cette augmentation est de l'ordre de 2 % et de 3 % pour ces deux dosages respectivement. Selon eux, cette augmentation peut être liée à la porosité intrinsèque du métakaolin liée à la présence d'agglomérats ainsi qu'à une potentielle réduction de la compacité lors de l'utilisation d'un métakaolin plus grossier que le ciment. Dans leur étude, Frias et Cabrera [111] ont mesuré sur des pâtes cimentaires une diminution de la porosité totale avec l'incorporation de 10 % à 25 % de métakaolin jusqu'à une échéance de 28 jours. À échéance plus tardive, elle augmente cependant malgré une diminution de la taille moyenne des pores. Tironi et al [124] font également ce constat pour une teneur en métakaolin de 30 %. Shi et al [77] le constatent également pour une teneur en métakaolin de 32 % en observant la formation d'un réseau de pores plus segmenté mais dont le volume est similaire à celui de la référence à base de ciment. Ces résultats ne sont cependant pas en accord avec ceux observés par Bucher et al [112] qui mesurent une réduction de la porosité à l'eau de 1 % et de 1,5 % pour des taux de substitution de 15 % et 20 % respectivement.

L'effet du métakaolin sur la porosité peut varier en fonction de la teneur en eau du mélange. Poon et al [131] ont fait le constat que pour un E/L de 0,3, cette incorporation entraîne l'affinement et la diminution de la porosité totale à toutes les échéances, tandis que Frias et Cabrera [111] observent une augmentation de la porosité totale à 28 jours pour un E/L de 0,55.

L'utilisation de métakaolin favorise donc la formation d'un réseau de pores tortueux et plus segmenté. Selon Massazza et Oberti [132], cette structure favorise l'amélioration des performances de durabilité car elles dépendent majoritairement de l'interconnectivité des pores plutôt que du volume poreux total.

#### *Coefficient de migration des ions chlorure*

Comme expliqué précédemment, la résistance au passage des ions chlorure au sein d'une matrice cimentaire dépend de sa capacité à capter ces ions et à freiner leur propagation. Cette caractéristique est influencée par la quantité de phases contenant de l'aluminium au sein de cette matrice. L'utilisation de métakaolin favorise l'enrichissement du milieu réactionnel en alumine [133] et la formation d'un

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

gel C-A-S-H, de phases AFm, d'étringite ainsi que de strätlingite. Selon Guo et al [134], une teneur plus élevée en métakaolin favorise la formation d'un gel de C-A-S-H dont le rapport molaire Al/Si est plus élevé. De fait, ce gel présente plus de sites permettant le captage des ions chlorure (grâce à la substitution d'ions  $\text{Si}^{4+}$  par des ions  $\text{Al}^{3+}$ ).

Gbozee et al [80] estiment quant à eux que les phases permettant principalement de réagir avec les ions chlorure pour former des sels de Friedel sont les phases AFm tel que le monosulfoaluminate. Dans leur étude, bien que les mélanges à base de métakaolin présentent des coefficients de migration des ions chlorure inférieurs à la référence à base de ciment, ils observent que plus la teneur en métakaolin augmente et plus ce coefficient augmente. Les phases formées à l'issue de la réaction pouzzolanique dépendent de la teneur en métakaolin. Duan et al [135] ont observé que l'incorporation de 10 % de métakaolin avec un ciment Portland modifie la stabilité des phases formées. Ils observent qu'en présence de métakaolin, le monosulfoaluminate est thermodynamiquement moins stable que l'étringite et la strätlingite. Il est donc nécessaire selon eux d'optimiser les mélanges de ciment et de métakaolin en fonction de leur compositions chimiques.

Shi et al [77] ont constaté une meilleure résistance au passage des ions chlorure avec la substitution de 32 % d'un ciment blanc par du métakaolin. Comme pour les additions calcaires, la teneur en métakaolin optimale pour la résistance au passage des ions chlorure est influencée par la teneur en eau. Poon et al [118] estiment que pour des E/L de 0,5 et 0,3, des teneurs en métakaolin de 20 % et 10 % sont respectivement optimales. De leur côté, Boddy et al [136] ont incorporé 8 % et 12 % de métakaolin très réactif ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,14$ ) avec du ciment Portland. Ils ont remarqué que plus la teneur en métakaolin augmente et plus la résistivité mesurée augmente. Réduire la teneur en eau d'un rapport E/C de 0,4 à 0,3 permet également d'accroître la résistivité du matériau. De fait, le coefficient de diffusion des ions chlorure diminue. Ils notent également que sur une période de 3 ans, le coefficient de diffusion diminue graduellement au cours du temps, ce qui indique une bonne performance de ce type de mélange sur le long terme. Lors d'une étude sur 53 bétons, Al-alaily et al [137] ont observé également que l'incorporation de métakaolin (jusqu'à 25 %), à une teneur en eau donnée, permet de réduire graduellement le coefficient de diffusion. La réduction de la teneur en eau d'un E/L de 0,4 à 0,3 permet également de réduire ce coefficient. Selon eux, ceci s'explique par une densification de la matrice cimentaire qui devient moins perméable ainsi que par la formation d'une quantité plus importante d'hydrates capables de fixer les ions chlorure. Ces tendances sont confirmées par Ramezani pour et al [138].

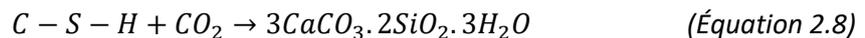
### *Carbonatation accélérée*

Du fait de son influence sur la composition chimique et sur la porosité de la matrice cimentaire, le métakaolin exerce également une influence sur la résistance à la carbonatation du matériau. Pour un taux de substitution faible, l'effet semble positif. Duan et al [135] observent une diminution de la profondeur de carbonatation mesurée pour un taux de substitution de 10 %. À ce dosage, ils constatent que l'ajout de métakaolin permet d'obtenir une matrice plus dense et donc moins perméable au  $\text{CO}_2$  malgré une réduction de la quantité de portlandite au sein du matériau.

Bucher et al [112] ont mesuré la profondeur de pénétration du  $\text{CO}_2$  après 70 jours d'essai de carbonatation accélérée pour des mélanges à base de CEM I et de 15 %, 20 % et 25 % de métakaolin. Ils observent que plus la teneur en métakaolin augmente et plus la profondeur de carbonatation augmente. Shi et al [77] constatent également une accélération de la vitesse de carbonatation par l'incorporation de 32 % de métakaolin avec un ciment blanc. Cette tendance s'explique principalement par la consommation de la portlandite au cours de la réaction pouzzolanique. La matrice cimentaire s'appauvrit en espèces carbonatables et résiste moins à la pénétration du  $\text{CO}_2$ .

En effet, pour rappel, Tironi et al [124] ont observé la consommation totale de la portlandite produite à 28 jours pour une teneur en métakaolin de 30 %.

Mikhailenko et al [139] ont également soumis des pâtes cimentaires à base de CEM I 52,5 R et incorporant de 15 % à 40 % de métakaolin à un essai de carbonatation accélérée. Ils observent que plus cette teneur augmente et plus la vitesse de carbonatation augmente. Ils relient ce résultat à la réaction pouzzolanique mais aussi à l'augmentation du volume poreux, qui permet une pénétration facilitée du CO<sub>2</sub>, bien qu'il soit plus segmenté. Ils notent également qu'un métakaolin plus réactif permet une meilleure résistance à la carbonatation, du fait de la production d'une quantité plus importante d'hydrates. En effet, comme présenté par Paya et al [140], le CO<sub>2</sub> peut également réagir avec le gel de C-S-H selon l'équation suivante :



### 3. Synergies entre métakaolin et addition calcaire

Il ressort de cette première partie d'étude bibliographique que l'incorporation de métakaolin ou d'addition calcaire présente pour chacun des avantages et des inconvénients. Il apparaît également que pour ces deux additions minérales le taux de substitution du clinker est limité de 15 % à 25 % pour assurer des performances équivalentes, taux qui peut être fonction de la teneur en eau.

Afin de substituer une quantité plus importante de ciment par ces additions, il est possible de réaliser des mélanges ternaires. Depuis quelques années, des recherches sont menées sur les effets de synergies entre ces deux additions. Par exemple, l'effet fluidifiant d'une addition calcaire peut permettre de compenser en partie la forte demande en eau du métakaolin. À l'inverse, l'effet bénéfique sur les propriétés mécaniques et certaines propriétés de durabilité exercé par la réaction pouzzolanique peut compenser l'effet de dilution exercé par l'addition calcaire.

Un nouveau type de ciment, le LC<sup>3</sup> (Limestone Calcined Clay Cement), consiste en un mélange de 50 % de clinker, 15 % d'argile calcinée, 30 % d'addition calcaire et 5 % de gypse. Il est considéré comme permettant d'atteindre des performances équivalentes à un CEM I à 28 jours. Récemment, ce type de composition a été inclus dans la norme NF EN 197-5.

La seconde partie de cette étude bibliographique a pour but d'expliquer les effets de synergies provoqués par ce type de mélange, dans des proportions similaires ou différentes de celles du LC<sup>3</sup>.

#### 3.1. Propriétés rhéologiques

L'association de l'addition calcaire et du métakaolin semble ne compenser qu'en partie l'effet négatif de ce dernier sur les propriétés rhéologiques. Muzenda et al [141] ont réalisé des pâtes cimentaires à base de mélanges binaires et ternaires (E/L de 0,45). Lorsque du métakaolin est utilisé, les mesures de seuil de cisaillement et de viscosité plastique sont toujours supérieures à celles de la référence. Le mélange LC<sup>3</sup> présente des valeurs intermédiaires entre la référence et ce mélange binaire. Selon eux, la finesse du métakaolin et sa tendance à former des flocs expliquent la réduction de la maniabilité initiale et au cours du temps des mélanges. Ces observations ont également été faites par Ez-zaki et al [142], qui ont aussi réalisé des pâtes cimentaires à base de mélanges binaires et ternaires (E/L de 0,5). Selon Vance et al [143], c'est le métakaolin qui gouverne majoritairement les propriétés de ces types de mélanges. Aussi, lorsqu'une addition calcaire plus fine est utilisée, la viscosité plastique augmente du fait d'un accroissement de la compacité du mélange.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Ferreiro et al [144] ont mesuré l'étalement de mortiers formulés à base de ciment Portland et de mélanges de métakaolin et d'addition calcaire (30 % de substitution du ciment avec une teneur en métakaolin croissante). Ils ont observé que plus la teneur en métakaolin augmente et plus l'étalement diminue, ceci malgré l'utilisation d'un superplastifiant à base de polycarboxylate éther (PCE). L'effet du superplastifiant est réduit à cause du métakaolin. Avet et Scrivener [145] observent par exemple qu'un béton à base de LC<sup>3</sup> nécessite deux fois plus de superplastifiant qu'une référence à base de ciment Portland pour un même affaissement au cône d'Abrams (E/L de 0,43). Selon Nair et al [146], les particules de superplastifiant peuvent être piégées dans les espaces entre les feuillets de métakaolin, le rendant inefficace.

Le comportement des mélanges à base de LC<sup>3</sup> dépend aussi de la teneur en eau. Nair et al [146] ont observé que ces mélanges présentaient un comportement rhéofluidifiant pour un E/L supérieur à 0,4. Pour des teneurs en eau plus faibles, la viscosité plastique du mélange reste constante malgré un taux de cisaillement croissant. En termes de maintien des performances rhéologiques, plus la teneur en eau est réduite et plus la diminution de l'affaissement mesuré sur béton frais est rapide. Les auteurs n'ont d'ailleurs pas réussi à obtenir pour un mélange LC<sup>3</sup> un maintien de l'affaissement similaire à une référence à base de ciment Portland.

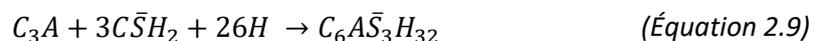
Enfin, la présence de métakaolin donne un comportement thixotropique au mélange. Hou et al [147] observent en effet ce type de comportement qu'ils associent à la formation progressive de floccs au repos. Plus le temps de repos est long, plus ils estiment que la quantité d'eau piégée par les floccs est importante.

De ces différentes études, il ressort donc que les propriétés rhéologiques des mélanges de type LC<sup>3</sup> sont améliorées par rapport à des mélanges binaires à base de ciment Portland et de métakaolin. Néanmoins, la maniabilité obtenue peut être problématique car elle est diminuée par le métakaolin, bien que compensée en partie par l'addition calcaire, d'autant plus lorsque le mélange présente une faible teneur en eau.

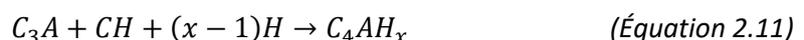
### 3.2. Hydratation

Les mécanismes d'hydratation des liants de type LC<sup>3</sup> sont globalement similaires aux mélanges binaires à base de ciment Portland et d'addition calcaire ou de métakaolin. Certaines phases formées sont cependant plus ou moins favorisées en fonction des mélanges.

Dans le cas du ciment Portland seul, la phase C<sub>3</sub>A réagit avec le gypse (3C $\bar{S}$ H<sub>2</sub>) et l'eau pour former de l'étringite [144] :



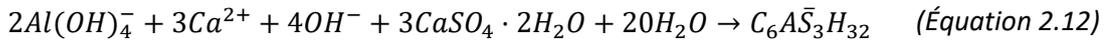
Lorsque la réserve en sulfates (gypse) est épuisée, des phases AFm se forment tels que du monosulfoaluminate (C<sub>4</sub>A $\bar{S}$ H<sub>12</sub>) ainsi que des aluminates de calcium hydratés :



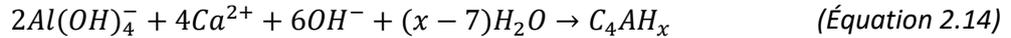
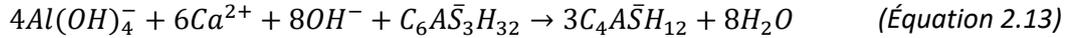
Selon Ferreiro et al [144], plus la teneur en métakaolin au sein du mélange augmente et plus la teneur en sulfates diminue rapidement. La quantité de monosulfoaluminates formés est de fait plus importante.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

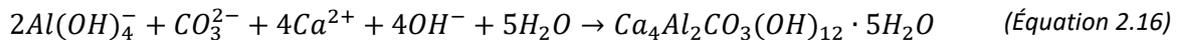
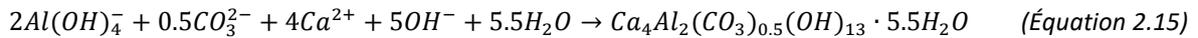
Selon eux, l'alumine réactive du métakaolin est dissoute lors de l'hydratation de l'alite et réagit avec le gypse pour former de l'étringite :



Ensuite, ces mêmes espèces réagissent pour former des phases AFm quand le gypse est épuisé :



Lorsque de l'addition calcaire est utilisée, sa dissolution partielle entraîne la formation d'ions carbonates en solution. Les différentes espèces ioniques en solution vont alors réagir entre elles pour produire des phases hémicarboaluminate et monocarboaluminate [148]:



Du fait de ces réactions, l'étringite formée lors de l'hydratation peut être conservée car sa conversion en monosulfoaluminate est empêchée [149]. La présence de métakaolin favorise donc également une augmentation de la réactivité de l'addition calcaire, bien que restant très faible. Selon Puerta-Falla et al [123], malgré cette réactivité, le développement des résistances mécaniques et l'affinement de la porosité sont majoritairement issus de l'hydratation du ciment et de la réaction pouzzolanique.

Kunther et al [109] ont étudié l'hydratation d'un mélange de 65 % de ciment Portland et de 35 % d'addition calcaire. Ils ont ensuite substitué l'addition calcaire par du métakaolin par incréments progressifs jusqu'à une teneur de 32 % de métakaolin. Ils observent que lorsque l'addition calcaire est majoritaire par rapport au métakaolin, le monocarboaluminate est la phase AFm principalement formée. Plus la quantité de métakaolin augmente et plus la phase hémicarboaluminate devient prédominante. Pour tous les mélanges, ils observent des quantités d'étringite similaires, ce qui prouve que sa transformation en monosulfoaluminate est empêchée. Pour le mélange à 32 % de métakaolin, de la strätlingite est également détectée. Ces observations sont confirmées par Antoni et al [98] qui ont comparé l'hydratation d'un premier mélange de 65 % de ciment et 35 % de métakaolin et d'un second de 65 % de ciment, 17,5 % de métakaolin et 17,5 % d'addition calcaire. Pour le premier, ils observent que de l'étringite se forme dès 1 jour puis que sa quantité diminue au cours du temps pour former du monosulfoaluminate. Pour le second mélange, la quantité d'étringite formée est constante à partir de 1 jour et des carboaluminates sont formés au cours de l'hydratation. Aussi, de la strätlingite est détectée uniquement pour le premier mélange tandis qu'un plus haut degré d'hydratation du ciment est mesuré pour le second mélange.

Zhuo et al [150] ont montré que la substitution du ciment par un mélange de métakaolin et d'addition calcaire permet une accélération de l'hydratation de l'alite ( $C_3S$ ) et de la bélite ( $C_2S$ ). La finesse de ces deux additions leur permet de jouer le rôle de sites de nucléation. Cet effet a également été observé par Avet et Scrivener [151]. Ils estiment cependant que la nécessité d'une plus forte teneur en superplastifiant entraîne un effet retardateur compensant en partie le bénéfice apporté par l'effet de nucléation.

La pureté du métakaolin utilisé exerce une influence sur les réactions d'hydratation. Selon Avet et Scrivener [151], un métakaolin plus pur provoque une réactivité accrue au jeune âge mais moindre à échéance plus tardive. Pour une teneur en kaolinite de l'argile de départ supérieure à 65 %, le degré d'hydratation mesuré augmente jusqu'à 3 jours puis reste constant. Pour des métakaolins de moindre pureté, le degré d'hydratation continue d'évoluer jusqu'à 28 jours. Ceci peut s'expliquer par la formation plus rapide d'hydrates dans le premier cas. Ainsi, la taille des pores diminue rapidement. Selon les auteurs, la réduction du diamètre des pores fait augmenter l'angle de courbure à l'interface solide/liquide. Plus cet angle est élevé et plus la solution au sein des pores doit être concentrée en espèces ioniques pour provoquer la précipitation des hydrates. Ce phénomène, observé également par Krishnan et al [55], a donc tendance à ralentir les réactions d'hydratation voire à les stopper une fois une taille de pore seuil atteinte. Selon Antoni et al [152], la consommation rapide de la portlandite au jeune âge peut également favoriser un arrêt des réactions d'hydratation.

En termes de phases formées, pour un liant LC<sup>3</sup>, lorsque la teneur en métakaolinite est inférieure à 50 %, les phases hemicarboaluminate et monocarboaluminate coexistent. Pour une teneur supérieure, la quantité plus importante d'alumine réactive favorise la formation d'hemicarboaluminate. Une plus grande pureté entraîne également la substitution d'un plus grand nombre d'ions Ca<sup>2+</sup> par des ions Al<sup>3+</sup> au sein du gel de C-A-S-H formé [150]. Ceci n'aurait néanmoins pas d'influence sur la morphologie du gel [153].

### 3.3. Résistances mécaniques

Les synergies d'hydratation du métakaolin et de l'addition calcaire peuvent permettre de substituer un ciment Portland par des dosages supérieurs en additions minérales que dans le cas de mélanges binaires. Ferreiro et al [144] ont estimé que, pour cela, le rapport massique entre le métakaolin et l'addition calcaire Mk:LL devait être de 2:1. Ils mesurent en effet que c'est pour ce rapport que sont obtenues les meilleures résistances mécaniques au jeune âge et à 28 jours. Selon eux, les différents mécanismes intervenant dans le développement des résistances de ce type de mélange peuvent être classés de manière croissante comme suit : effet filler, synergies d'hydratation entre l'addition calcaire et le métakaolin, réaction pouzzolanique.

Antoni et al [152] ont substitué un ciment Portland par des mélanges (notés MK-Bx) jusqu'à un taux de 60 % (rapport massique Mk:LL de 2:1). Les résultats obtenus sur éprouvettes de mortiers normalisés (E/L de 0,5) sont présentés à la figure 2.24. Il peut être observé qu'il est possible d'obtenir une résistance à la compression similaire voire supérieure à la référence jusqu'à une teneur de 60 % à 28 jours. Cependant, les résistances obtenues à 24 heures sont fortement réduites par effet de dilution. Des bétons à base de ciment Portland et de LC<sup>3</sup> ont été comparés par Dhandapani et al [154]. Ils ont aussi déterminé que les bétons à base de LC<sup>3</sup> présentaient de meilleures résistances à la compression (pour des E/L et des volumes de pâte similaires) à toutes les échéances de test, excepté à 2 jours.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

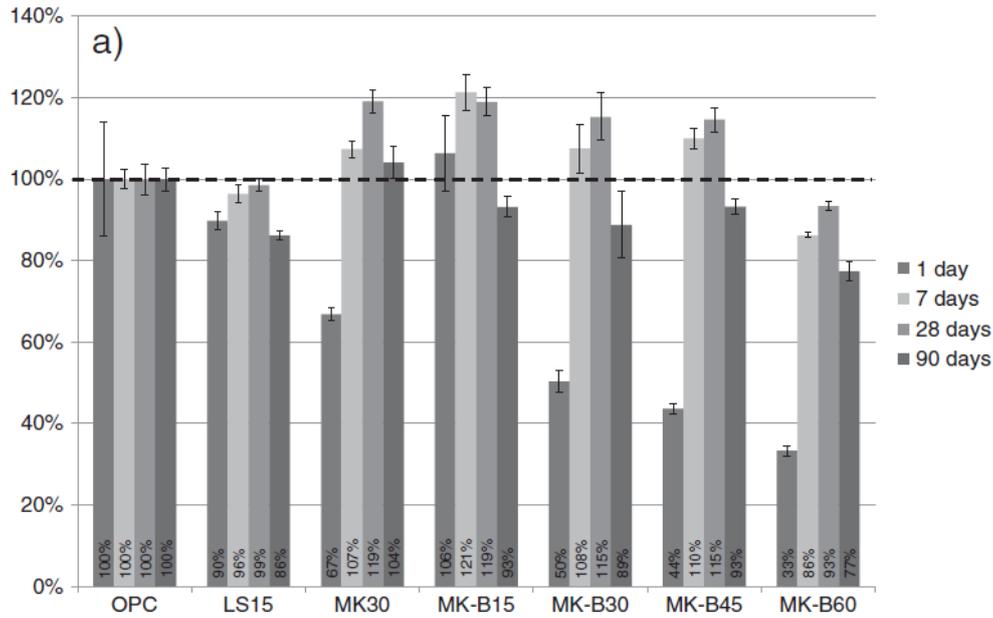


Figure 2.24 Effet du taux de substitution d'un ciment Portland par des additions calcaire et du métakaolin sur la résistance à la compression relative obtenue

Ces tendances sont présentées également par Antoni et al [98]. Ils ont réalisé des études expérimentales et statistiques pour tracer des isocourbes de résistances à 2 jours, 7 jours et 28 jours sur des diagrammes ternaires de compositions (figure 2.25).

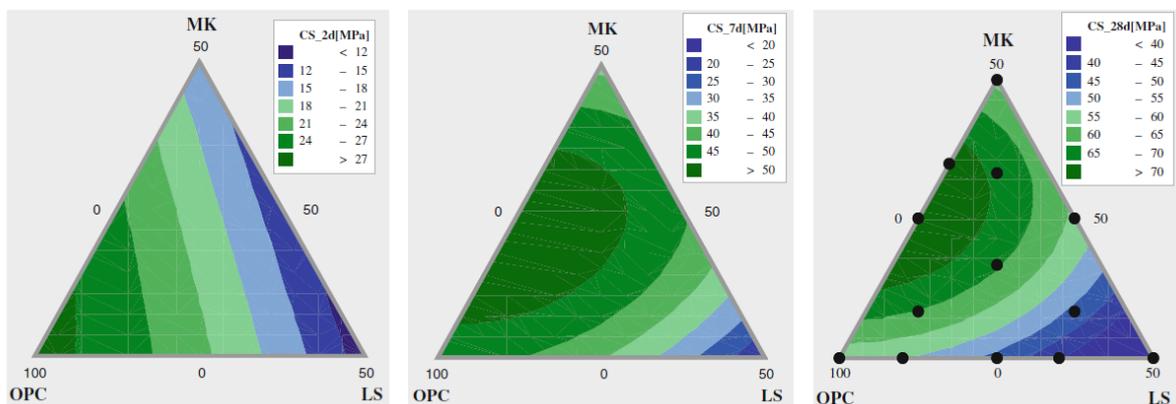


Figure 2.25 Diagrammes ternaires de résistances à la compression en fonction de la composition (OPC = ciment Portland, MK = Métakaolin, LS = addition calcaire)

Ils ont observé qu'à 2 jours, c'est principalement la proportion de ciment Portland qui influence le développement des résistances. Dès 7 jours, le métakaolin contribue davantage au développement des résistances. Ils observent qu'à cette échéance, le mélange optimal est de 75 % de ciment pour 25 % de métakaolin. Un mélange de 60 % de ciment, 15 % d'addition calcaire et de 25 % de métakaolin présente cependant une bonne résistance également. Pour un taux de substitution de 50 % du ciment, c'est le mélange de 30 % de métakaolin et de 20 % d'addition calcaire qui semble optimal. Cette formulation est d'ailleurs proche de celle du LC<sup>3</sup>. À 28 jours, l'optimum est toujours de 25 % de métakaolin pour 75 % de ciment. Pour une substitution de 50 % du ciment, c'est cette fois-ci un mélange de 40 % de métakaolin pour 10 % d'addition calcaire qui permettrait d'atteindre les meilleures résistances. Ces optimums ne correspondent donc pas toujours au rapport massique Mk:LL de 2:1 défini précédemment. En revanche, il est préférable dans tous les cas de remplacer une partie du

ciment ou du métakaolin (l'un ou l'autre maintenu constant) par de l'addition calcaire. Ceci permet d'améliorer les propriétés rhéologiques du mélange pour une légère diminution des résistances mécaniques.

D'autres auteurs ne font pas les mêmes constats à 28 jours. Roziere et al [116] observent par exemple que pour un taux de substitution de 30 %, la résistance obtenue à 28 jours est équivalente à 83 % de celle du ciment Portland seul (mortiers à E/L de 0,5). Pour un taux de substitution de 45 %, la résistance n'est plus que de 65 %. Cependant, ils observent que pour une substitution de 30 % du ciment par du métakaolin seul, la résistance obtenues n'est que de 74 %, démontrant la pertinence des mélanges ternaires dans ce cas.

Ces différences peuvent être issues de la pureté des métakaolins utilisés. Nied et al [155] ont en effet déterminé qu'un métakaolin plus pur permettait d'atteindre des résistances plus élevées à 28 jours pour un mélange de 60 % de ciment, 30 % de métakaolin et 10 % d'addition calcaire. À jeune âge cependant, la pureté du métakaolin n'a que peu d'impact. Enfin, le rapport massique optimal Mk:LL dépend selon eux de la pureté du métakaolin utilisé.

### 3.4. Retrait

Concernant les propriétés de retrait des mélanges ternaires, les constats sont similaires aux mélanges binaires. Pour des bétons pour lesquels un ciment Portland a été substitué par 30 % et 45 % de mélange des deux additions (rapport Mk:LL de 2:1 et E/L de 0,3), Du et Pang [156] ont mesuré le retrait endogène pendant 28 jours. Au jeune âge, les mélanges ternaires présentent un retrait inférieur à celui de la référence. Les réactions d'hydratation étant seulement gouvernée par le ciment Portland à cette échéance, l'effet de dilution entraîne une humidité interne du béton plus élevée, ce qui le protège des phénomènes d'auto-dessiccation. En revanche, à 28 jours, plus le taux de substitution est élevé et plus le retrait mesuré est élevé. L'affinement de la porosité entraîne en effet une augmentation de la pression au sein des pores. Concernant le retrait de dessiccation, celui-ci diminue avec l'augmentation du taux de substitution. Selon les auteurs, les différentes réactions d'hydratation des systèmes ternaires entraînent une consommation d'eau plus importante que celles du ciment seul. De ce fait, le béton obtenu est moins sujet à la dessiccation. Aussi, l'affinement de la porosité limite l'évaporation de l'eau au sein du béton, celle-ci se déplaçant plus difficilement au sein du réseau de pores capillaires.

Ces observations ont été confirmées par J. Ston [157] et Scrivener et al. [158] Ces différents auteurs observent également que la pureté du métakaolin utilisé influence le retrait endogène mesuré. En effet, plus le métakaolin est pur et plus le retrait endogène diminue. Notamment, ce retrait augmente jusqu'à 7 jours puis se stabilise jusqu'à 28 jours. Ceci est en rapport avec les observations faites au paragraphe « 3.2. Hydratation ». Un métakaolin de pureté élevée entraîne un ralentissement des réactions d'hydratation du fait de l'affinement rapide de la porosité. La microstructure du béton n'évolue plus et son humidité interne est conservée, le protégeant de l'auto-dessiccation.

Enfin, il ressort des deux publications précédentes ainsi que des travaux de Rozière et al [116] et Dhandapani et al [154] que la teneur en eau du béton exerce également une influence sur les différents types de retrait. Une augmentation du rapport E/L provoque la formation d'une porosité capillaire plus grossière ainsi qu'une humidité interne au béton élevée. Ces deux phénomènes permettent de réduire le retrait endogène. Cependant, le béton obtenu est plus sensible au retrait de dessiccation.

### 3.5. Durabilité

#### 3.5.1. Porosité

La substitution du ciment Portland par un mélange d'additions minérales entraîne une modification de la porosité. Antoni et al [152] ont observé par exemple que pour un taux de substitution de 15 %, le volume total de pores diminue par rapport à la référence. Pour des taux de substitution supérieurs, la porosité totale augmente malgré qu'elle soit affinée. C'est aussi ce que mesurent Dhandapani et Santhanam [149] en comparant un mélange LC<sup>3</sup> à un ciment Portland. Cet affinement est issu de la formation d'hydrates supplémentaires par la réaction pouzzolanique et celle entre le métakaolin et l'addition calcaire. Il permet selon eux de réduire la perméabilité du matériau car favorisant la formation d'un réseau poral segmenté.

La pureté du métakaolin exerce une influence sur la porosité formée. Avet et al [151] ont observé l'évolution de la porosité au cours du temps pour des mélanges LC<sup>3</sup> incorporant des métakaolins de puretés différentes. Les résultats sont présentés à la figure 2.26.

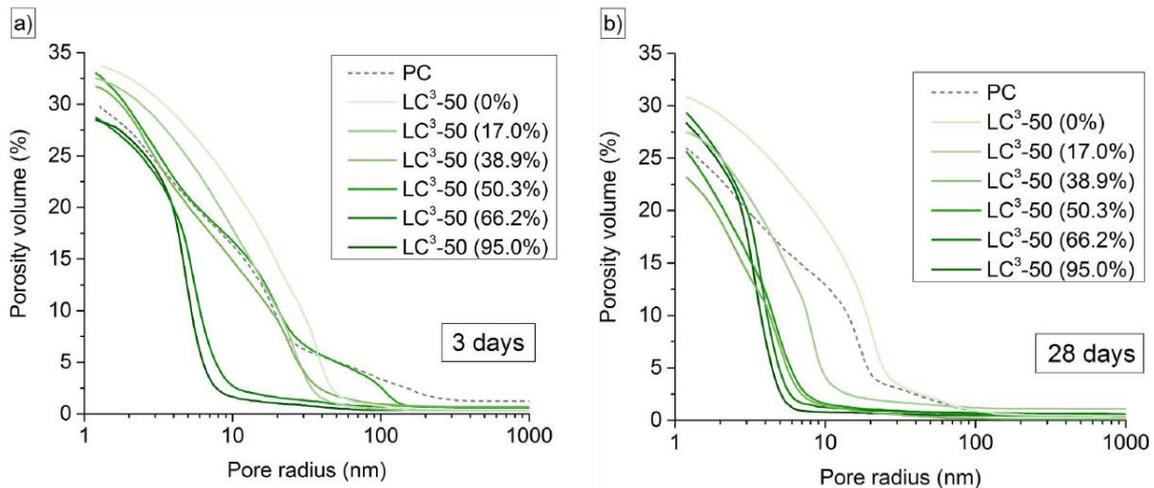


Figure 2.26 Mesures de porosité au mercure pour des mélanges LC<sup>3</sup> à base de métakaolins de puretés différentes. À gauche, résultats à 3 jours et à droite, résultats à 28 jours.

Ils observent que pour une teneur en kaolinite de l'argile de départ supérieure à 65 %, la porosité est affinée dès 3 jours et n'évolue plus de manière significative à partir de cette échéance. Pour des teneurs inférieures, l'affinement de la porosité intervient principalement entre 3 jours et 28 jours. Ce phénomène confirme encore une fois les observations faites dans les paragraphes précédents. Lorsque les pores atteignent une taille critique de 3 à 5 nm, le degré de sursaturation à atteindre pour la précipitation de phases AFm et de carboaluminates serait trop élevé, ce qui limiterait le degré d'hydratation du clinker.

Néanmoins, les auteurs observent que pour toutes les teneurs en kaolinite étudiées, le métakaolin continue à réagir après 3 jours. Plus cette teneur augmente et plus la concentration en Al au sein du gel de C-A-S-H augmente. Le gel formé est plus dense lorsque la teneur en kaolinite augmente mais sa porosité n'est pas détectable par intrusion au mercure. Utiliser un métakaolin plus pur a donc malgré tout un intérêt vis-à-vis des propriétés mécaniques et de durabilité. Cependant, selon les auteurs, à partir d'une teneur en kaolinite de 45 %, le gain en performances est anecdotique.

### 3.5.2. Coefficient de migration des ions chlorure

L'affinement de la porosité rencontré pour les liants ternaires exerce un effet prépondérant sur la résistance du béton à la diffusion des ions chlorure. Nguyen et al [159] ont mesuré ce coefficient pour des bétons à base de ciment Portland et de LC<sup>3</sup> (E/L de 0,45). Des coefficients de  $34,4 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  et de  $8,2 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  ont été obtenus respectivement. Scrivener et al [160] constatent quant à eux que le coefficient mesuré pour un liant LC<sup>3</sup> est 10 fois inférieur à celui mesuré pour un ciment Portland. Bien que la porosité joue un rôle majoritaire, Nguyen et al [159] et Maraghechi et al [161] estiment que le liant LC<sup>3</sup> est également propice à la formation de sels de Friedel par combinaison des phases carboaluminates avec les ions chlorure.

L'effet de la porosité est également observé sur les mesures de résistivité. Selon Dhandapani et al [154], la densification de la matrice cimentaire par la réaction précoce du métakaolin est à l'origine d'une résistivité plus élevée que pour un ciment Portland. Bucher et al mesurent d'ailleurs des conductivités de 10,19 mS/m et de 0,39 mS/m pour le ciment et le liant LC<sup>3</sup> respectivement (E/L de 0,5). Les coefficients de diffusion correspondants sont de  $18,7 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  et de  $3,3 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ . Ces mêmes auteurs ont également réalisé des mesures pour le liant LC<sup>3</sup> en diminuant la teneur en eau (E/L de 0,45). Ils mesurent une conductivité et un coefficient de diffusion de 0,27 mS/m et  $1,3 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  respectivement. Comme pour les mélanges binaires, la réduction de la teneur en eau permet d'améliorer la résistance du béton à la migration des ions chlorure.

### 3.5.3. Carbonatation accélérée

Pour un taux de substitution faible en mélange d'additions, la résistance à la carbonatation du béton semble être améliorée. C'est ce qu'observent Damidot et al [162] par la substitution de 15 % d'un CEM II/A-LL (16 % d'addition calcaire) par 15 % de métakaolin. Les auteurs montrent que l'affinement de la porosité permet une réduction de 15 % de la profondeur de carbonatation mesurée par rapport à un CEM I. Ils observent aussi que les phases monocarboaluminates formées peuvent réagir avec le CO<sub>2</sub> pour former de la calcite. Cette observation est également faite par Bucher et al [163]. Dans ce cas, la résistance à la carbonatation est améliorée malgré un léger effet de dilution et la consommation de la portlandite par la réaction pouzzolanique.

Cependant, pour des taux de substitution plus élevés, l'effet de dilution et la réduction de la teneur en espèces carbonatables entraînent généralement une augmentation de la profondeur de carbonatation [116]. Khan et al [164] estiment qu'à partir de 30 % de substitution d'un ciment Portland par un mélange des deux additions, les profondeurs de carbonatation mesurées sont en effet supérieures à celles d'une référence à base de ciment Portland. Ceci est confirmé par Avet et al [165], qui affirment que la faible résistance des liants LC<sup>3</sup> à la carbonatation s'explique par la faible teneur en espèces carbonatables de ces systèmes.

Comme observé pour les mélanges binaires, il est possible d'améliorer la résistance à la carbonatation par une réduction de la teneur en eau. Cette réduction permet un affinement de la porosité, ce qui réduit la perméabilité au gaz du béton [154]. Aussi l'augmentation du volume d'hydrates formés par la réaction pouzzolanique du métakaolin (Cassagnabère et al [104]) par rapport à un ciment seul permet de compenser en partie l'effet de dilution lié à la teneur en addition calcaire. Cette synergie permet de réduire la porosité du matériau malgré une plus faible teneur en clinker et en métakaolin.

### 4. Conclusion

L'utilisation d'additions calcaires et de métakaolin en mélange avec un ciment Portland présente un réel intérêt pour la formulation de matériaux cimentaires à teneurs réduites en clinker. Les ressources minérales sont présentes de manière conséquente sur le territoire français, ce qui signifie un fort potentiel de développement du marché de ces additions pour une incorporation au sein des matériaux de construction.

En termes de performances générales, pour des mélanges binaires, un taux de substitution de 20 % du ciment Portland semble représenter un optimum. Pour des teneurs supérieures, les performances mécaniques semblent être réduites par un effet de dilution, tandis que le maintien des propriétés rhéologiques est pénalisé par l'utilisation du métakaolin.

Par des effets de synergie lors de leur hydratation, les liants de type LC<sup>3</sup> permettent la substitution d'une teneur plus importante en clinker (45 %) par un mélange d'addition calcaire et de métakaolin. Bien que la rhéologie du matériau obtenu soit moins satisfaisante que pour un ciment Portland, les performances mécaniques et de durabilité sont globalement similaires voire supérieures. La formation d'une porosité plus fine et segmentée par la réaction pouzzolanique permet d'améliorer la résistance du béton à la pénétration et la diffusion d'espèces agressives.

Pour la formulation de liants à teneur en clinker davantage réduite, plusieurs points d'attention apparaissent. Tout d'abord, un effet de dilution important peut être attendu, réduisant fortement les résistances mécaniques. De même, la résistance à la carbonatation du béton sera réduite de manière non négligeable. Il est apparu dans la littérature que la réduction de la teneur en eau était un levier efficace pour l'amélioration globale de ces propriétés. Cependant, les propriétés rhéologiques seront également impactées négativement, nécessitant une utilisation accrue de superplastifiant.

La problématique principale réside donc dans la mise au point de formulations optimisées. Celles-ci devront permettre d'atteindre une maniabilité facilitant leur utilisation ainsi que des performances mécaniques et de durabilité les plus élevées possible. Enfin, l'effet de dilution entraîne une réduction importante des résistances mécaniques au jeune âge (24 heures). Dans l'optique d'une application de ces solutions aux produits préfabriqués, il a été décidé de s'intéresser à l'application d'un traitement thermique.



## Chapitre 2 : Étude préliminaire sur mortiers

### 1. Démarche expérimentale

L'utilisation d'additions calcaires et de métakaolin apparaît dans la littérature comme une solution efficace pour la réduction de la teneur en clinker des matériaux cimentaires. Le liant LC<sup>3</sup> permet en particulier de substituer 45 % du clinker par ces additions et d'atteindre des performances proches de celles d'un ciment Portland. L'objectif de cette thèse étant de réduire au maximum l'empreinte carbone des produits en béton, il a été décidé de s'inspirer de ce liant pour réduire davantage la teneur en clinker du mélange.

Le développement d'une solution liante à l'échelle du béton est fastidieux. Afin d'obtenir une quantité importante de données en un temps réduit, il est plus aisé de réaliser une étude préliminaire à l'échelle du mortier. Il s'agit de tester différentes solutions liantes par la fabrication de mortiers « normalisés » au sens de la norme NF EN 196-1 [166]. Le sable utilisé ainsi que les conditions et procédés de fabrication étant identiques pour tous les mortiers confectionnés, il est assuré que les variables influençant les propriétés obtenues résident dans la composition de la pâte cimentaire (eau, ciment et additions minérales, adjuvants). Une fois la solution présentant l'optimum technico-environnemental identifiée, celle-ci peut être testée à l'échelle du béton.

Dans ce chapitre, la démarche expérimentale ayant mené à des taux de substitution du clinker de 70 % à 75 % est présentée. Les solutions développées sont comparées à une référence à base de ciment Portland en termes de propriétés rhéologiques et mécaniques. L'empreinte carbone matière de chaque mortier est également calculée.

La cible d'application de ces solutions correspond aux produits préfabriqués de l'Industrie du Béton. En général, ces produits nécessitent d'atteindre des résistances mécaniques élevées au jeune âge ( $\leq 24$  heures). Cette exigence est liée aux opérations de démoulage et de manutention des produits et donc aux cadences de production. Un seuil minimal de résistance à la compression au démoulage de 14 MPa a été défini dans le cadre de cette étude.

Afin de palier l'effet de dilution constaté dans la littérature, des leviers d'amélioration des propriétés mécaniques au jeune âge ont été étudiés. À savoir : la réduction de la teneur en eau du mélange à l'aide d'un superplastifiant et l'application d'un traitement thermique à une température modérée (40 °C à 50 °C).

#### 1.1. Matériaux utilisés

##### 1.1.1. Ciment et additions minérales

Un ciment CEM I 52,5 R (Port-la-Nouvelle, « C »), un métakaolin flash (Fumel, « Mk ») et deux additions calcaires (Ferques, « L » et Salses, « L<sub>f</sub> ») ont été utilisés. Ces constituants ont été caractérisés par analyse granulométrique laser, fluorescence X selon l'EN ISO 12677, chromatographie ionique selon l'EN 196-2, perte au feu à 1 025 °C selon la DIN 51081, humidité à 105 °C selon l'ISO 11465 et mesure de la masse volumique. L'ensemble des résultats obtenus sont présentés aux figures 2.27 et 2.28 et au sein du tableau 2.1. Les Fiches Techniques Produits (FTP) de ces constituants sont également fournies en annexe.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

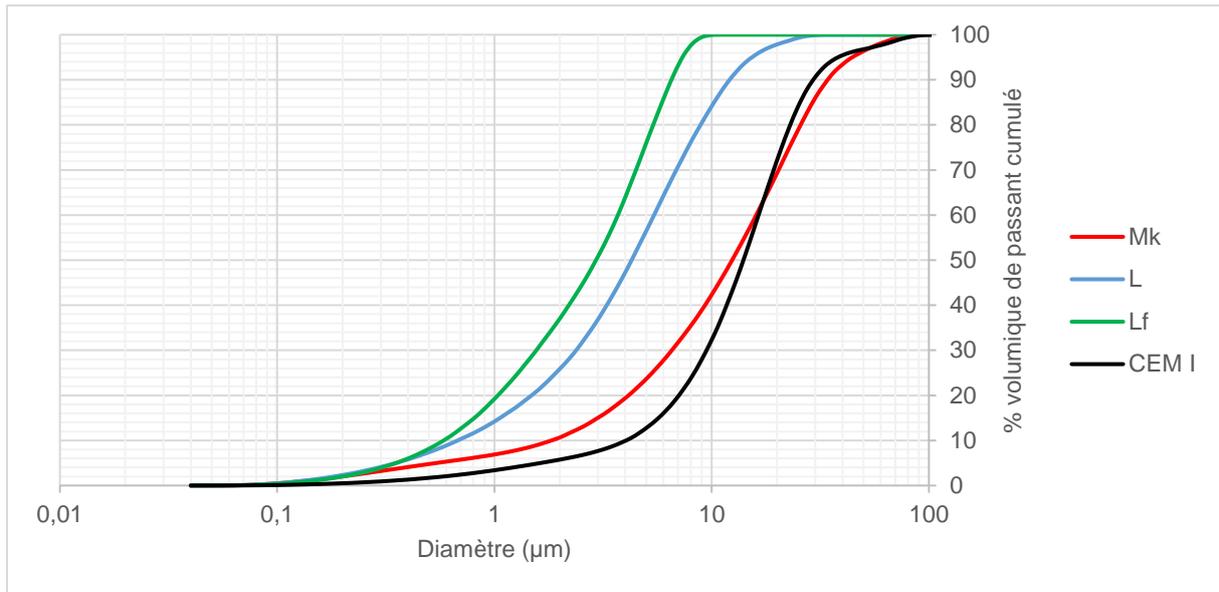


Figure 2.27 Courbes granulométriques des différentes poudres utilisées (passants cumulés)

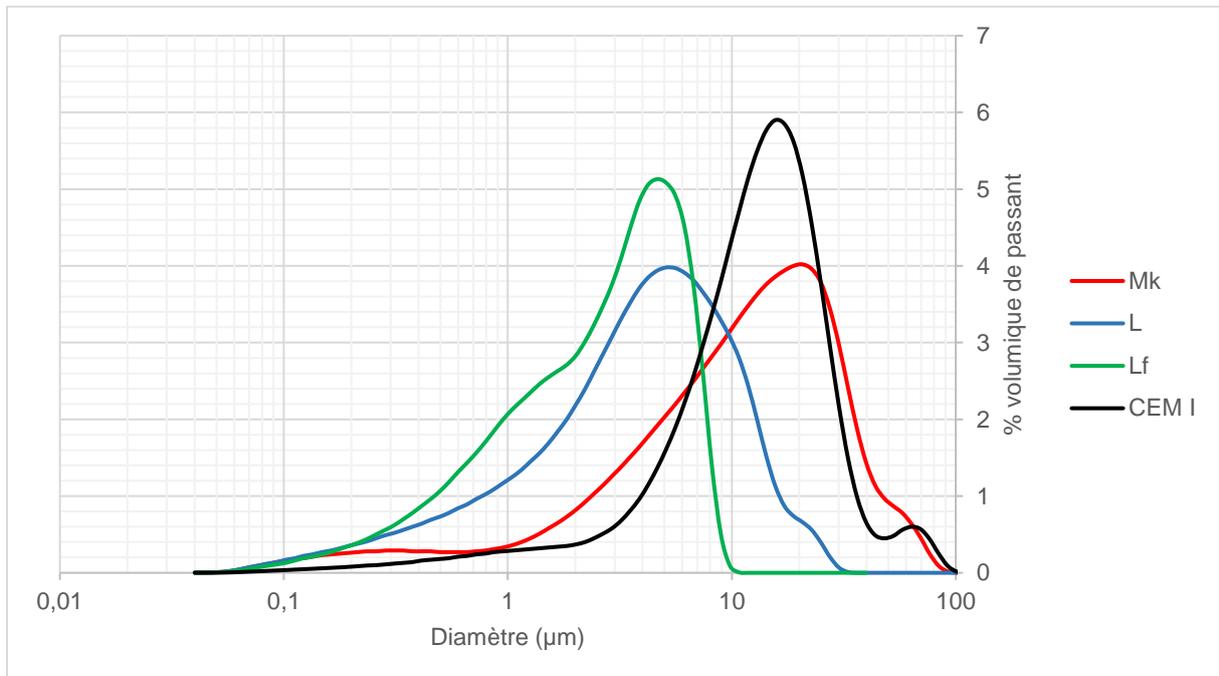


Figure 2.28 Distribution de tailles des différentes poudres utilisées

Les deux additions calcaires utilisées sont plus fines que le ciment utilisé. Des effets de nucléation et de fluidification peuvent donc potentiellement être observés. L'addition  $L_f$  présente une finesse plus importante que L avec des particules de tailles strictement inférieures à 10 microns. L'amélioration de la compacité du mélange par son utilisation devrait donc être plus prononcée et amener à une diminution plus importante de la quantité d'eau requise pour une rhéologie donnée. Le métakaolin utilisé est plus grossier mais présente une partie fine plus importante que celle du ciment. Il est probable que les particules de métakaolin soient plus petites que celles du ciment mais que leur tendance à s'agglomérer amène à ce type de distribution granulométrique. Ce métakaolin peut potentiellement entraîner un effet de nucléation, en plus de sa réaction pouzzolanique. La présence d'agglomérats et sa surface spécifique élevée peuvent cependant compliquer la maniabilité à l'état frais.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

| Teneur en oxydes (% massique)          | C                | Mk             | L                | L <sub>f</sub>    |
|--|------------------|----------------|------------------|-------------------|
| SiO <sub>2</sub>                       | 19,5             | 69,5           | 0,27             | 0,11              |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>         | 5,37             | 23,1           | 0,11             | 0,06              |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>         | 2,24             | 3,26           | 0,05             | 0,03              |
| CaO                                    | 62,7             | 0,79           | 55,0             | 55,3              |
| MgO                                    | 1,27             | 0,16           | 0,71             | 0,26              |
| SO <sub>3</sub>                        | 3,79             | < 0,01         | 0,11             | 0,05              |
| Na <sub>2</sub> O                      | 0,05             | < 0,01         | < 0,01           | < 0,01            |
| K <sub>2</sub> O                       | 0,85             | 0,52           | < 0,01           | < 0,01            |
| TiO <sub>2</sub>                       | 0,19             | 1,04           | < 0,01           | < 0,01            |
| Carbonates                             | -                | -              | 98,3             | 98,4              |
| Perte au feu à 1 025 °C (%m)           | 3,8              | 1,5            | 43,7             | 44,1              |
| Humidité à 105 °C (%m)                 | 0,9              | 0,4            | 0,1              | 0,2               |
| Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )   | 3,13             | 2,61           | 2,74             | 2,73              |
| d <sub>50</sub> (µm)                   | 14               | 12,4           | 4,28             | 2,94              |
| Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g) | 0,44<br>(Blaine) | 15,65<br>(BET) | 0,55<br>(Blaine) | 1 128<br>(Blaine) |

*Tableau 2.1 Compositions chimiques et propriétés physiques des différentes poudres utilisées*

Un ciment de type CEM I 52,5 R a été choisi afin de favoriser un développement rapide des propriétés mécaniques au jeune âge. La formation de produits d'hydratation à des temps plus courts (notamment la portlandite) peut permettre également d'initier plus rapidement les réactions pouzzolaniques avec le métakaolin. Ce dernier a été obtenu par une méthode de calcination flash à une température d'environ 700 °C. Il a la particularité de présenter une pureté moyenne (teneur en métakaolinite d'environ 50 %). Sa surface spécifique est supérieure à celle du ciment malgré des granulométries similaires, ce qui est dû principalement à la géométrie de ses particules. Les deux additions calcaires utilisées sont de puretés élevées comme l'indiquent leurs teneurs en carbonates.

### 1.1.2. Sable

Un sable standardisé de classe 0/2 mm (Société Nouvelle du Littoral) a été utilisé pour la fabrication des mortiers. Sa FTP est fournie en annexe. Il est conditionné en sacs hermétiques de contenances de 1 350 g. Chaque sac contient un échantillon de sable de granulométrie identique.

### 1.1.3. Adjuvant

Afin d'ajuster la rhéologie des différents mortiers réalisés, un superplastifiant haut réducteur d'eau à base de polymères acryliques modifiés a été utilisé. Les propriétés de cet adjuvant sont récapitulées au sein du tableau 2.2 et sa FTP est fournie en annexe.

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Masse volumique (g/cm<sup>3</sup>)</b> | 1,07 ± 0,02 |
| <b>pH</b>                                 | 4,5 ± 1,0   |
| <b>Extrait sec (%)</b>                    | 36,4 ± 1,8  |

*Tableau 2.2 Propriétés du superplastifiant utilisé pour l'étude préliminaire sur mortiers*

Lorsque cet adjuvant a été incorporé au mélange, la quantité d'eau à ajouter à ce dernier a été ajustée en fonction du pourcentage d'extrait sec.

## 1.2. Méthodes

### 1.2.1. Fabrication et conservation des éprouvettes

Les différents mortiers de cette étude ont été formulés et fabriqués en se basant sur les prescriptions de la norme NF EN 196-1. Pour la réalisation de 3 éprouvettes de mortier de dimensions 4 x 4 x 16 cm, la formulation normalisée est telle qu'indiquée au tableau 2.3.

|                        | Masse (g) |
|------------------------|-----------|
| <b>Ciment</b>          | 450       |
| <b>Sable normalisé</b> | 1 350     |
| <b>Eau</b>             | 225       |
| <b>E/L</b>             | 0,5       |

Tableau 2.3 Composition d'un mortier normalisé au sens de la norme NF EN 196-1

Dans le cadre de cette étude préliminaire, les quantités ont été multipliées par trois pour la réalisation d'essais à trois échéances différentes. Tous les mortiers ont été réalisés à masse de liant total constante. C'est-à-dire qu'en cas de substitution du ciment par des additions minérales, les masses à ajouter de chaque constituant ont été calculées en fonction des teneurs massiques au sein du mélange.



Figure 2.29 Malaxeur et moule utilisé pour la confection des éprouvettes de mortiers normalisés

Un malaxeur d'une capacité de 10 litres a été utilisé. Dans un premier temps, les poudres composant le liant ont été mélangées à sec à petite vitesse. Les différentes étapes de malaxage ont été adaptées en termes de durée par rapport à la norme, les quantités à malaxer étant supérieures, afin d'assurer l'homogénéité des mortiers fabriqués. Ces étapes sont les suivantes :

- ajout de l'eau et du superplastifiant et malaxage lent pendant 1 min ;
- ajout du sable et malaxage lent pendant 1 min ;
- malaxage rapide pendant 1 min ;
- homogénéisation manuelle du mortier pendant 30 sec. ;
- repos pendant 1 min ;
- malaxage rapide pendant 1 min.

Le coulage des éprouvettes a été réalisé en deux étapes. Une vibration à une fréquence de 60 Hz a été appliquée à l'aide d'une table vibrante pendant 30 secondes après chaque étape de remplissage. Les faces supérieures des éprouvettes ont ensuite été arrasées. Au cours du durcissement, que ce soit en enceinte de traitement thermique ou dans une salle régulée à  $20 \pm 2$  °C et  $60 \pm 5$  % HR, les moules ont

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

été recouverts d'un film polyane afin de protéger les éprouvettes de la dessiccation. Les éprouvettes ont été démoulées soit dès la fin du traitement thermique, soit à 24 heures. Elles ont ensuite été conservées en eau dans une salle humide à  $20 \pm 2$  °C et une humidité relative supérieure à 90 %.



Figure 2.30 Table vibrante et enceinte de traitement thermique utilisées lors de l'étude préliminaire sur mortiers

Les deux traitements thermiques testés correspondent à un palier de 8 heures à 40 °C (« T<sub>1</sub> ») et à un palier de 7 heures à 50 °C (« T<sub>2</sub> »). Ces deux traitements ont été définis afin d'être représentatifs des pratiques réalisées en usine. Leurs différences permettent également d'évaluer s'il est plus pertinent de favoriser un cycle plus long à une température modérée ou d'augmenter la température.

### 1.2.2. Essais à l'état frais

La consistance des mortiers à l'état frais a été mesurée via l'essai à la table à secousses selon la norme EN 1015-3. Un cône tronqué (hauteur 6 cm, diamètre supérieur 7 cm et diamètre inférieur 10 cm) est placé sur une table à chocs. Le cône est rempli de mortier frais en deux temps et est mis en place au sein du cône à l'aide d'un pilon en relâchant 10 fois ce dernier au-dessus du mortier. Une fois rempli et arrasé, le cône est retiré verticalement afin de libérer le mortier. À l'aide d'une manivelle actionnant une came excentrée, 15 secousses sont appliquées au mortier frais. Deux diamètres perpendiculaires entre eux sont alors mesurés à l'aide d'un réglet et la moyenne des deux est retenue. Les mortiers ont été formulés en visant un étalement de  $160 \pm 5$  mm. Il s'agit en effet de la valeur mesurée habituellement pour un mortier de référence à base de ciment Portland.



Figure 2.31 Matériel utilisé pour mesurer l'étalement des mortiers

### 1.2.3. Résistances mécaniques

Les éprouvettes de mortiers durcis ont été pesées au démoulage puis testées en flexion et compression aux différentes échéances d'essais, à savoir : en fin de traitement thermique, à 24 heures et à 28 jours. Les essais de flexion ont été réalisés sur 3 éprouvettes par échéance, ce qui a permis d'obtenir 6 demi-éprouvettes pour la réalisation des essais de compression. L'effort de compression est appliqué à l'aide d'un dispositif adapté sur une surface de 4 x 4 cm. Pour les essais de flexion, une presse de capacité 50 kN a été utilisée pour une vitesse de montée en charge de  $50 \pm 10$  N/s. Pour la résistance à la compression, une presse de capacité 300 kN appliquant une vitesse de montée en charge de  $2\,400 \pm 200$  N/s a été utilisée. Dans les deux cas, la machine d'essai donne la force de détection de rupture en kN.

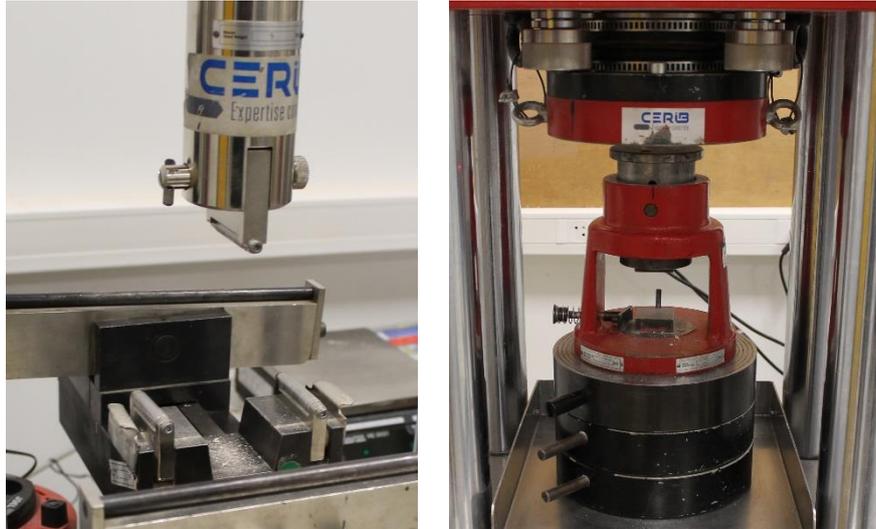


Figure 2.32 Dispositifs de flexion et de compression pour éprouvettes de mortiers 4 x 4 x 16 cm

### 1.2.4. Calcul de l'empreinte carbone

Afin de comparer les performances environnementales des mortiers de l'étude, leur empreinte carbone matière totale a été calculée. Dans un premier temps, la masse volumique du mortier a été estimée (car non mesurée à l'état frais) en divisant la masse moyenne des éprouvettes au démoulage  $m_E$  par le volume d'une éprouvette 4 x 4 x 16 cm  $V_E$ .

$$\rho_M = \frac{m_E}{V_E} \quad (\text{Équation 2.17})$$

Cette estimation est légèrement faussée par les phénomènes de dessiccation intervenant lors du durcissement des éprouvettes, d'autant plus lorsqu'un traitement thermique a été appliqué. Cette erreur n'est cependant pas suffisante pour fausser le classement des mortiers en termes de performances environnementales.

| Constituant             | Empreinte carbone (kg.équ.CO <sub>2</sub> /t) |
|-------------------------|---|
| <b>CEM I</b>            | 752   |
| <b>Mk</b>               | 139   |
| <b>L</b>                | 43,9  |
| <b>L<sub>f</sub></b>    | 56,4  |
| <b>Sable CEN</b>        | 2,6   |
| <b>Superplastifiant</b> | 1 880   |
| <b>Eau</b>              | 0,132   |

Tableau 2.4 Empreinte carbone des constituants utilisés.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

La quantité totale de CO<sub>2</sub> relative à la fabrication d'une gâchée de mortier est calculée par la somme des masses  $m_i$  de constituants introduites dans le malaxeur multipliées par leur empreinte carbone  $k_i$  en kg.ég.CO<sub>2</sub>/t (tableau 2.4).

$$k_M = \sum_i m_i * k_i \quad (\text{Équation 2.18})$$

Le volume de mortier produit  $V_M$  est estimé par la division de la somme des masses de constituants introduites dans le malaxeur par la masse volumique du mortier.

$$V_M = \frac{\sum_i m_i}{\rho_M} \quad (\text{Équation 2.19})$$

Enfin, l'empreinte carbone matière (en kg.ég.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>) du mortier  $C_M$  est calculée de la sorte :

$$C_M = \frac{k_M}{V_M} \quad (\text{Équation 2.20})$$

Lorsqu'un traitement thermique a été appliqué, une empreinte carbone additionnelle a été ajoutée à cette empreinte carbone matière. Il est difficile d'établir une hypothèse représentative de l'empreinte carbone liée à un traitement thermique. D'une part, de nombreux paramètres influencent la consommation énergétique d'une enceinte telle que sa température de consigne, sa taille ou encore les déperditions liées à l'efficacité de son isolation. Des paramètres matériaux entrent également en compte comme la taille des produits en béton, la nature des constituants qui les composent ainsi que le moule utilisé. Ainsi, dans le cadre de l'étude préliminaire sur mortiers, il a été décidé de mesurer directement la consommation électrique de l'enceinte utilisée. Un compteur électrique a donc été installé sur l'enceinte. En divisant la consommation mesurée (en kWh) par le volume total de mortier chauffé, des consommations moyennes de 83,3 kWh/m<sup>3</sup> et 96,6 kWh/m<sup>3</sup> ont été estimées pour les traitements T<sub>1</sub> et T<sub>2</sub> respectivement.

L'enceinte utilisée étant entièrement électrique, une hypothèse d'empreinte carbone de 0,105 kg.ég.CO<sub>2</sub>/kWh a été choisie [167]. Les deux traitements ont été évalués comme équivalents à 8,4 kg.ég.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> et 10,1 kg.ég.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>. Ces valeurs ont donc été ajoutées aux valeurs d'empreintes carbone matières. Bien entendu, ces hypothèses sont considérées uniquement valables dans le cadre de cette étude. Bien que peu représentatives, elles permettent néanmoins de prendre en compte l'impact du traitement thermique dans la comparaison des performances des différents mortiers.

## 2. Résultats et interprétations

Au total, 23 mortiers ont été confectionnés pour la mise au point des solutions appliquées à l'échelle du béton. La référence est constituée uniquement de ciment CEM I 52,5 R. La substitution du ciment par un mélange de métakaolin et d'addition calcaire a été réalisée de manière progressive. Dans un premier temps, un taux de substitution de 50 % a été testé. Les mélanges réalisés ressemblent au liant LC<sup>3</sup> de la littérature. Ensuite, des mélanges plus ambitieux en termes de réduction de la teneur en clinker ont été réalisés avec un taux de substitution du ciment de 70 % à 75 %. Afin de pallier l'effet de dilution sur les résistances mécaniques, la teneur en eau a été réduite progressivement. Des rapports Eau/Liant (E/L) de 0,5, 0,4, 0,3 et 0,25 ont été testés. Les deux traitements thermiques ont également été appliqués. Dans une tentative de réduire au maximum l'empreinte carbone des mélanges, des liants à base de ciment et d'un mélange des deux additions calcaires ont également été étudiés.

**PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES**

| Identification  | %m<br>C | %m<br>M | %m<br>L | %m<br>L <sub>f</sub> | E/L  | %<br>SP | Traitement<br>thermique | Étalement<br>(mm) | Masse<br>moyenne<br>(g) | Masse<br>volumique<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Résistance à la<br>compression (MPa) |      |      | Empreinte<br>carbone<br>(kg.éq.CO <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> ) |
|---|---------|---------|---------|----------------------|------|---------|-------------------------|-------------------|-------------------------|--|--------------------------------------|------|------|--|
|   |         |         |         |                      |      |         |                         |                   |                         |  | 8 h                                  | 1 j  | 28 j |  |
| C <sub>5</sub>  | 100     | -       | -       | -                    | 0,5  | -       | -                       | 160               | 577                     | 2 253                                      | -                                    | 30,4 | 62   | 380,5  |
| C <sub>4</sub> *  | 100     | -       | -       | -                    | 0,4  | 0,15    | -                       | 160               | 601                     | 2 349                                      | -                                    | 46,6 | 77,1 | 410,3  |
| C <sub>3</sub> *  | 100     | -       | -       | -                    | 0,3  | 1,08    | -                       | 165               | 606                     | 2 369                                      | -                                    | 44,1 | 98   | 453,8  |
| C <sub>3</sub> *.T <sub>1</sub>   | 100     | -       | -       | -                    | 0,3  | 1,08    | 8 h 40 °C               | 160               | 602                     | 2 351                                      | 24,4                                 | 59,5 | 96,5 | 463,1  |
| <b>50 % Ciment</b>  |         |         |         |                      |      |         |                         |                   |                         |  |                                      |      |      |  |
| 50C <sub>5</sub> .30ML  | 50      | 30      | 20      | -                    | 0,5  | -       | -                       | 160               | 569                     | 2 224                                      | -                                    | 6,5  | 42,1 | 214,6  |
| 50C <sub>5</sub> .30ML  | 50      | 30      | -       | 20                   | 0,5  | -       | -                       | 195               | 585                     | 2 284                                      | -                                    | 7,9  | 51,1 | 233,2  |
| 50C <sub>4</sub> *.30ML   | 50      | 30      | 20      | -                    | 0,4  | 0,22    | -                       | 165               | 586                     | 2 351                                      | -                                    | 16,5 | 68   | 225,3  |
| 50C <sub>4</sub> .30ML <sub>f</sub>   | 50      | 30      | -       | 20                   | 0,4  | -       | -                       | 160               | 574                     | 2 244                                      | -                                    | 17,5 | 63   | 222,8  |
| <b>30 % Ciment</b> ( <sup>1</sup> mesure d'étalement obtenue sans l'application de chocs) |         |         |         |                      |      |         |                         |                   |                         |  |                                      |      |      |  |
| 30C <sub>5</sub> .20ML  | 30      | 20      | 50      |                      | 0,5  | -       | -                       | 160               | 550                     | 2 147                                      | -                                    | 3,4  | 19,6 | 135,1  |
| 30C <sub>5</sub> .20ML.T <sub>1</sub>   | 30      | 20      | 50      |                      | 0,5  | -       | 8 h 40 °C               | 155               | 555                     | 2 167                                      | 2,3                                  | 4,8  | 19,3 | 162,2  |
| 30C <sub>4</sub> *.20ML   | 30      | 20      | 50      |                      | 0,4  | 0,25    | -                       | 160               | 605                     | 2 365                                      | -                                    | 7,1  | 33,2 | 145,2  |
| 30C <sub>4</sub> *.20ML.T <sub>1</sub>  | 30      | 20      | 50      | -                    | 0,4  | 0,25    | 8 h 40 °C               | 160               | 578                     | 2 259                                      | 5,3                                  | 9,3  | 31,5 | 163,7  |
| 30C <sub>4</sub> .20ML <sub>f</sub>   | 30      | 20      | -       | 50                   | 0,4  | -       | -                       | 220 <sup>1</sup>  | 599                     | 2 342                                      | -                                    | 6,7  | 35,4 | 154,1  |
| 30C <sub>3</sub> .20ML <sub>f</sub>   | 30      | 20      | -       | 50                   | 0,3  | -       | -                       | 180               | 602                     | 2 351                                      | -                                    | 15,7 | 53,9 | 158,3  |
| 30C <sub>3</sub> .20ML <sub>f</sub> .T <sub>1</sub>                                       | 30      | 20      | -       | 50                   | 0,3  | -       | 8 h 40 °C               | 165               | 583                     | 2 278                                      | 15                                   | 25,5 | 56,5 | 162,1  |
| <b>E/L 0.25 MétaKaolin</b>  |         |         |         |                      |      |         |                         |                   |                         |  |                                      |      |      |  |
| 25C <sub>25</sub> *.10ML <sub>f</sub> .T <sub>1</sub>                                     | 25      | 10      | -       | 65                   | 0,25 | 0,30    | 8 h 40 °C               | 195               | 603                     | 2 355                                      | 18,4                                 | 26,9 | 57,7 | 155,9  |
| 25C <sub>25</sub> *.10ML <sub>f</sub> .T <sub>2</sub>                                     | 25      | 10      | -       | 65                   | 0,25 | 0,30    | 7 h 50°C                | 190               | 593                     | 2 316                                      | 21,3                                 | 28,5 | 56,2 | 154,6  |
| 20C <sub>25</sub> *.10ML <sub>f</sub> .T <sub>1</sub>                                     | 20      | 10      | -       | 70                   | 0,25 | 0,15    | 8 h 40 °C               | 215               | 604                     | 2 361                                      | 13,8                                 | 19,2 | 41,3 | 131,5  |
| 20C <sub>25</sub> *.10ML <sub>f</sub> .T <sub>2</sub>                                     | 20      | 10      | -       | 70                   | 0,25 | 0,15    | 7 h 50°C                | 200               | 604                     | 2 361                                      | 15,5                                 | 20,3 | 40,2 | 132,9  |
| <b>E/L 0.25 Additions calcaires</b>   |         |         |         |                      |      |         |                         |                   |                         |  |                                      |      |      |  |
| 30C <sub>25</sub> *.30LL <sub>f</sub> .T <sub>1</sub>                                     | 30      | -       | 30      | 40                   | 0,25 | 0,30    | 8 h 40 °C               | 180               | 609                     | 2 378                                      | 21,8                                 | 31,2 | 50,7 | 169,7  |
| 30C <sub>25</sub> *.30LL <sub>f</sub> .T <sub>2</sub>                                     | 30      | -       | 30      | 40                   | 0,25 | 0,30    | 7 h 50°C                | 165               | 603                     | 2 354                                      | 25,9                                 | 31   | 46,3 | 169,5  |
| 25C <sub>25</sub> *.30LL <sub>f</sub> .T <sub>1</sub>                                     | 25      | -       | 30      | 45                   | 0,25 | 0,30    | 8 h 40 °C               | 205               | 592                     | 2 312                                      | 15,8                                 | 22,6 | 37,3 | 146,4  |
| 25C <sub>25</sub> *.30LL <sub>f</sub> .T <sub>2</sub>                                     | 25      | -       | 30      | 45                   | 0,25 | 0,30    | 7 h 50°C                | 170               | 596                     | 2 327                                      | 18,9                                 | 22,1 | 32,8 | 148,7  |

Tableau 2.5 Récapitulatif des compositions et résultats d'essais de l'étude sur mortiers

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Les compositions des différents liants étudiés ainsi que l'ensemble des propriétés mesurées sur les mortiers sont récapitulées au sein du tableau 2.5. Afin de faciliter l'identification des mortiers et leur citation dans le corps du texte, une nomenclature a été définie de la manière suivante :

$$aC_R^* \cdot bML_{(f),T_{1/2}}$$

Avec « C » correspondant au ciment, « M » au métakaolin et « L » et « L<sub>f</sub> » aux additions calcaires utilisées. « a » et « b » indiquent respectivement les teneurs en ciment et en métakaolin au sein du mélange. La teneur en addition calcaire est alors égale à 1 - a - b. Pour les mélanges sans métakaolin, « b » indique la teneur de l'addition qui le suit. « R » prend la valeur du rapport E/L (« 5 » = 0,5, « 4 » = 0,4, « 3 » = 0,3, « 25 » = 0,25). Lorsqu'un adjuvant a été utilisé, la mention « \* » est ajoutée. Lorsqu'un traitement thermique de 8 heures à 40 °C a été appliqué, T<sub>1</sub> est mentionné. Lorsqu'un traitement thermique de 7 heures à 50 °C a été appliqué, T<sub>2</sub> est indiqué.

### 2.1. Propriétés rhéologiques

Les mesures d'étalement à la table à secousses ont été réalisées dès la fin du malaxage. Pour rappel, un étalement de 160 mm a été visé pour l'ensemble des mortiers. La figure 2.33, représente la quantité d'adjuvant, en pourcentage d'extrait sec, incorporée aux différents mélanges à base de ciment, de métakaolin et d'addition calcaire, pour obtenir la valeur d'étalement visée.

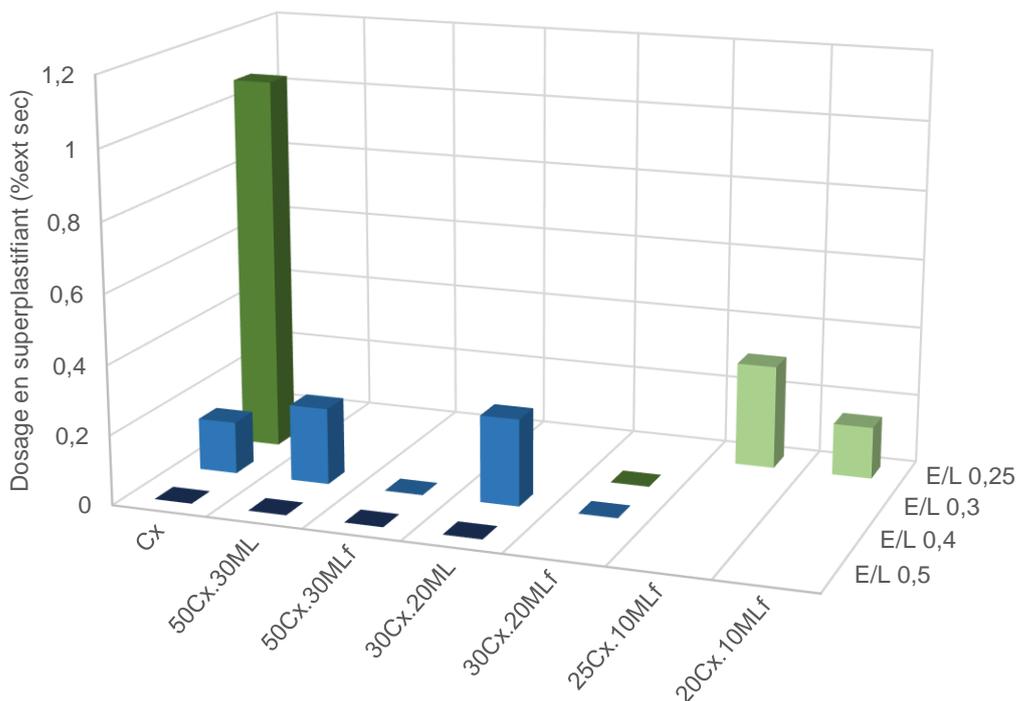


Figure 2.33 Quantité d'adjuvant ajoutée aux différents types de mortiers pour atteindre un étalement de 160 mm

Des rapports E/L différents ont été testés en fonction du dosage en ciment dans les mélanges. La réduction de la teneur en eau a en effet été adaptée en fonction de l'effet de dilution observé. Par exemple, il n'a pas été nécessaire de dépasser un seuil de E/L de 0,4 pour les mélanges à base de 50 % de ciment. Cette réduction a en effet suffi pour atteindre les résistances mécaniques souhaitées.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Réduire la teneur en eau entraîne naturellement une augmentation de la teneur en superplastifiant requise pour un liant donné. Cette évolution n'est pas linéaire, comme le montre les résultats obtenus pour les références  $C_x$ . Si réduire le rapport E/L de 0,5 à 0,4 ne requiert pas une quantité élevée d'adjuvant, passer d'un E/L de 0,4 à 0,3 entraîne une augmentation substantielle de sa teneur. En comparant les dosages requis pour les mélanges  $C_4^*$ ,  $50C_4^*.30ML$  et  $30C_4^*.20ML$ , il peut être observé que plus le ciment est substitué par une teneur importante en Mk et L, plus la teneur en superplastifiant augmente à même E/L. Pour les deux mélanges, ce résultat indique une demande en eau plus importante que pour le ciment pur. Au même E/L de 0,4, les mélanges incorporant de l'addition calcaire  $L_f$  ne nécessitent pas l'utilisation d'un superplastifiant. Cette seconde addition calcaire permet donc bien de fluidifier de manière efficace les mélanges.

Étant donné le pouvoir fluidifiant de  $L_f$ , il a été décidé d'utiliser cette addition calcaire par la suite pour poursuivre la réduction de la teneur en eau des mélanges. Il peut être observé que  $30C_3.20ML_f$  n'a pas nécessité l'utilisation d'un superplastifiant. Aussi, les mélanges  $25C_{25}^*.10ML_f$  et  $20C_{25}^*.10ML_f$  présentent des dosages en adjuvant équivalents aux mélanges à E/L de 0,4.

### 2.2. Évaluation de l'effet de dilution

Le liant  $LC^3$  est présenté dans la littérature comme ayant des propriétés mécaniques proches de celles des ciments Portland à 28 jours. Les performances atteintes au jeune âge sont cependant généralement plus faibles. En premier lieu, des mélanges à 50 % de substitution du ciment par du métakaolin et de l'addition calcaire (composition proche de celle du  $LC^3$ ) ont été réalisés. Un mélange à 70 % de substitution a également été fabriqué. L'objectif de cette première série d'essais a été d'appréhender l'effet de dilution provoqué par ces taux de substitution, notamment vis-à-vis des résistances au jeune âge. Les résistances à la compression obtenues pour ces premiers mortiers sont présentées à la figure 2.34.

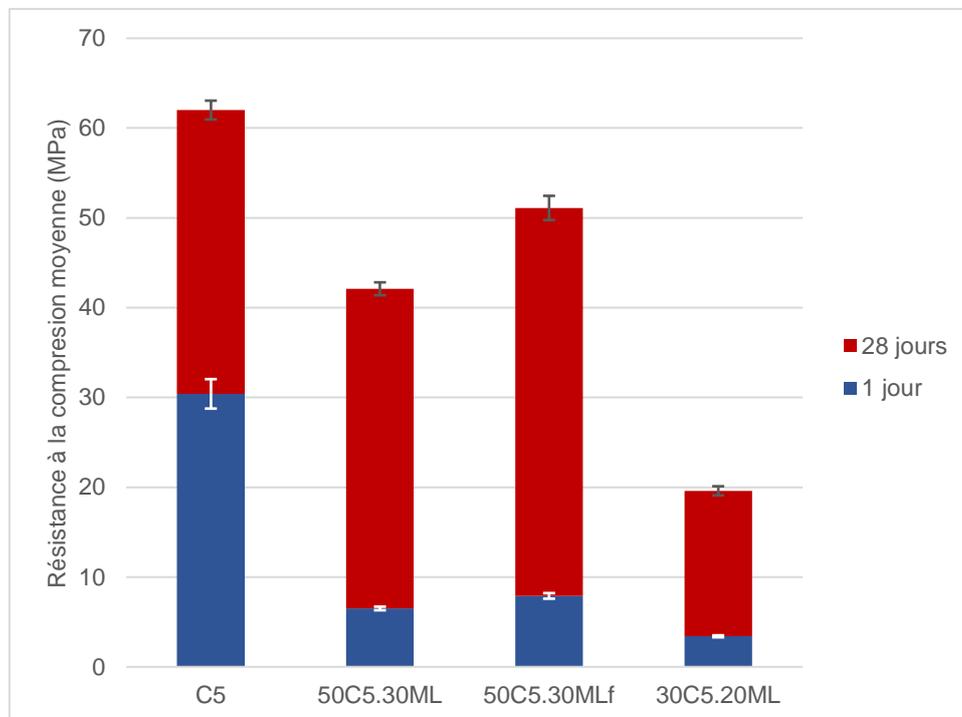


Figure 2.34 Résistances moyennes à la compression pour différents taux de substitution du ciment pour un E/L de 0,5

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Au jeune âge, aucun mélange ternaire n'atteint des performances comparables à celles de la référence. Les performances mécaniques de ces solutions sont également inférieures au seuil minimal de 14 MPa. À cette échéance, c'est principalement l'hydratation du ciment qui permet le développement des résistances mécaniques. La réaction pouzzolanique du métakaolin intervenant peu à moins de 24 heures, il est normal que la diminution progressive de la teneur en ciment entraîne une diminution de la résistance à la compression. La résistance obtenue à jeune âge pour le mortier 50C<sub>5</sub>.30ML<sub>f</sub> est légèrement supérieure à celle obtenue pour 50C<sub>5</sub>.30ML. La fluidité apportée par L<sub>f</sub> permet probablement une meilleure dispersion des particules au sein du mélange, ce qui améliore l'hydratation du ciment.

À 28 jours, le développement des résistances des mortiers à base de 50 % de ciment est considérable, compte tenu de la résistance atteinte à 24 heures. Comme observé dans la littérature, la réaction pouzzolanique du métakaolin est précoce (entre 3 et 28 jours). Cependant, les résistances obtenues sont inférieures à celle de la référence. Les résistances atteintes par le mortier à 30 % de ciment sont particulièrement faibles, insuffisantes pour une grande partie des produits en béton. La faible teneur en espèces réactives et l'étalement mesuré (195 mm) sans adjuvant indiquent une quantité importante d'eau libre. Cet excès entraîne la formation d'une matrice cimentaire de densité plus faible, d'où la réduction prononcée de la résistance à la compression obtenue.

### 2.3. Réduction de la teneur en eau

Un levier de formulation qui permet d'augmenter efficacement les résistances mécaniques des matériaux cimentaires est la réduction de la teneur en eau pour une même masse de liant. Cependant, à masse de liant constante, diminuer la teneur en eau entraîne une réduction du volume de pâte ainsi que la fluidité de celle-ci. Afin d'améliorer les propriétés mécaniques des liants présentés au paragraphe précédent, la teneur en eau des mortiers a été diminuée. Une réduction du rapport E/L de 0,5 à 0,4 pour les liants à base de 50 % de ciment a été testée. Pour ceux à base de 30 % de ciment, des rapports E/L de 0,4 et 0,3 ont été appliqués. Les résultats de résistances à la compression moyennes obtenus pour ces mortiers sont présentés sur la figure 2.35.

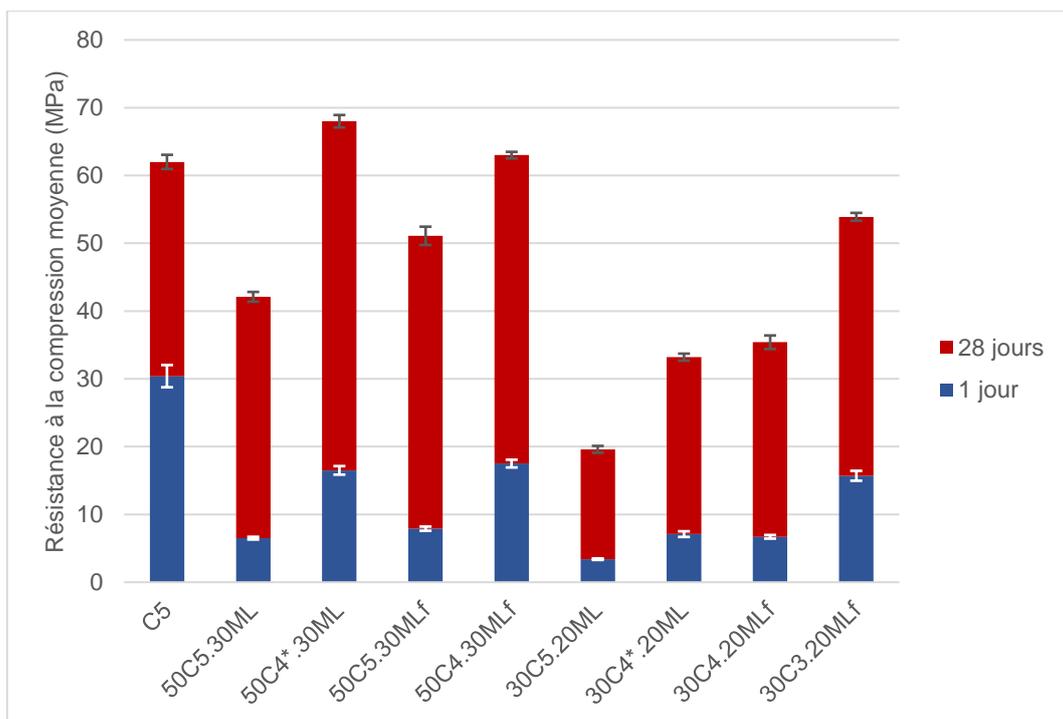


Figure 2.35 Résistances moyennes à la compression pour différents taux de substitution du ciment et différents rapports E/L

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Au jeune âge, le seuil de résistance minimale de 14 MPa est atteint lorsque le rapport E/L est diminué à 0,4 et 0,3 pour des liants à base de 50 % et 30 % de ciment respectivement. Les résistances obtenues pour les mélanges  $50C_4^*.30ML$  et  $50C_4.30ML_f$  sont équivalentes, de même pour les mélanges  $30C_4^*.20ML$  et  $30C_4.20ML_f$ . Il ne peut donc pas être établi que l'addition  $L_f$  permette une accélération des réactions d'hydratation par rapport à L. Pour les mortiers à base de 30 % de ciment, il peut être noté que la résistance à la compression obtenue semble doubler en passant d'un E/L de 0,5 à 0,4, puis doubler encore en passant d'un E/L de 0,4 à 0,3.

À 28 jours, les solutions à base de 50 % de ciment et un E/L de 0,4 dépassent la résistance à la compression de la référence. Les résistances obtenues pour  $50C_4^*.30ML$  sont légèrement supérieures à celles de  $50C_4.30ML_f$ . L'effet dispersant apporté par le superplastifiant peut permettre une meilleure hydratation du ciment. Pour une teneur en ciment de 30 %, la réduction du E/L jusqu'à 0,3 permet d'approcher les performances de la référence. Malgré la faible teneur en espèces réactives, la faible quantité d'eau entraîne une densification de la matrice cimentaire, ce qui permet certainement d'améliorer les propriétés mécaniques obtenues.

Cette seconde série d'essais a permis de valider la faisabilité technique de solutions liantes à faible teneur en ciment Portland. En revanche, une forte réduction de la teneur en eau peut entraîner des difficultés de mise en œuvre à l'échelle du béton (augmentation de la viscosité, perte de maniabilité précoce). Certains industriels ont recours à des traitements thermiques pour permettre la manutention à très jeune âge de ces produits. Il a donc été décidé d'avoir recours à ce procédé dans l'optique d'améliorer davantage les propriétés mécaniques au jeune âge. L'objectif a également été de déterminer si l'application d'un traitement thermique permettrait d'atteindre l'objectif de résistance au jeune âge sans avoir à réduire excessivement la teneur en eau.

### 2.4. Application d'un traitement thermique

Pour cette troisième série d'essais, seules les solutions ayant une teneur en ciment de 30 % ont été testées. Lorsque le traitement  $T_1$  a été appliqué (palier de 8 heures à 40 °C), les éprouvettes ont été démoulées puis testées en sortie de traitement thermique (laps de temps d'environ 15 minutes entre la sortie des moules de l'enceinte et la réalisation des essais). Les résultats obtenus sont présentés à la figure 2.36.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

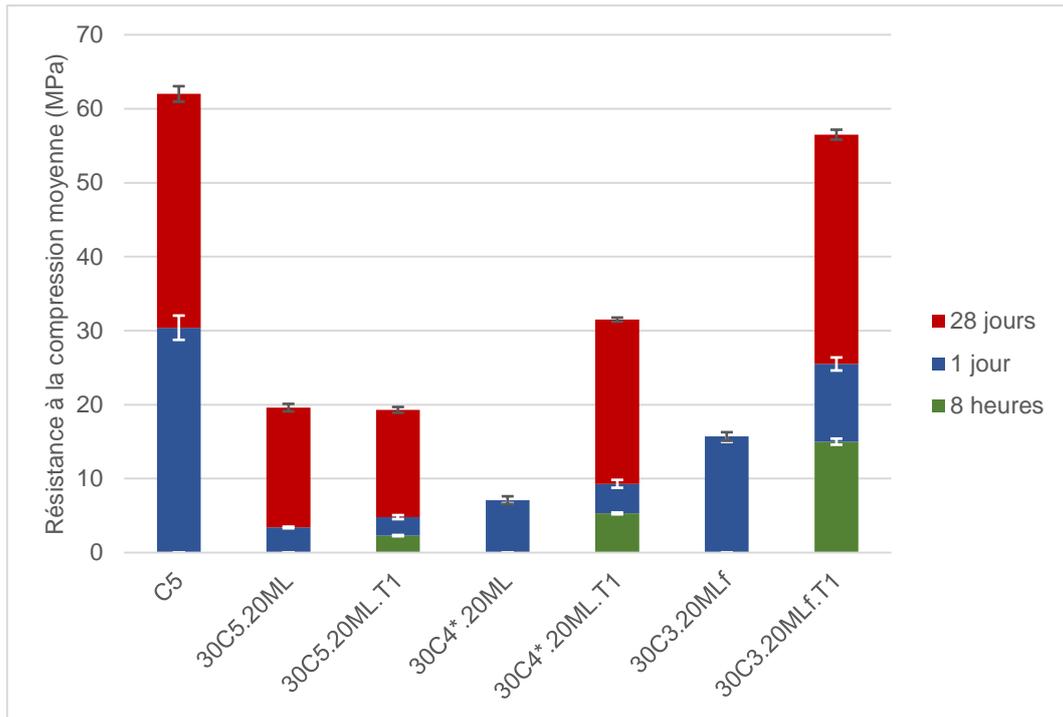


Figure 2.36 Résistances moyennes à la compression pour les mortiers à base de 30 % de ciment et pour des E/L différents, avec ou sans traitement thermique

Au jeune âge, le traitement thermique appliqué ici semble ne pas être suffisant pour dépasser le seuil minimal de 14 MPa pour des E/L de 0,5 et 0,4. Pour un E/L de 0,3, le seuil est dépassé dès 8 heures et la résistance à la compression obtenue est proche de celle de la référence à 24 heures. Verbeck [168] et Vaasudevaa et al [169] observent que l'application d'un traitement thermique accélère les réactions d'hydratation du ciment au jeune âge, d'où les tendances observées ici. Pour les mélanges dont la teneur en ciment est de 30 %, il apparaît donc que la réduction de la teneur en eau soit requise pour atteindre les performances mécaniques souhaitées. L'application du traitement thermique choisi présente néanmoins un fort potentiel pour une application à l'échelle industrielle de la solution 30C<sub>3</sub>.20ML<sub>f</sub>. Elle pourrait en effet respecter les contraintes liées aux cadences de production.

À 28 jours, il peut être observé une légère diminution des résistances atteintes pour des E/L de 0,5 et 0,4 lorsqu'un traitement thermique est appliqué. Ce résultat est en accord avec ce qui est généralement observé dans la littérature. Vaasudevaa et al [169] ont observé sur des mélanges similaires que l'application d'une cure à 60 °C permettait un gain en résistances au jeune âge mais une diminution de celles-ci à 28 jours. Selon Radjy et Richard [170], ceci pourrait être dû à la formation d'une porosité plus grossière lorsqu'un traitement thermique est appliqué. Les résultats obtenus pour des E/L de 0,3 ne présentent cependant pas la même tendance. Globalement, cette série d'essais montre que si le traitement thermique permet de raccourcir les échéances de démoulage, c'est bien la réduction de la teneur en eau qui permet majoritairement d'augmenter la résistance atteinte à une échéance donnée. L'association des deux leviers permet ainsi d'obtenir une solution à teneur en ciment fortement réduite et présentant des performances similaires à la référence C<sub>5</sub>.

## 2.5. Solutions à très faibles teneurs en espèces réactives

Les performances mécaniques encourageantes obtenues pour le mélange  $30C_3.20ML_f.T_1$  ont motivé la réalisation d'une série supplémentaire de mortiers. Les mélanges présentés ici ont des teneurs en ciment et métakaolin davantage réduites pour une réduction supplémentaire de l'empreinte carbone du matériau. Aussi, des mélanges ternaires à base de ciment et des deux additions calcaires L et  $L_f$  ont été testés. Une réduction plus importante de la teneur en eau (E/L de 0,25) a été appliquée et permise par l'utilisation de l'addition  $L_f$ . Deux traitements thermiques constituent également des leviers d'amélioration des propriétés mécaniques. Le second traitement thermique comprend un palier de 7 heures à une température de 50 °C. Les essais mécaniques après traitement thermique ont tous été réalisés à 8 heures afin de comparer les mortiers aux mêmes échéances. La comparaison des résultats obtenus à la suite de  $T_1$  et de  $T_2$  permet également de déterminer lequel des paramètres, durée ou température, est à privilégier. Les résultats de résistances à la compression obtenus pour ces mortiers sont présentés à la figure 2.37.

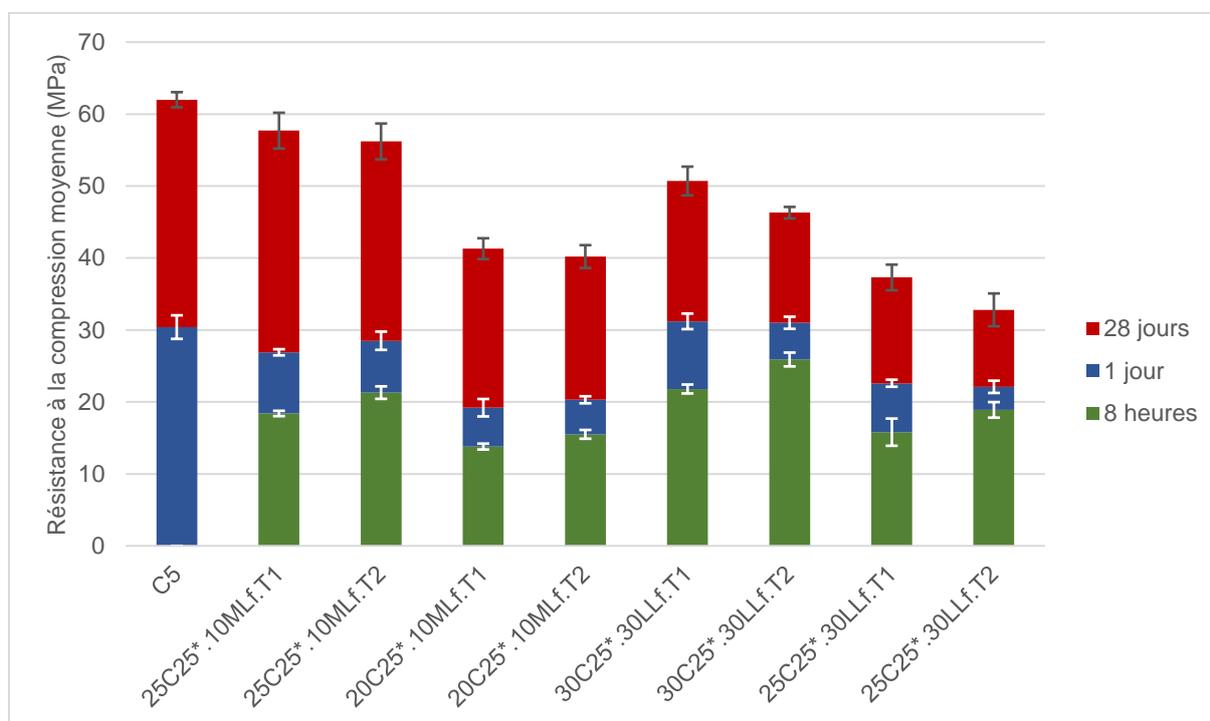


Figure 2.37 Résistances moyennes à la compression des mortiers à très faible teneur en espèces réactives, E/L de 0,25 et différents traitements thermiques

Au jeune âge, par la combinaison des deux leviers étudiés, tous les mortiers dépassent le seuil de 14 MPa en compression. Les mélanges de types  $25C_{25}^*.10ML_f.T_x$  et  $30C_{25}^*.30LL_f.T_x$  atteignent des résistances proches de celle de  $C_5$  à 24 heures. La réduction de la teneur en eau apparaît encore une fois comme un moyen très efficace d'améliorer les propriétés mécaniques au jeune âge malgré la très faible teneur en espèces réactives. Le traitement thermique  $T_2$  (50 °C pendant 7 heures) est plus efficace au jeune âge que  $T_1$  (40 °C pendant 8 heures). Une température plus élevée permet une augmentation non négligeable des résistances obtenues à 8 heures, malgré une durée moins longue. Cependant, dès 24 heures, les résultats sont comparables entre  $T_1$  et  $T_2$ .

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

En fonction des résistances attendues pour la manutention et des contraintes liées aux cadences de production, il peut donc être soit judicieux d'allonger la durée de traitement à une température plus faible, soit de faire le choix d'un traitement plus court à une température plus élevée. Cependant, choisir une température élevée peut entraîner des impacts environnementaux et économiques supplémentaires ainsi que des risques vis-à-vis de la durabilité du béton (modification de la porosité, formation d'étringite différée au-delà de 65 °C, entre autres).

À 28 jours, les résistances atteintes par les mélanges de types  $25C_{25}^* .10ML_f.T_x$  et  $30C_{25}^* .30LL_f.T_x$  sont proches de la référence. Les autres types de mélange présentent des résistances plus faibles mais qui peuvent être suffisantes pour certaines applications en béton. Il est à noter que l'augmentation de la température de traitement thermique entraîne une réduction plus importante des résistances mécaniques à 28 jours. Ce phénomène est également à prendre en compte lors de la mise au point du cycle de traitement thermique.

Des solutions à très faibles teneurs en espèces réactives semblent donc potentiellement viables pour une application aux produits préfabriqués. Cependant, il sera vu à l'échelle du béton qu'une telle réduction de la teneur en eau entraîne des problématiques de mise en place non négligeables. Aussi, il sera vu au sein du paragraphe suivant qu'il semble exister un seuil de substitution du ciment. Au-delà de ce seuil, toute réduction supplémentaire de la teneur en ciment semble ne pas apporter une réduction significative du ratio résistance/empreinte carbone.

### 2.6. Empreinte carbone

Afin de comparer les différents mortiers en termes de performances technico-environnementales, il est possible de calculer des « ratios carbone » ou « coûts carbone ». Ils correspondent à l'empreinte carbone totale par  $m^3$  de matériau (traitement thermique compris) associée à un critère de performance (résistance à la compression, durabilité ou autre). Ce type de ratio a été présenté par Daminelli et al [171] et permet de comparer différents matériaux en termes de performance et d'empreinte carbone. En traçant le ratio carbone en fonction de l'empreinte carbone totale, il est possible d'identifier rapidement les solutions les plus pertinentes par rapport aux objectifs fixés. En faisant également apparaître des isocourbes de résistances à la compression, deux solutions de résistances similaires peuvent être comparées vis-à-vis de leurs performances environnementales.

L'ensemble des mortiers réalisés lors de cette étude préliminaire a été placé sur ce type de graphique, aux échéances de 24 heures et 28 jours (figures 2.38 et 2.39). Un point plein correspond à un mortier ayant subi un traitement thermique. Une flèche reliant deux points décrit l'effet du traitement thermique pour une même formulation de mortier. Vis-à-vis des objectifs de l'étude, les solutions les plus pertinentes se trouvent en bas et à gauche du graphique.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

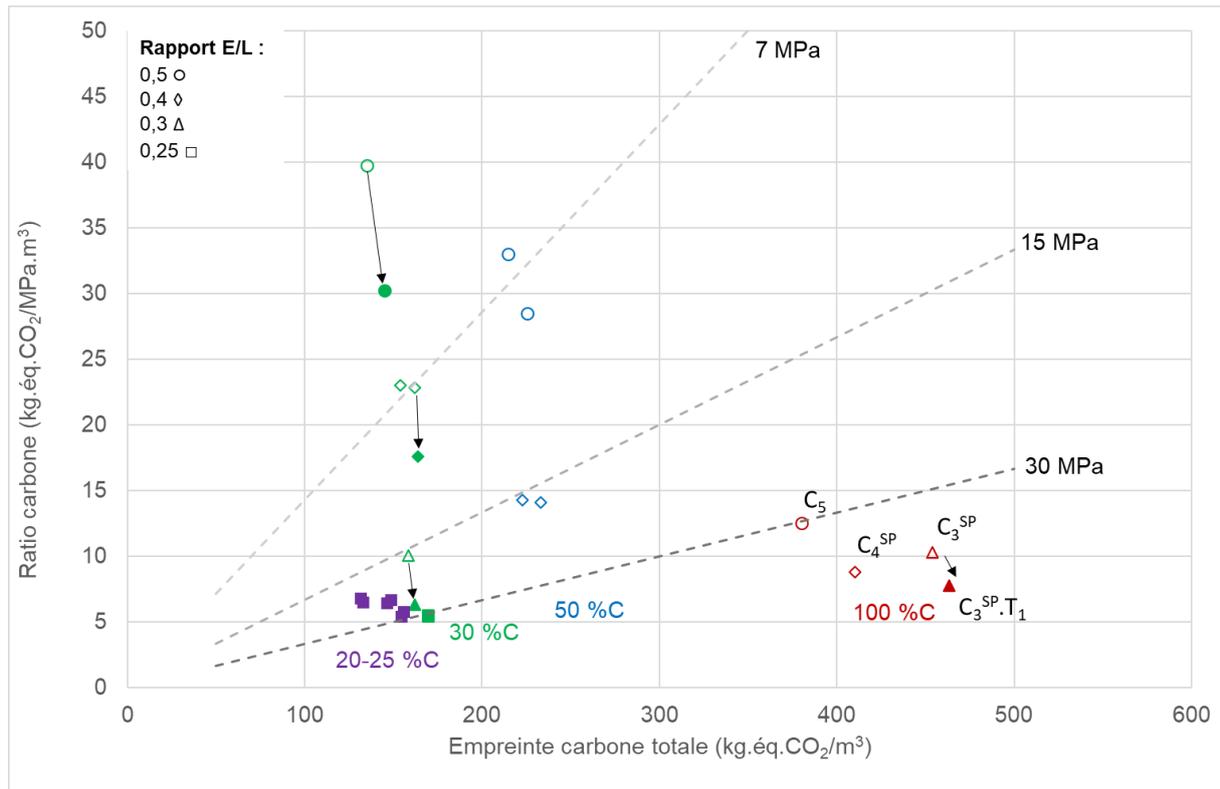


Figure 2.38 Ratios carbonés calculés pour les mortiers de l'étude préliminaire à 24 heures

Plus la teneur en ciment diminue au sein du mélange et plus les points se déplacent vers la gauche du graphique. En effet, en remplaçant le ciment Portland par des constituants de moindre empreinte carbone, celle du mélange diminue. Pour un même rapport E/L, plus la teneur en ciment diminue et plus les points se déplacent vers la partie haute à gauche du graphique, représentant l'effet de dilution.

Afin de décrire l'effet des différents leviers étudiés sur ce graphique, ces derniers ont été appliqués à la référence. Il peut être observé que la réduction progressive de la teneur en eau déplace les points vers le bas, à droite du graphique. Cette réduction entraîne une augmentation importante des résistances mécaniques, excepté pour  $C_3^*$  dont la résistance mécanique au jeune âge est inférieure à celle de  $C_4^*$ . Ce dernier constat peut être dû à un effet retardateur du superplastifiant, dont le dosage est élevé pour  $C_3^*$ . Concernant l'empreinte carbone, celle-ci augmente avec la réduction de la teneur en eau car elle est rapportée à 1 m<sup>3</sup> de mortier. En effet, la proportion volumique d'eau étant diminuée, le volume perdu est compensé par des proportions volumiques en éléments solides plus importantes. Pour un même liant, la réduction de la teneur en eau entraîne donc automatiquement une augmentation de l'empreinte carbone totale du matériau. Ce type de traitement permet d'augmenter les résistances mécaniques au jeune âge, ce qui réduit le ratio carbone, mais représente également des émissions de CO<sub>2</sub> légèrement plus importantes.

Lorsque la teneur en ciment dans le mélange diminue, l'augmentation de l'empreinte carbone totale du fait de la réduction de la teneur en eau semble être amoindrie. L'effet conséquent de la réduction de la teneur en eau sur les résistances mécaniques et sur le ratio carbone peut être observé. La légère augmentation d'empreinte carbone totale liée à la réduction de la quantité d'eau est négligeable par rapport à la diminution d'empreinte liée à la substitution du ciment. Aussi, pour tous les rapport E/L, l'application du traitement thermique semble provoquer une réduction d'environ 25 % du ratio carbone à cette échéance (par rapport au mélange sans traitement thermique).

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Le regroupement des points relatifs aux mortiers dont le E/L est de 0,25 fait apparaître la limite de la démarche. Réduire davantage la teneur en ciment par rapport à  $30C_3.20ML_f.T_1$  apporte une faible réduction de l'empreinte carbone pour une faible augmentation des résistances mécaniques malgré la réduction supplémentaire de la teneur en eau. Bien que répondant au cahier des charges, les solutions dont le E/L est de 0,25 ne sont donc pas les plus pertinentes par rapport à l'objectif de l'étude.

Plusieurs problématiques pourraient en effet être rencontrées à l'échelle du béton. En premier lieu, la très faible teneur en eau risque d'entraîner des complications en termes de mise en œuvre : viscosité élevée, sensibilité à l'eau des formules. Aussi, en contexte industriel et en fonction des conditions climatiques, la teneur en eau des granulats utilisés peut être non négligeable. Pour des formulations à faible E/L, il est possible que ce rapport soit déjà atteint voire dépassé du fait seulement de l'eau apportée par les granulats. Ensuite, du point de vue de la durabilité, la très faible teneur en espèces réactives, notamment en ciment Portland, peut favoriser une sensibilité accrue à la carbonatation.

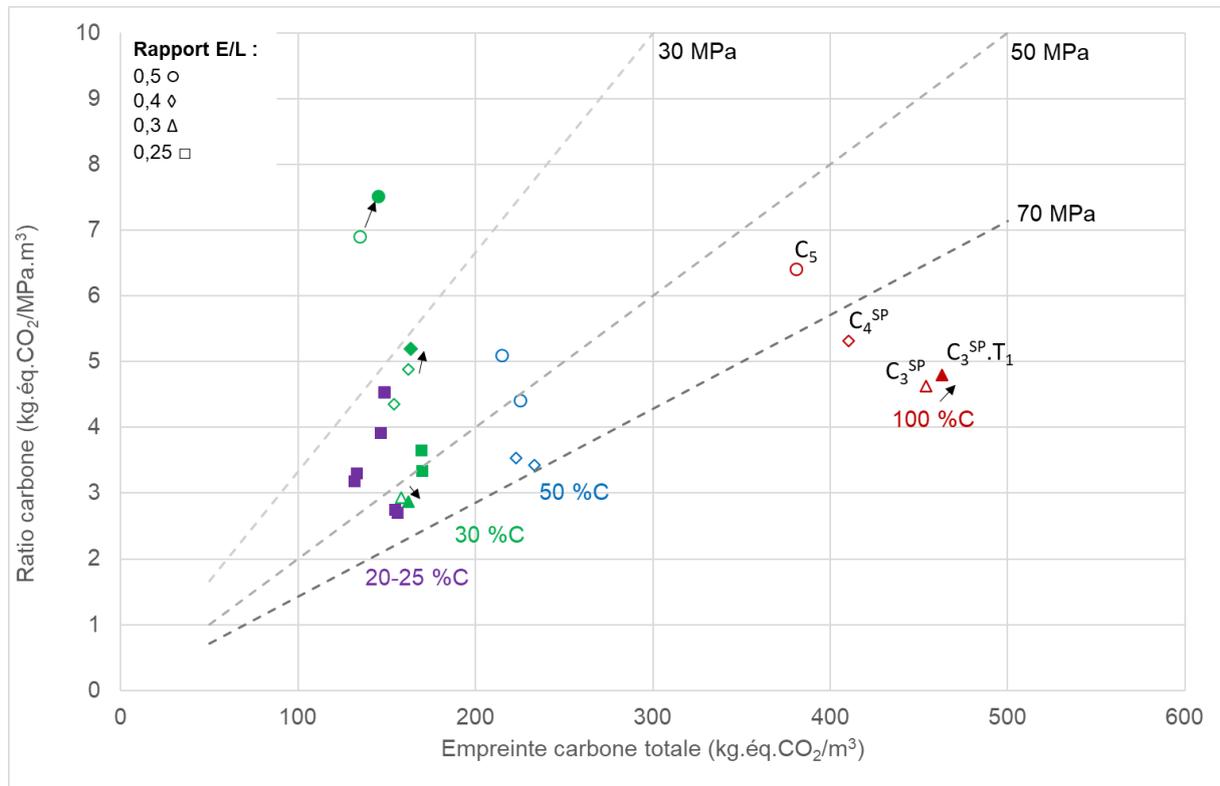


Figure 2.39 Ratios carbone calculés pour les mortiers de l'étude préliminaire à 28 jours.

À 28 jours, les constats sont globalement similaires, certains points diffèrent cependant. Tout d'abord, les mortiers dont le E/L est de 0,25 apparaissent moins pertinents qu'au jeune âge en termes de ratio carbone et de résistance à la compression moyenne. Aussi, la diminution de résistance provoquée par l'application d'un traitement thermique apparaît ici comme un déplacement vers le haut, à droite du graphique.

Par rapport à la référence C<sub>5</sub>, la solution à empreinte carbone réduite qui paraît la plus pertinente est  $30C_3.20ML_f.T_1$ . Cette solution respecte le cahier des charges en termes de rhéologie (étalement similaire sans adjuvant), de résistance au jeune âge (supérieure à 14 MPa) et de résistance à 28 jours (56,5 MPa contre 62 MPa pour C<sub>5</sub>). Du fait de ce résultat, il a été décidé par la suite d'appliquer cette solution à l'échelle du béton. L'objectif étant de valider ou non les propriétés mécaniques, rhéologiques et de durabilité obtenues. Les mélanges à base de ciment et de deux additions calcaires

étant moins performants mais ayant malgré tout du potentiel, il a été également décidé d'ajuster une formule liante de ce type à l'échelle du béton.

### 3. Conclusion partielle

L'étude préliminaire sur mortiers a permis d'identifier plusieurs solutions pertinentes, dont la composition 30C<sub>3</sub>.20ML<sub>f</sub>.T<sub>1</sub> pour une application à l'échelle du béton. Par l'application d'une forte réduction de la teneur en eau et d'un traitement thermique, elle respecte en effet le cahier des charges établi.

L'addition calcaire L<sub>f</sub> permet de réduire le rapport E/L jusqu'à une valeur de 0,3 sans nécessiter l'utilisation d'un superplastifiant. Ce type d'addition présente donc un potentiel non négligeable pour la formulation de liants à très faible teneur en clinker et utilisant du métakaolin.

Les liants constitués d'un mélange de deux additions calcaires en substitution du ciment peuvent également présenter un intérêt pour la réduction de l'empreinte carbone du béton. Ils présentent cependant des résistances mécaniques inférieures du fait d'un effet de dilution important et l'absence de réaction pouzzolanique. Pour une application à l'échelle du béton, il est donc nécessaire d'augmenter la teneur en ciment de ces mélanges.

Les solutions développées dans cette étude préliminaire ont des compositions liantes qui semblent peu étudiées dans la littérature. Leur particularité est notamment qu'au moins 50 % du liant est constitué d'une addition calcaire inerte. Dans une tentative d'expliquer les performances observées aux états frais et durcis, une étude microstructurale sur pâtes cimentaires a été réalisée.

## 4. Étude de la microstructure sur pâte

### 4.1. Démarche/plan d'expérience

Il a été décidé d'étudier deux liants ternaires en vue d'une application à l'échelle du béton :

- 30 % CEM I 52,5 R + 20 % Mk + 50 % L<sub>f</sub> (E/L = 0,3) ;
- 35 % CEM I 52,5 R + 35 % L + 30 % L<sub>f</sub> (E/L = 0,3).

Certaines des propriétés obtenues pour ces deux solutions sont comparées à celles d'une référence à base de 80 % de CEM I 52,5 R et 20 % d'addition calcaire L.

Dans un premier temps, des essais de demande en eau ont été réalisés sur les différentes poudres ainsi que sur des mélanges afin d'évaluer l'impact de chacune d'entre elles sur les propriétés à l'état frais. Des essais de calorimétrie ont été réalisés pour les deux liants ternaires afin de comparer leur réactivité lors des premières heures d'hydratation.

Ensuite, des pâtes cimentaires à base des deux liants ternaires ont été fabriquées. Différents types d'éprouvettes ont été confectionnés afin d'étudier leur microstructure à différentes échéances. Pour la confection de ces pâtes, un E/L de 0,3 a été fixé et aucun traitement thermique n'a été appliqué. Les différents essais et types d'éprouvettes réalisés sont récapitulés au sein du tableau 2.6.

| Essai                       | Éprouvettes        | Nombre d'éprouvettes | Échéances                      |
|-----------------------------|--------------------|----------------------|--------------------------------|
| Porosité à l'eau            | Cubes 2 x 2 x 2 cm | 2                    | 2 jours<br>7 jours<br>28 jours |
| Porosité au mercure         | Cubes 1 x 1 x 1 cm | 1                    |                                |
| ATD                         | Cylindres 2 x 6 cm | 1                    |                                |
| Résistance à la compression | Cubes 4 x 4 x 4 cm | 3                    |                                |

Tableau 2.6 Essais réalisés lors de l'étude sur pâtes cimentaires

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Les cubes de dimensions 2 x 2 x 2 cm et les cylindres 2 x 6 cm ont été obtenus par le coulage des pâtes cimentaires dans des moules adaptés. Les cubes de dimensions 1 x 1 x 1 cm ont été découpés dans les cubes 2 x 2 x 2 cm. Pour les mesures d'ATD, des disques de 2 mm d'épaisseur ont été découpés dans les cylindres. Enfin, les cubes 4 x 4 x 4 cm ont été découpés dans des prismes 4 x 4 x 16 cm. Les protocoles de fabrication et stockage des éprouvettes, ainsi que des différents essais sont décrits dans les paragraphes suivants.



Figure 2.40 Éprouvettes de pâtes cimentaires réalisées pour l'étude de la microstructure

### 4.1.1. Confection des éprouvettes

Les pâtes ont été fabriquées à l'aide d'un malaxeur planétaire de capacité 5 litres, en suivant le protocole de malaxage défini par la norme NF EN 196-3 :

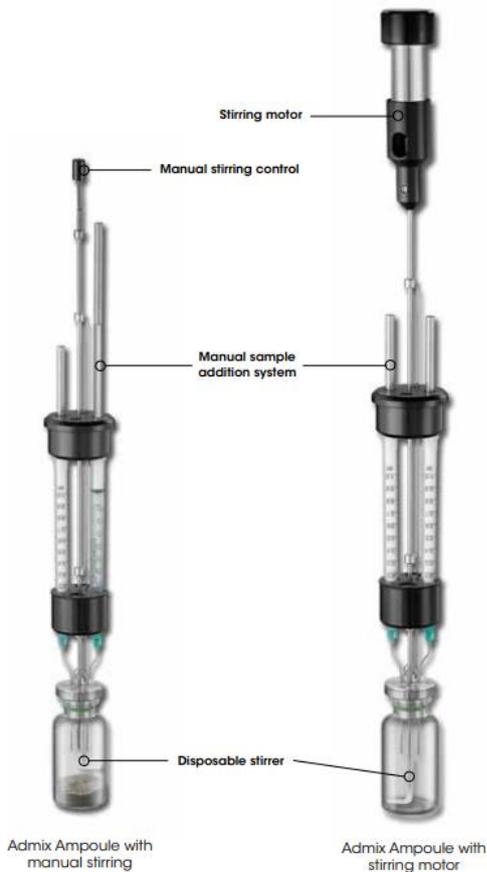
- introduction de l'eau et des poudres puis malaxage à petite vitesse pendant 90 s ;
- arrêt du malaxeur et raclage des parois du bol pendant 30 s ;
- malaxage à petite vitesse pendant 90 s.

Aucun superplastifiant n'a été utilisé, les pâtes étant suffisamment fluides pour être coulées. Les éprouvettes ont été confectionnées dans des moules 4 x 4 x 16 cm adaptés à l'aide de cales pour l'obtention des dimensions adéquates. Les pâtes ont été serrées à l'aide d'une table à secousse. Après leur démoulage à une échéance de deux jours, les éprouvettes ont été stockées dans l'eau dans une salle humide régulée à  $20 \pm 2$  °C. À la date d'échéance d'essai, l'hydratation des pâtes a été stoppée en les immergeant dans une solution d'isopropanol pendant plusieurs jours. Lorsque des découpes ont été nécessaires, celles-ci ont été réalisées à l'aide d'un disque alimenté par une solution d'isopropanol afin de ne pas réhydrater les éprouvettes. Avant la réalisation des essais, les éprouvettes ont été séchées dans une enceinte régulée à 60 °C pendant quelques heures.

### 4.1.2. Essai de demande en eau

Afin de déterminer la demande en eau des différents constituants, des pâtes ont été fabriquées selon les prescriptions de la norme NF EN 196-3. Une masse de 500 g de poudre est mélangée à des quantités d'eau variables jusqu'à atteindre l'état de consistance normalisée. Pour cela, le même malaxeur que pour la conception des éprouvettes a été utilisé. Un moule tronconique est rempli avec la pâte obtenue en veillant à ce qu'elle ne soit ni compactée, ni vibrée. Après avoir arrasé la surface de la pâte, une sonde de Vicat est placée en contact avec cette dernière. En libérant la sonde, celle-ci s'enfonce d'une certaine profondeur au sein de la pâte. L'appareil est équipé d'une graduation indiquant la hauteur entre le fond du moule et la pointe de la sonde. La consistance normalisée est atteinte lorsque cette hauteur vaut  $6 \pm 2$  mm.

### 4.1.3. Calorimétrie



Les mesures de calorimétrie ont été réalisées à l'aide d'un calorimètre TAM Air (TA Instruments) en conditions in situ. Un mélange sec de 3 g de poudres est homogénéisé et introduit dans une ampoule. Cette ampoule est ensuite introduite dans une cellule régulée à 25 °C. Une fois la température au sein de l'ampoule stabilisée, l'enregistrement des données est lancé et l'eau du mélange est introduite à l'aide d'une seringue. L'ensemble est homogénéisé à l'aide d'un mélangeur motorisé. Une ampoule de référence vide, placée dans une autre cellule régulée permet de comparer les variations de température et donc les émissions de chaleur ayant lieu pendant les réactions d'hydratation.

Cet essai permet de suivre et de comparer les cinétiques d'hydratation de différents types de mélanges lors des premières 24 heures d'hydratation.

Figure 2.41 Montage expérimental pour la réalisation de l'essai de calorimétrie [172]

### 4.1.4. Porosité à l'eau

La porosité à l'eau des pâtes a été mesurée selon les prescriptions de la norme NF P18-459 [173]. Des cubes de dimensions 2 x 2 x 2 cm sont d'abord placés dans un dessiccateur dans lequel est fait le vide à une pression inférieure à 25 mbar pendant une durée d'au moins  $4 \pm 0,5$  h. De l'eau est alors introduite au sein du dessiccateur afin d'imbiber les éprouvettes en maintenant le vide pendant  $44 \pm 1$  h.

Des pesées hydrostatiques sont réalisées sur ces éprouvettes imbibées afin d'obtenir leur masse dans l'eau  $M_{eau}$ . Les surfaces des éprouvettes sont essuyées à l'aide d'un linge humide et leurs masses dans l'air  $M_{air}$  sont pesées. Enfin, elles sont séchées à  $105 \pm 5$  °C et pesées toutes les 24 heures jusqu'à atteindre une masse constante (les éprouvettes doivent refroidir dans un dessiccateur à  $20 \pm 2$  °C pendant au moins 3 heures avant chaque pesée). La dernière pesée correspond à la masse sèche  $M_{sec}$  des éprouvettes.

La porosité à l'eau est alors obtenue par le calcul suivant :

$$\varepsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} * 100 \quad (\text{Équation 2.21})$$

#### 4.1.5. Porosité au mercure

La porosimétrie au mercure permet d'obtenir des informations sur les dimensions des pores au sein d'un matériau cimentaire. Ces informations permettent notamment d'expliquer les performances d'un matériau vis-à-vis de sa perméabilité aux gaz et aux liquides.

Pour réaliser cette mesure, un échantillon de taille centimétrique (ici, un cube de pâte durcie de 1 cm de côté) est d'abord séché puis introduit dans une cellule. Le vide est réalisé au sein de cette cellule puis du mercure y est injecté. En fonction de la taille des pores rencontrés, une pression plus ou moins élevée doit être appliquée pour permettre la pénétration du mercure. Le principe de l'essai est de mesurer le volume de mercure injecté en fonction de la pression appliquée. À l'aide de l'équation de Laplace-Washburn, il est possible par la suite de convertir la pression mesurée  $P$  en une valeur de diamètre de pore  $D$  [174].

$$D = \frac{-4\gamma\cos\theta}{P} \quad (\text{Équation 2.22})$$

Pour appliquer cette équation, les pores sont considérés comme des cylindres,  $\gamma$  représente la tension de surface du mercure et  $\theta$  l'angle de contact entre le mercure et la paroi.

Une particularité de cet essai, qui peut être source d'erreur, est que la pression appliquée ne fait qu'augmenter graduellement. Prenons le cas de l'enchaînement de pores de rayons  $R_1$ ,  $R_2$  et  $R_3$  avec  $R_1 > R_3 > R_2$  (« effet bouteille d'encre », figure 2.42 [175]).

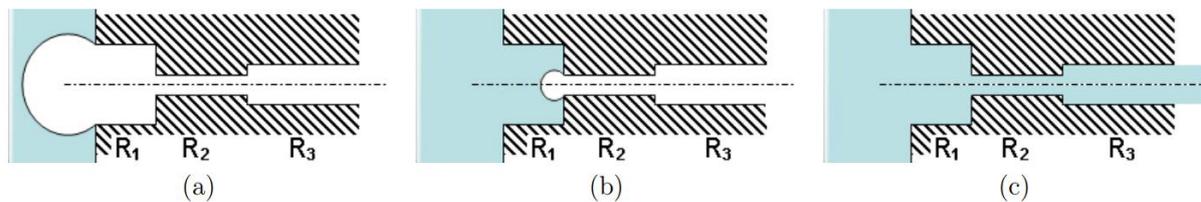


Figure 2.42 Schématisation de l'effet bouteille d'encre lors de la mesure de la porosité au mercure

Dans ce cas, la pression augmente d'abord jusqu'à permettre au mercure de pénétrer le pore de rayon  $R_1$  en surface de l'éprouvette. Le pore de rayon  $R_2$  étant plus petit, la pression augmente graduellement jusqu'à permettre sa pénétration. Le pore de rayon  $R_3$  étant plus grand, la pression n'a pas besoin d'augmenter pour qu'il soit pénétré. Ainsi, le volume du pore de rayon  $R_3$  est enregistré à la même pression que le pore de rayon  $R_2$  et est comptabilisé comme tel. Le volume de pores de rayon  $R_2$  est donc surestimé.

Néanmoins, une information essentielle est tirée de ce phénomène. Le rayon  $R_2$  constitue la « taille critique de pore » qui correspond au seuil de pénétration du mercure au cœur du matériau. En effet, si des pores de tailles plus petites ne sont pas détectés lors de l'essai, cela indique que ces pores en particulier représentent la barrière physique la plus importante du matériau contre la pénétration des gaz et des liquides. Plus la taille critique de pore est réduite et plus la pression et/ou la durée nécessaire à la pénétration sera importante, et donc moins le matériau sera perméable.

#### 4.1.6. Mesures ATD

Les analyses ATD consistent à réaliser une montée en température progressive d'un échantillon et de mesurer les variations de chaleur (réactions exothermiques et endothermiques) intervenant à des températures précises. Ces variations de chaleur sont obtenues en mesurant la température au sein du creuset contenant l'échantillon et en la comparant à celle au sein d'un creuset vide de référence. Les pics exothermiques et endothermiques mesurés correspondent à des réactions bien précises. Selon Sabir et al [176], les réactions principales ayant lieu pour des matériaux cimentaires sont les suivantes :

- 30 – 105 °C : évaporation de l'eau résiduelle et d'une partie de l'eau liée (eau contenue dans les hydrates) et décomposition de l'étringite ;
- 110 – 170 °C : décomposition du gypse (sous la forme d'un double pic endothermique), de l'étringite, évaporation d'une partie de l'eau des carboaluminates et des aluminates hydratés ainsi que du gel de C-S-H ;
- 180 – 350 °C : évaporation du reste de l'eau liée par décomposition des différents hydrates ;
- 500 – 570 °C : déshydroxylation de la portlandite ;
- 700 – 900 °C : décarbonatation du carbonate de calcium et des carboaluminates.

Ces intervalles de températures sont indicatifs car ils peuvent varier en fonction du mélange étudié. Par exemple, Roy et Idorn [177] ont mesuré les variations de teneurs en portlandite de systèmes à base de ciment Portland et de laitier en mesurant un pic endothermique situé à une température de 420-550 °C. À partir des mesures réalisées, il est par la suite possible de calculer le pourcentage massique de portlandite à l'aide de l'équation suivante :

$$\%_{Ca(OH)_2} = \frac{(m_{420^\circ C} - m_{550^\circ C}) M_{Ca(OH)_2}}{m_{550^\circ C} M_{H_2O}} \quad (\text{Équation 2.23})$$

Avec  $m_{420^\circ C}$  la perte de masse mesurée à 420 °C,  $m_{550^\circ C}$  celle à 550 °C et  $M_{Ca(OH)_2}$  et  $M_{H_2O}$  les masses molaires de la portlandite et de l'eau. Pour cette étude, une montée en température de 30 °C à 950 °C a été réalisée à une vitesse de 10 K/min.

#### 4.1.7. Résistances à la compression

Les essais de résistance à la compression ont été réalisés sur les cubes de pâtes de dimensions 4 x 4 x 4 cm en utilisant les mêmes appareils que lors de l'étude préliminaire sur mortiers. Les mêmes conditions d'essais ont également été appliquées.

### 4.2. Résultats et discussions

#### 4.2.1. Demande en eau

Dans un premier temps, les essais de demande en eau ont été réalisés sur le ciment, le métakaolin et les deux additions calcaires seuls. Les masses d'eau nécessaires pour atteindre la consistance normalisée sont récapitulées dans le tableau 2.7 tandis que les mesures réalisées lors des essais sont présentées sur la figure 2.43.

|                         | C   | Mk  | L     | L <sub>f</sub> |
|-------------------------|-----|-----|-------|----------------|
| Masse d'eau ajoutée (g) | 160 | 215 | 124,5 | 92,5           |

Tableau 2.7 Demandes en eau mesurées pour le ciment, le métakaolin et les deux additions calcaires

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

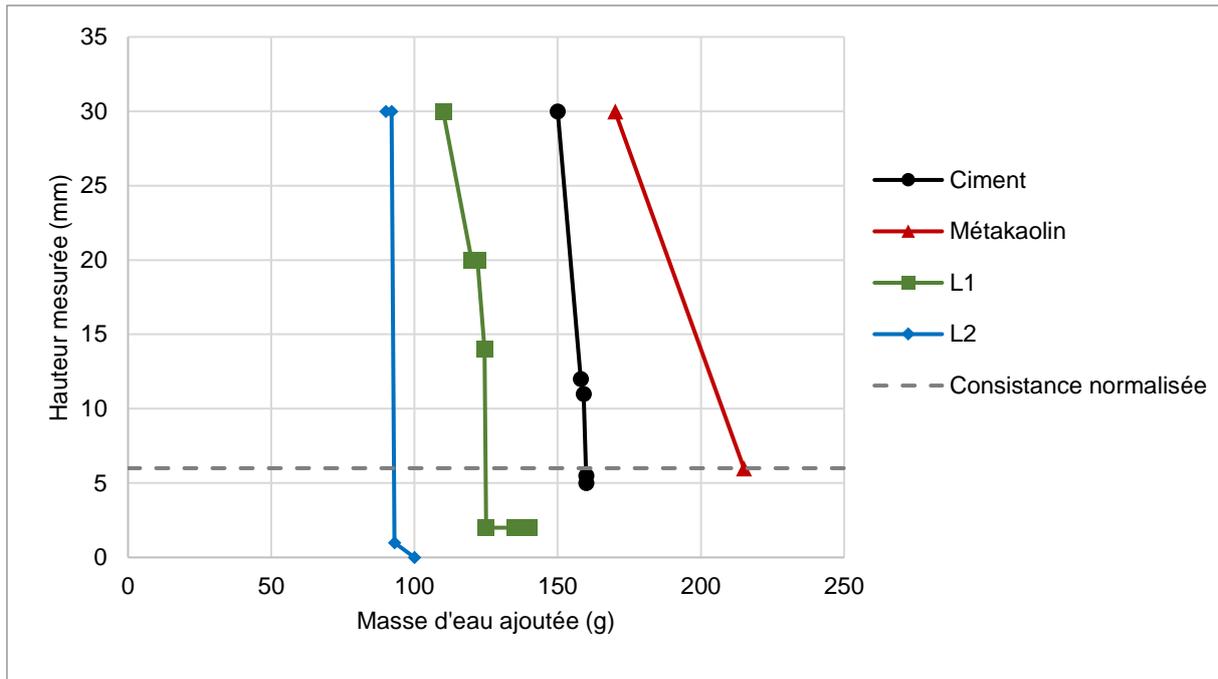


Figure 2.43 Hauteurs mesurées à la sonde de Vicat pour le ciment, le métakaolin et les deux additions calcaires

Il peut être observé que les tendances mesurées sont similaires à celles observées dans la littérature. Le métakaolin présente une demande en eau plus élevée que celle du ciment tandis que les deux additions calcaires sont inférieures. La différence de demande en eau entre les deux additions calcaires est considérable. Les FTP de ces produits indiquent que la surface spécifique de  $L_f$  ( $1\,128\text{ m}^2/\text{g}$ ) est bien supérieure à celle de  $L$  ( $0,546\text{ m}^2/\text{g}$ ). Selon la littérature, une surface spécifique plus élevée induit une demande en eau supérieure. Cependant, la granulométrie de  $L_f$  permet probablement d'atteindre une compacité bien plus élevée de l'empilement sec.

Une autre explication possible à cette tendance est une observation réalisée par Bentz et al [41]. Ils se sont intéressés à la microstructure de la calcite et plus précisément à sa maille unitaire (représentée à la figure 2.44). Lorsqu'une coupe est réalisée dans le plan de clivage de cette maille (plan de faiblesse favorisant la rupture sous contrainte), il peut être observé en surface la présence d'ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{CO}_3^{2-}$ , la rendant neutre. En solution aqueuse, des groupement hydroxyles  $\text{HO}^-$  peuvent se fixer à cette surface par le biais des ions  $\text{Ca}^{2+}$ . La surface se charge alors négativement et les particules solides en solution vont se repousser du fait de répulsions électrostatiques. Les additions calcaires qui présentent cette particularité sont comparables, selon les auteurs, à des superplastifiants à base de polycarboxylates et peuvent être qualifiées de « plastifiants minéraux ». Ce type d'addition calcaire peut donc représenter un réel avantage lorsqu'une réduction importante de la teneur en eau est requise.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

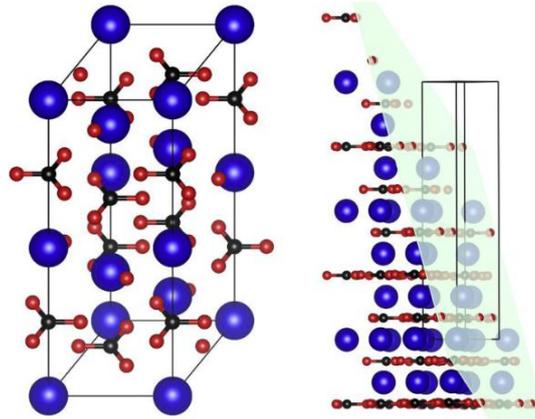


Figure 2.44 Maille unitaire et plan de clivage de la calcite. (Ca en bleu, C en noir et O en rouge)

Des essais de demande en eau ont également été réalisés sur des mélanges de poudres. Les valeurs mesurées sont récapitulées au tableau 2.8 et les mesures sont représentées sur la figure 2.45. À titre de comparaison, la demande en eau moyenne a été calculée en fonction des proportions volumiques des poudres au sein du mélange sec.

|                                     | 100 % C | 80 % C<br>+ 20 % L | 30 % C<br>+ 20 % MK<br>+ 50 % L <sub>f</sub> | 50 % C<br>+ 50 % L | 50 % C<br>+ 50 % L <sub>f</sub> | 30 % C<br>+ 20 % MK<br>+ 50 % L | 35 % C<br>+ 35 % L<br>+ 30 % L <sub>f</sub> |
|-------------------------------------|---------|--------------------|--|--------------------|---------------------------------|---------------------------------|---|
| Masse d'eau ajoutée (g)             | 160     | 163                | 123  | 145                | 118,5                           | -                               | -   |
| Demande en eau moyenne calculée (g) | 160     | 152,1              | 137,2  | 141                | 124                             | 153,5                           | 108,3                                       |

Tableau 2.8 Demandes en eau mesurées et calculées pour les mélanges de poudres

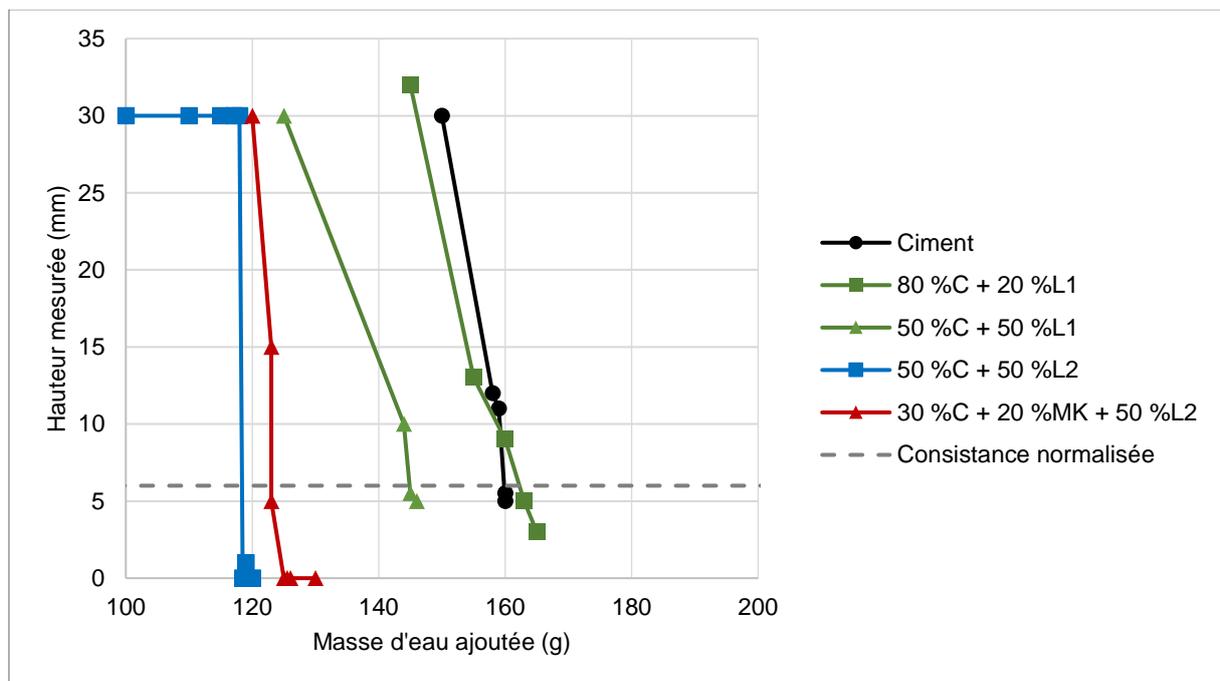


Figure 2.45 Hauteurs mesurées à la sonde de Vicat pour les mélanges de poudres réalisés

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Il peut être observé que la substitution du ciment par 20 % d'addition calcaire L provoque une augmentation de la demande en eau par rapport au ciment seul. Il est possible que, pour ces teneurs massiques, la compacité du mélange sec soit réduite et que la quantité d'eau requise à sa mobilisation soit plus importante. Les différentes influences exercées par L et  $L_f$  peuvent être observées pour les mélanges à base de 50 % de ciment. Dans ces proportions, les deux additions permettent de réduire la demande en eau de l'ensemble,  $L_f$  étant beaucoup plus efficace que L.

Le mélange à base de métakaolin présente une demande en eau inférieure à celle du mélange de référence et du ciment seul mais supérieure à celle du mélange 50 %C + 50 % $L_f$ . Le pouvoir fluidifiant de  $L_f$  permet donc dans ces proportions de réduire fortement la demande en eau du mélange et de compenser celle du métakaolin.

La comparaison entre valeurs mesurées et calculées montre qu'il est possible d'estimer grossièrement la demande en eau du mélange à partir des résultats observés sur les constituants purs. Ces calculs sont bien entendu imprécis car la compacité du mélange influence également sa demande en eau. Il peut être estimé cependant que si le mélange à base de métakaolin était réalisé avec L au lieu de  $L_f$ , sa demande en eau serait proche de celle du ciment pur. Ceci montre le caractère essentiel de  $L_f$  dans la mise au point des solutions bas carbone présentée. Sans cette addition, des difficultés rhéologiques conséquentes seraient observées, liées à la réduction de la teneur en eau et l'utilisation du métakaolin.

L'addition calcaire  $L_f$  peut effectivement s'apparenter à l'ajout d'un superplastifiant solide. Le potentiel de réduction d'eau qu'offre cette addition peut faciliter la réduction de la teneur en ciment du mélange. L'influence néfaste de l'effet de dilution sur les résistances mécaniques peut ainsi être plus facilement compensé.

### 4.2.2. Calorimétrie

Les figures 2.46 et 2.47 présentent les émissions de chaleur dégagée au cours du temps et par rapport à la masse totale de l'échantillon. La chaleur dégagée par le mélange à base de métakaolin est supérieure dès les premières heures d'hydratation. Pourtant sa teneur en ciment Portland est inférieure à celle du mélange à base d'additions calcaires. Il est possible que le métakaolin, du fait de sa finesse, ait un effet accélérateur des réactions d'hydratation du ciment. Cependant, il peut être observé sur la figure 2.47 que la phase d'accélération du mélange à base d'addition calcaire débute légèrement plus tôt. Cet effet accélérateur aurait donc un effet mineur sur le dégagement de chaleur observé.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

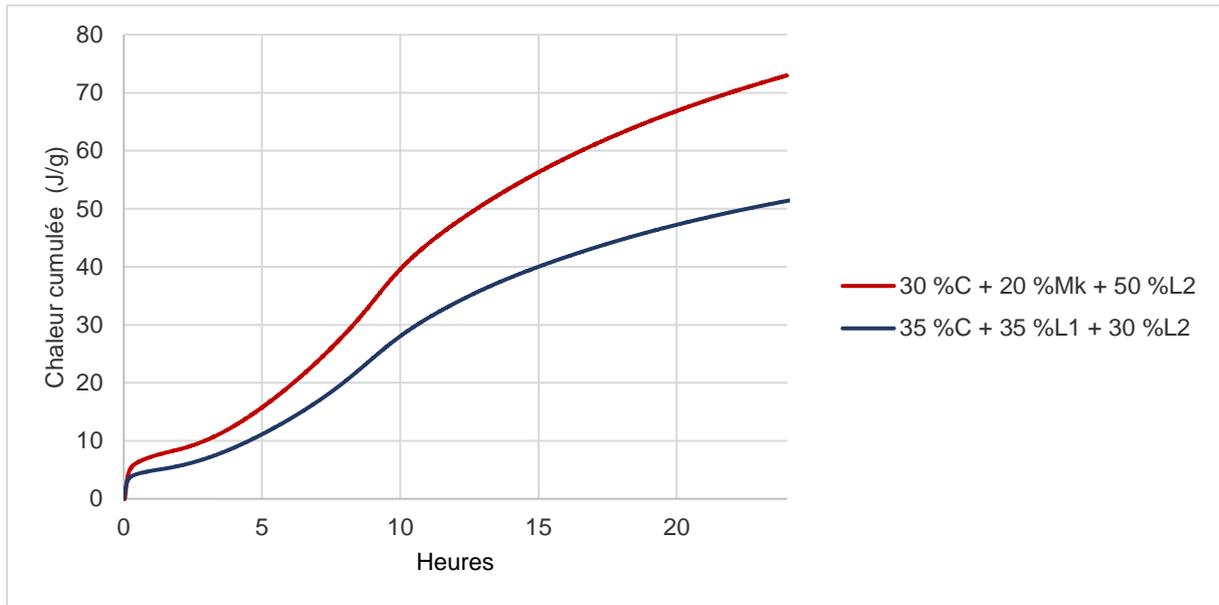


Figure 2.46 Mesures de chaleur cumulée pour les deux mélanges réalisés

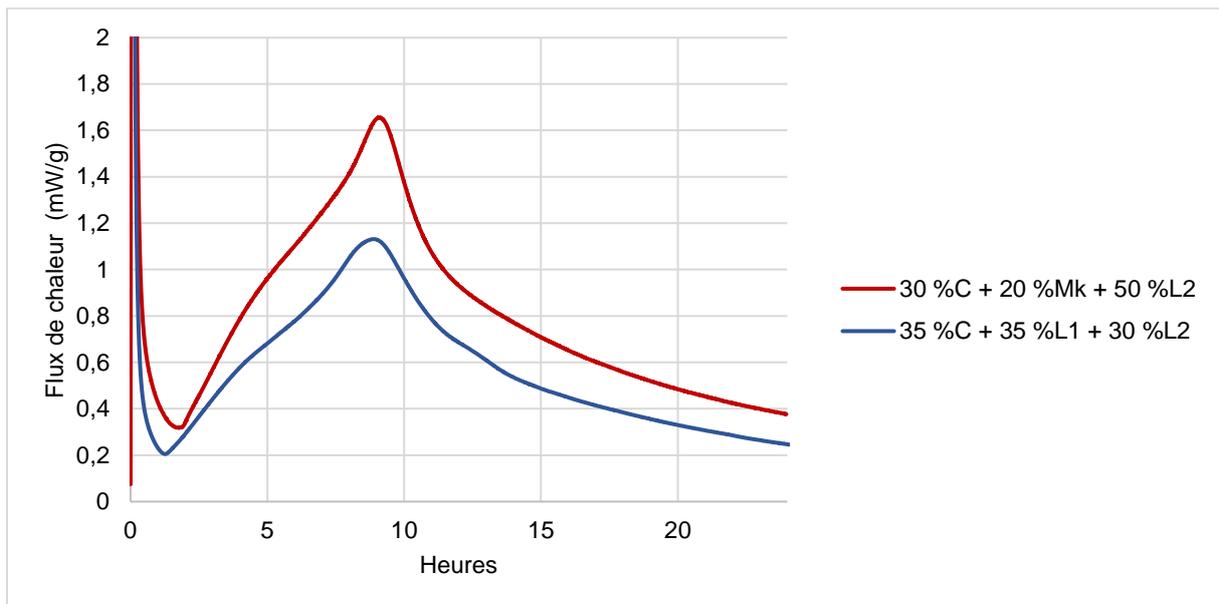


Figure 2.47 Flux de chaleurs mesurés pour les deux mélanges réalisés

La plus grande quantité de chaleur mesurée serait donc plutôt liée à une réactivité précoce du métakaolin. En accord avec les observations de Avet et al [151] (par des mesures de chaleur d'hydratation et de teneur en portlandite), la réaction pouzzolanique du métakaolin semble intervenir dès les premières heures d'hydratation. Cette réactivité accrue à moins de 24 heures peut être bénéfique pour le développement des résistances au jeune âge. L'utilisation du métakaolin au sein de systèmes à faible teneur en ciment présente donc un réel avantage par rapport aux systèmes uniquement à base d'additions calcaires. En revanche, un dégagement de chaleur plus important lors des premières heures de la prise peut également entraîner un raidissement précoce du matériau à l'état frais. L'utilisation du métakaolin entraîne des difficultés rhéologiques liées à sa demande en eau lors du malaxage. Sa réactivité précoce peut aussi apporter une problématique de maintien de la maniabilité à l'état frais (réduction progressive des propriétés d'écoulement).

## 4.2.3. Porosité à l'eau

Les mesures de porosité à l'eau réalisées sur les deux mélanges sont récapitulées à la figure 2.48.

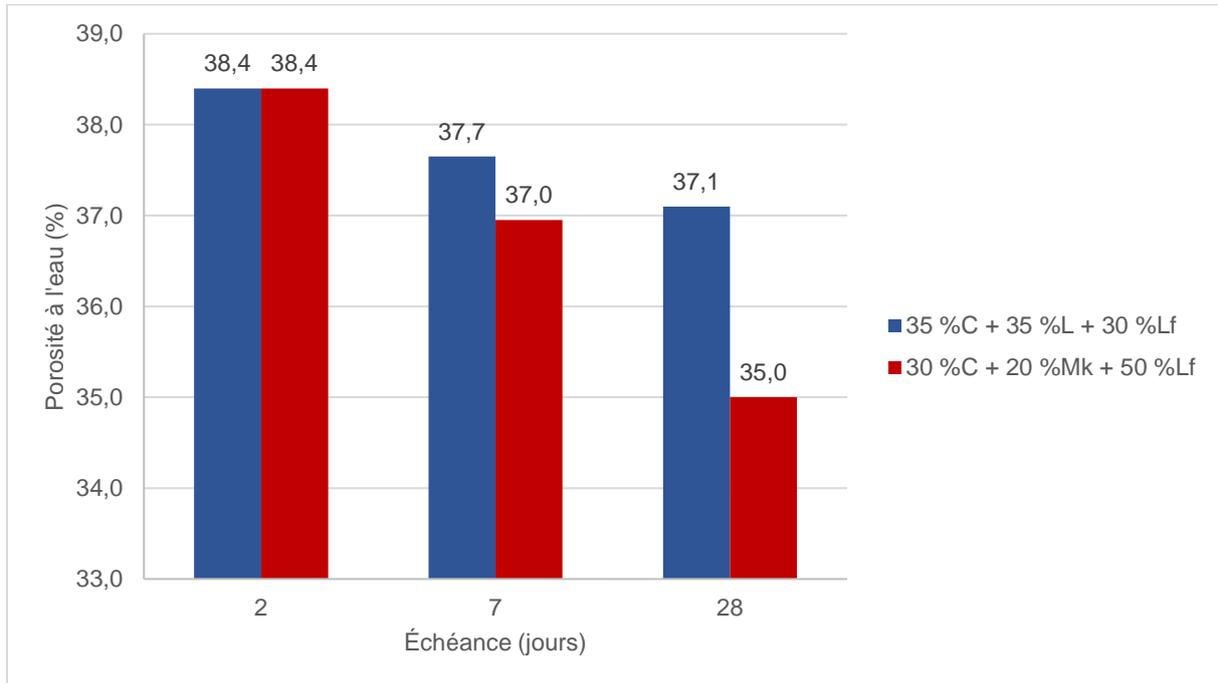


Figure 2.48 Porosités à l'eau mesurées de 2 à 28 jours pour les mélanges réalisés

Tandis que les deux mélanges présentent des porosités identiques à 2 jours, la porosité du liant à base de métakaolin diminue de façon plus marquée au cours du temps. Les différences d'évolutions constatées entre 2 et 7 jours puis entre 7 et 28 jours établissent l'influence de la réaction pouzzolanique sur la microstructure.

Entre 7 et 28 jours, la porosité mesurée pour le liant à base d'additions calcaires n'évolue plus de manière significative. L'hydratation du ciment se produirait donc majoritairement jusqu'à 7 jours. Pour ce mélange, le rapport E/L a été défini à 0,3 pour un rapport E/C de 0,86. Les additions calcaires étant inertes, la quantité d'eau disponible pour l'hydratation du clinker est très élevée. Pour saturer en ions cette quantité d'eau et provoquer la précipitation des hydrates, chaque grain de clinker doit s'hydrater plus que pour un mélange à base de ciment seul et à teneur en eau équivalente. Au cours des cycles de dissolution et de précipitation, les grains de clinker se couvrent d'une couche d'hydrates de plus en plus épaisse. La dissolution du clinker et la concentration de la solution interstitielle en espèces ioniques se fait alors par un phénomène de diffusion. Ce phénomène a tendance à ralentir voire à stopper les réactions d'hydratation. Ainsi, pour ce mélange ternaire, il peut être supposé que le mélange atteint rapidement un état pour lequel : soit la quantité de clinker solide n'est plus suffisante pour saturer la solution interstitielle en espèces ioniques lors de son hydratation, soit une couche trop épaisse d'hydrates se forme et inhibe cette hydratation.

Le métakaolin participe par sa réactivité à la saturation en ions de la solution. Comme observé par Avet et al [151] la réaction pouzzolanique favorise donc l'atteinte d'un degré d'hydratation du clinker plus élevé et la poursuite des réactions au cours du temps.

Aussi, il peut être considéré que la demande en eau d'un mélange dépend en partie de la compacité du mélange sec. Les deux mélanges ternaires sont équivalents en termes de masses de liant total et d'eau d'ajout. En considérant les valeurs calculées au sein du tableau 2.8, il peut être supposé qu'à teneur en eau constante, le mélange à base d'additions calcaires contient une quantité supérieure

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

d'eau libre. Ainsi, les particules solides en suspension sont plus éloignées les unes des autres pour ce mélange. L'espace interparticulaire à combler par la formation des hydrates est plus volumineux. Pour le mélange à base de métakaolin, les grains solides sont initialement plus proches les uns des autres. Avec l'action supplémentaire de la réaction pouzzolanique, la porosité capillaire du mélange est ainsi réduite.

### 4.2.4. Porosité au mercure

La figure 2.49 présente les volumes cumulés d'intrusion au mercure. La figure 2.50 présente quant à elle les distributions volumiques de tailles de pores aux différentes échéances d'essais.

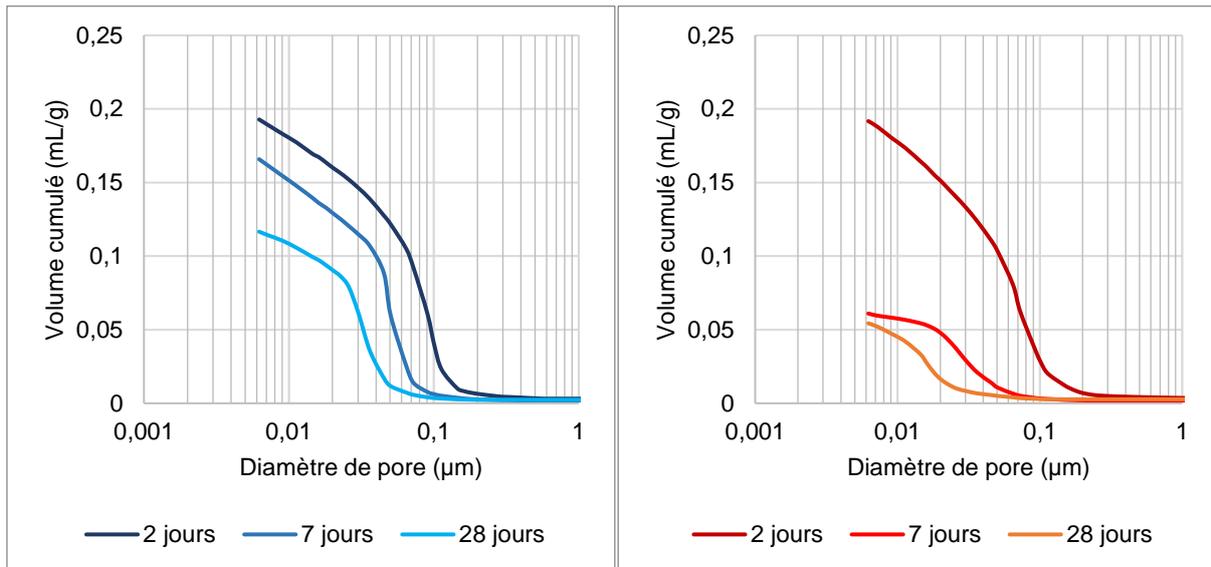


Figure 2.49 Porosités au mercure cumulées. À gauche pour la pâte à base d'additions calcaires. À droite pour celle à base de métakaolin

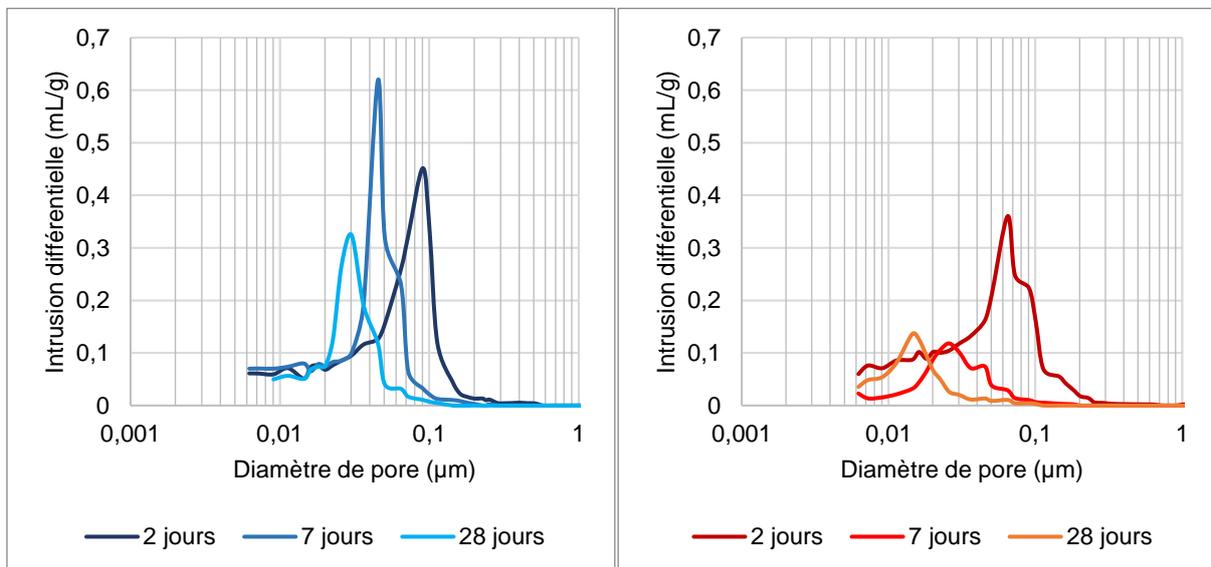


Figure 2.50 Distribution des tailles de pores mesurées par porosité au mercure. À gauche pour la pâte à base d'additions calcaires. À droite pour celle à base de métakaolin

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Pour les deux mélanges, il peut être observé globalement qu'au cours de l'hydratation, le volume total de pores mesuré diminue. La taille des pores est également affinée au cours du temps, comme le montre le décalage progressif des pics observés vers la gauche des graphiques. Dès 2 jours, il peut être observé que la porosité du mélange à base de métakaolin est affinée, ce qui confirme encore une fois sa réactivité précoce.

De même que pour la porosité à l'eau, la réduction progressive de la porosité est liée à la formation des hydrates. Les deux pâtes présentent des volumes totaux de pores similaires au jeune âge. À cette échéance, la pâte à base de métakaolin présente une distribution de tailles de pores plus étendue que la pâte à base d'additions calcaires. Dès 7 jours, le volume de pores de la pâte constituée de métakaolin diminue et la taille de ces pores est réduite. Entre 7 jours et 28 jours, le volume de pores cumulé évolue peu mais le réseau de pores continue à s'affiner (la taille critique de pore passant de 25 nm à environ 15 nm). Pour la pâte à base d'additions calcaires, la taille critique de pores à 28 jours est d'environ 30 nm.

La réaction pouzzolanique du métakaolin permet donc un affinement et une segmentation conséquents de la porosité. Pour les mélanges à teneur en ciment réduite, le métakaolin présente donc un réel avantage vis-à-vis des propriétés de perméabilité et de transfert. Il peut être supposé que, malgré la faible teneur en ciment, le système à base de métakaolin permettra d'atteindre de meilleures performances de durabilité que celui à base d'additions calcaires.

### 4.2.5. Mesures ATD

Les courbes obtenues par mesures ATD sont présentées aux figures 2.51 et 2.52. Les pics principaux observables se situent entre 50 et 200 °C, puis autour de 440 °C et enfin entre 700 et 850 °C. Selon la littérature, ces intervalles de températures correspondent respectivement à la décomposition de l'étringite, des C S H ainsi que des phases aluminates de calcium hydratées, puis de la portlandite et enfin de la calcite. Les différences d'intensités des pics endothermiques mesurés aux différentes échéances d'essais permettent d'évaluer l'évolution de la microstructure de la pâte.

Les deux pâtes étant majoritairement constituées d'additions calcaires, les pics observés relatifs à la calcite sont les plus imposants. Les variations mesurées aux différentes échéances pour ce pic sont anecdotiques. Les principales conclusions peuvent davantage être tirées de l'analyse des autres pics.

À 2 jours d'hydratation, les pics mesurés entre 50 et 200 °C sont similaires pour le mélange à base d'additions calcaires et pour le métakaolin. Concernant le pic lié à la portlandite, celui observé pour le mélange à base de métakaolin est de moindre amplitude. Ceci peut s'expliquer d'une part par la teneur en ciment plus importante du premier par rapport au second et d'autre part par la réaction pouzzolanique précoce du métakaolin.

Entre 2 et 7 jours, l'évolution de l'amplitude des pics mesurés est plus marquée pour le mélange à base de métakaolin que pour le mélange à base d'additions calcaires. Il apparaît nettement pour le premier qu'une partie de la portlandite a été consommée et que des hydrates supplémentaires ont été formés. Pour le second, l'évolution des pics est presque négligeable.

Enfin, à 28 jours, la totalité de la portlandite a été consommée pour le mélange à base de métakaolin, provoquant la formation d'une quantité supplémentaire d'hydrates. Pour le mélange à base d'additions calcaires, l'évolution est à nouveau négligeable.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

À la différence des pouzzolanes habituelles dont la réaction est tardive, le métakaolin utilisé présente une réactivité accrue au jeune âge. Il présente donc un réel intérêt pour le développement de solutions liantes à faible teneur en clinker car permet de compenser fortement l'effet de dilution avant 28 jours. Cependant, la consommation de la totalité de la portlandite peut représenter un risque vis-à-vis des performances du matériau face à la carbonatation.

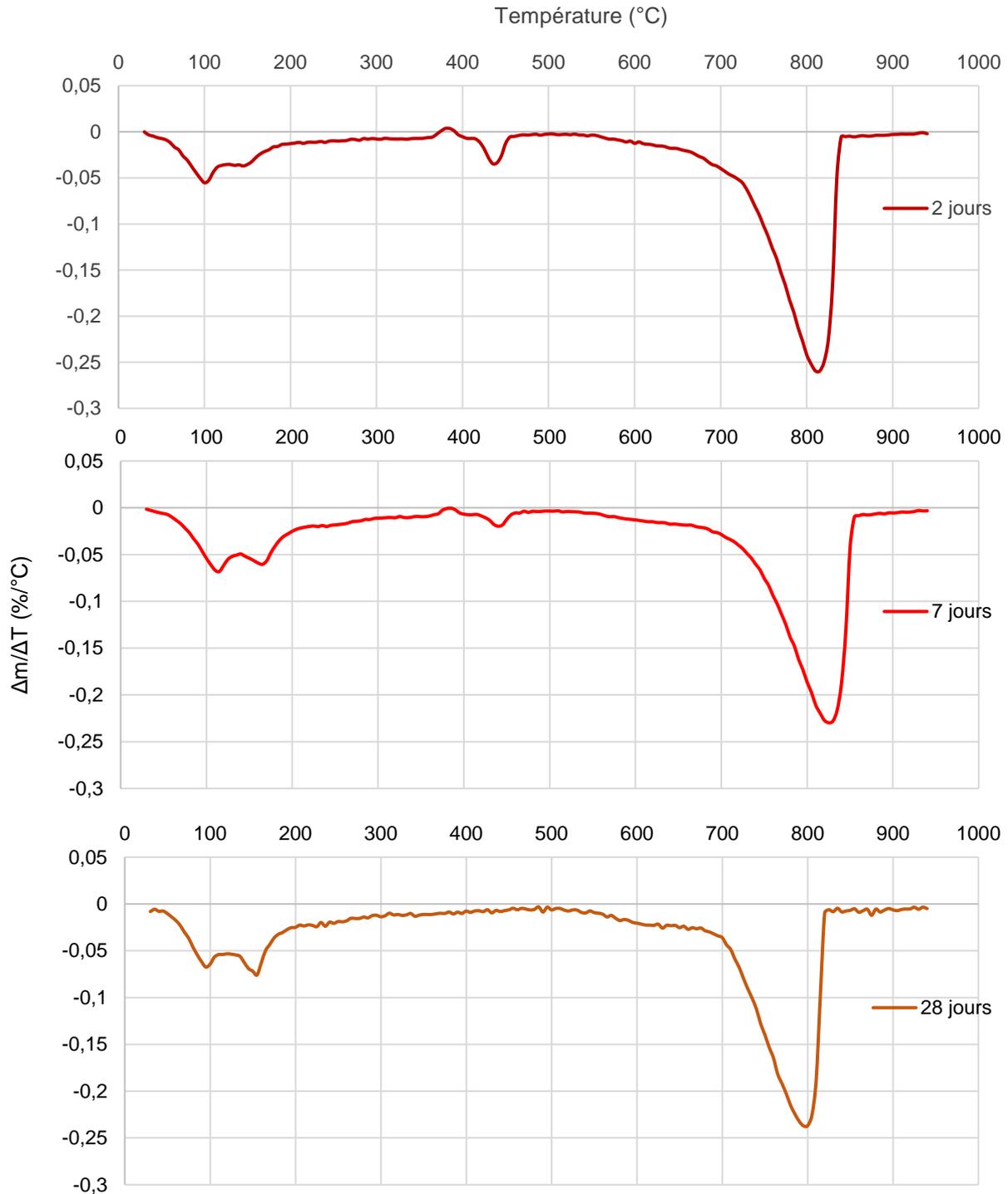


Figure 2.51 Courbes ATG mesurées aux différentes échéances pour le mélange à base de métakaolin

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

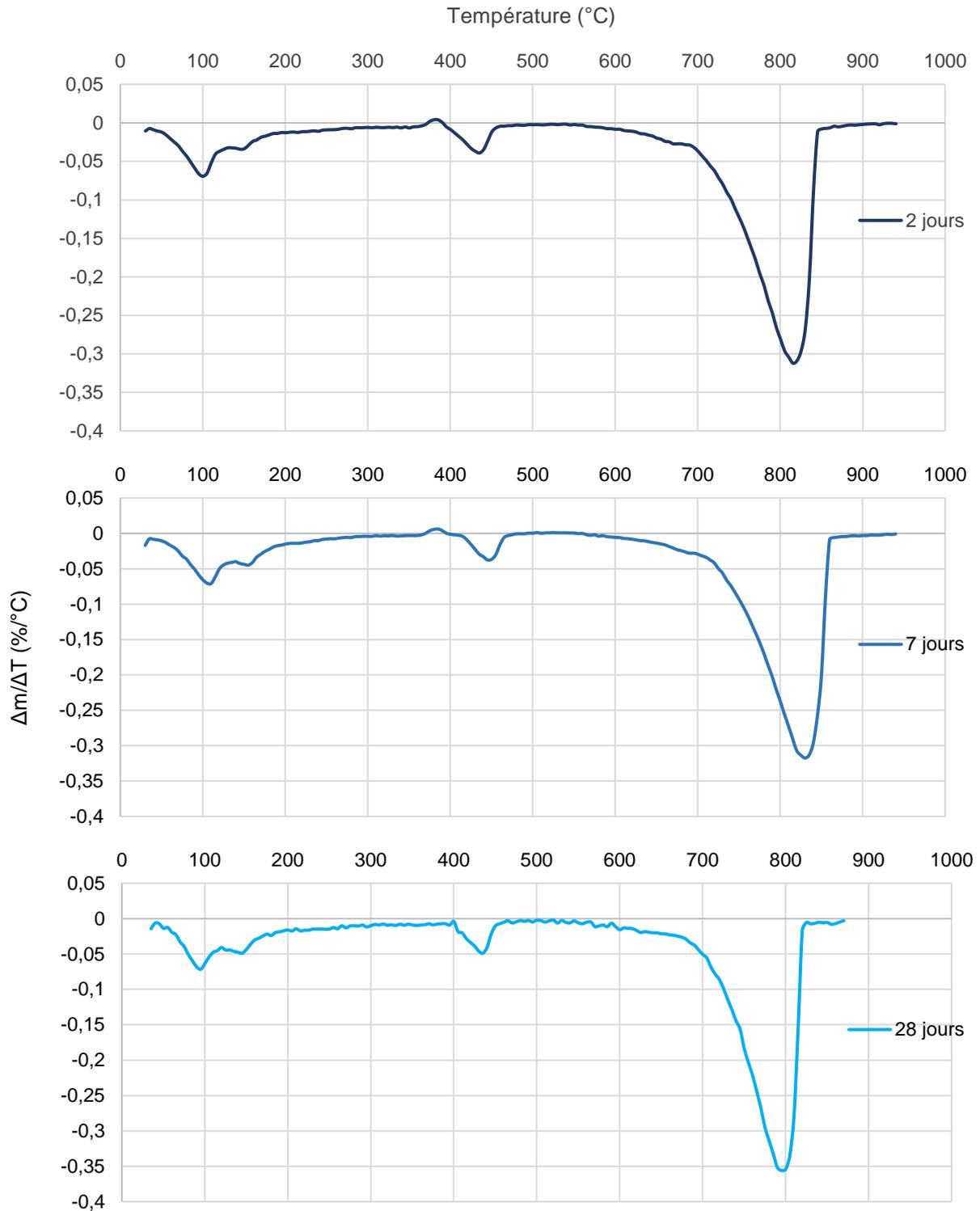


Figure 2.52 Courbes ATG mesurées aux différentes échéances pour la pâte à base d'additions calcaires

Par rapport aux observations faites par Avet et al [151], le mélange à base de métakaolin ne présente pas de blocage des réactions d'hydratation du clinker à partir de 2 jours. Choisir un métakaolin dont la pureté est modérée présente bien un intérêt technique en plus de son intérêt économique. Cette observation a également été faite par Garcia-Diaz [92] qui a observé que les métakaolins de pureté intermédiaire présentaient un meilleur rendement en termes de réactivité. Ceci serait lié à une meilleure dispersion de ces derniers au sein des mélanges (moins d'agglomérats formés).

#### 4.2.6. Résistances à la compression

Pour terminer cette étude de la microstructure, les résistances moyennes à la compression obtenues pour les cubes de pâtes sont présentées à la figure 2.53.

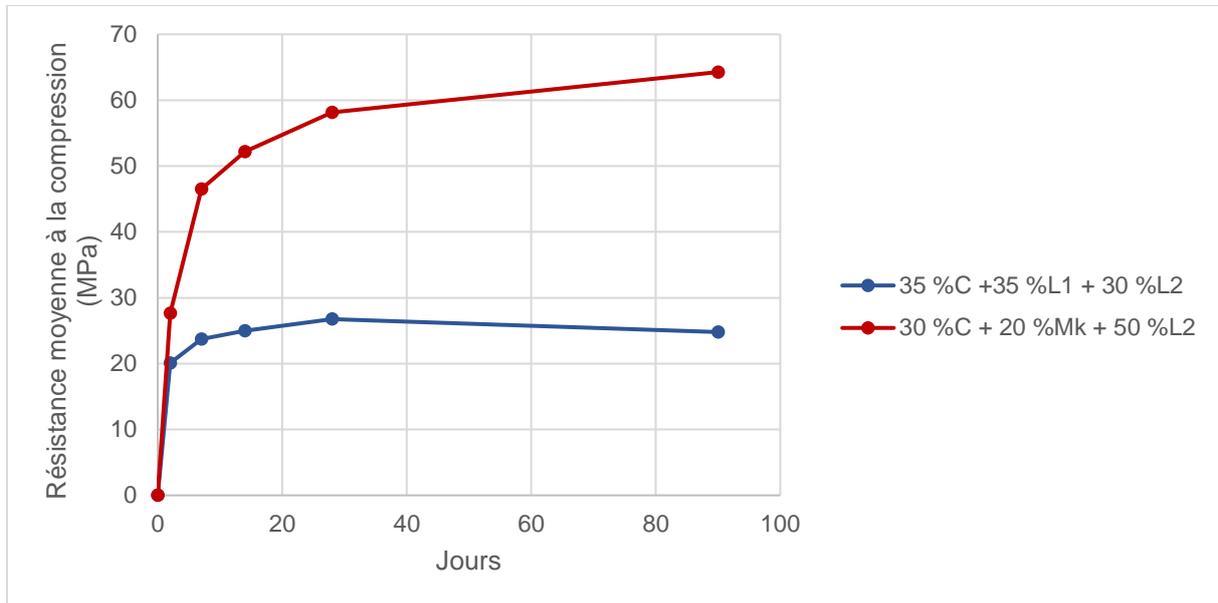


Figure 2.53 Résistances à la compression moyennes mesurées sur cubes de pâtes cimentaires

Les résistances à la compression mesurées aux différentes échéances sont finalement la conclusion logique des observations faites aux paragraphes précédents. Comme l'ont montré les mesures de calorimétrie, le mélange à base de métakaolin est plus réactif au jeune âge. Il a été montré en effet via l'ATD qu'une partie de la portlandite avait potentiellement déjà été consommée. De fait, les mesures de porosité au mercure montrent que les deux liants ont des volumes de pores équivalents à 2 jours mais que le réseau de pores du mélange à base de métakaolin est plus fin. Ceci expliquerait l'atteinte d'une résistance plus élevée pour ce dernier à cette échéance.

Comme observé lors des mesures d'ATG et de porosité, la microstructure du mélange à base d'additions calcaires évolue peu entre 2 et 7 jours puis entre 7 et 28 jours. Ces observations expliquent les faibles résistances à la compression mesurées pour ce mélange à ces échéances. En revanche, le mélange à base de métakaolin, grâce à la réaction pouzzolanique, présente un développement drastique de ses performances mécaniques. Les observations réalisées par les essais de porosimétrie au mercure ont montré qu'un affinement important de la porosité se produisait entre 2 et 7 jours et se poursuivait plus modérément entre 7 et 28 jours. Ce constat se reflète dans l'évolution de la résistance à la compression à ces mêmes échéances.

Enfin, l'avantage de l'utilisation du métakaolin utilisé est que la réaction pouzzolanique semble se poursuivre entre 28 et 90 jours. Une résistance à la compression supérieure à 60 MPa a ainsi pu être atteinte à 90 jours. En revanche, la pâte à base d'additions calcaires présente une légère réduction de ses performances mécaniques après 28 jours.

## 5. Conclusion

La réalisation d'une étude globale à l'échelle du mortier puis à l'échelle de la pâte a démontré qu'il était possible de formuler des liants performants à très faible teneur en ciment Portland. Pour cela, le recours à une réduction importante de la teneur en eau du mélange et à un traitement thermique a été requis.

La formulation de liants ternaires à base de deux additions calcaires peut représenter un intérêt pour des applications nécessitant des performances mécaniques modérées. Cependant, la microstructure obtenue pour ce type de liant, et notamment le réseau poreux peu segmenté, indique qu'une attention particulière doit être portée sur ses performances de durabilité.

Par rapport aux objectifs de l'étude, les mélanges ternaires à base de métakaolin sont les plus pertinents. Grâce à la réaction pouzzolanique précoce, les performances mécaniques atteintes au jeune âge et à 28 jours sont élevées malgré la faible teneur en clinker. Aussi, la formation d'un réseau de pores plus fins et segmentés est encourageant vis-à-vis des performances de durabilité. Excepté pour la résistance à la carbonatation qui risque d'être impactée par l'absence de portlandite dans ces systèmes.

Forts des constats réalisés dans cette étude préliminaire, il a été décidé d'appliquer au béton les deux formules liantes caractérisées à l'échelle de la pâte.



## Chapitre 3 : Application à l'échelle du béton

À la suite de l'étude préliminaire sur mortiers, les formules liantes les plus pertinentes ont été appliquées à l'échelle du béton. L'industrie du béton préfabriqué représente une multitude de produits et donc de compositions de bétons différentes. Afin de délimiter cette partie de l'étude, il a été décidé de se limiter à une application en particulier : les Murs à Coffrage Intégré (MCI). En accord avec des représentants de la FIB (Fédération de l'Industrie du Béton) en charge des MCI, le cahier des charges suivant a été défini :

- affaissement au cône d'Abrams de classe S4 (160-210 mm) ;
- maintien rhéologique d'une durée minimale de 30 min (1 heure dans l'idéal) ;
- résistance à la compression (sur cubes 10 x 10 x 10 cm) minimale de 14 MPa, après un traitement thermique de 8 heures à 40 °C ;
- classe de résistance C40/50 à 28 jours idéalement ;
- durabilité : classes d'expositions XS3 et XC4.

D'autres propriétés dont le retrait, le module d'élasticité ainsi que la résistance à la traction par fendage ont été étudiées.

Deux gâchées différentes ont été fabriquées pour la réalisation des essais. Les résultats propres à chaque gâchée seront présentés au sein de deux parties distinctes dans ce chapitre. Après avoir caractérisé les bétons en termes de propriétés physiques et de durabilité, une étude économique et environnementale sera également présentée.

### 1. Démarche expérimentale

#### 1.1. Matériaux utilisés

Les liants ont été réalisés à l'aide des mêmes constituants que lors de l'étude sur mortiers. Le squelette granulaire est composé d'un sable mixte 0/4 mm (alluvions silico-calcaire et silice) et d'un gravillon silico-calcaire concassé 6/14 mm, tous deux en provenance de la carrière de Matignicourt (57). Ces granulats sont classés A au sens de la norme NF P 18-545, marqués NF et leurs FTP respectives sont présentées en annexes. Le squelette granulaire a été optimisé à l'aide de la méthode de formulation de Dreux-Gorisse. Pour la réalisation des bétons, il a été décidé de modifier l'adjuvantation utilisée. Celui utilisé lors de l'étude sur mortiers ne favorisant pas le maintien des propriétés rhéologiques, un autre superplastifiant a été choisi. Du fait de la microstructure en feuillets des particules de métakaolin, il a été jugé pertinent d'utiliser également un adjuvant inhibiteur d'argile, dont le rôle est principalement de saturer ces feuillets. Ce second adjuvant est donc incorporé en premier dans le mélange puis le superplastifiant est ajouté en différé pour utiliser pleinement ses capacités de dispersion et de fluidification. Les FTP de ces adjuvants sont également présentes en annexes.

#### 1.2. Méthodes

##### 1.2.1. Confection et stockage des éprouvettes

Deux gâchées de 80 litres de béton frais ont été réalisées à l'aide d'un malaxeur planétaire pour chaque formulation. La première a permis de tester principalement les propriétés mécaniques de ces bétons (tableau 2.9). La seconde a porté quant à elle sur l'étude des propriétés de durabilité (tableau 2.10). Des essais de compression sur cubes 10 x 10 x 10 cm ont été réalisés avec les bétons des deux gâchées afin de vérifier la similarité des deux bétons obtenus. Aussi, ces bétons ont été testés à l'état frais afin de déterminer leur masse volumique, quantité d'air occlus, leur affaissement au cône d'Abrams, leur

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

temps d'écoulement au cône inversé ainsi que le maintien dans le temps de ces deux dernières propriétés (mesures à t = 0, 15 et 30 minutes voire plus en cas de maintien effectif).

| Essais                               | Type d'éprouvette        | Nombre d'éprouvettes par échéance | Échéances  |
|--------------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|--|
| Résistance à la compressions         | Cubes<br>10 x 10 x 10 cm | 3                                 | 8 heures<br>24 heures<br>7 jours<br>28 jours<br>90 jours |
| Résistance à la traction par fendage | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 3                                 | 8 heures<br>28 jours                                     |
| Module d'Young                       | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 6                                 | 28 jours   |
| Absorption d'eau                     | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 3                                 | 28 jours   |

*Tableau 2.9 Essais réalisés à l'état durci pour la première gâchée de béton réalisée*

Les formulations de bétons bas carbone ne respectant pas les tableaux prescriptifs NA.F.1 à NA.F.4 de la norme NF EN 206/CN, les essais de durabilité ont été réalisés afin de les caractériser selon l'approche performantielle (via le fascicule FD P 18-480 permettant la classification des bétons vis-à-vis des classes d'expositions).

| Essais   | Type d'éprouvette        | Nombre d'éprouvettes par échéance | Échéances  |
|--|--------------------------|-----------------------------------|--|
| Résistance à la compression                      | Cubes<br>10 x 10 x 10 cm | 3                                 | 8 heures<br>28 jours   |
| Retrait (dessiccation et endogène) et gonflement | Prismes<br>7 x 7 x 28 cm | 9                                 | 24 heures<br>2 jours<br>3/4/5/6 jours<br>7 jours<br>14 jours<br>28 jours<br>56 jours<br>90 jours<br>6 mois<br>1 an |
| Résistivité                                      | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 3                                 | 90 jours   |
| Migration des ions chlorures                     | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 3                                 | 90 jours   |
| Carbonatation accélérée                          | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 5                                 | 90 jours   |
| Porosité à l'eau                                 | Cylindres<br>11 x 22 cm  | 3                                 | 90 jours   |

*Tableau 2.10 Essais réalisés à l'état durci pour la seconde gâchée de béton réalisée*

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Au préalable des fabrications, la teneur en eau des granulats a été mesurée. La quantité d'eau d'ajout a été adaptée en fonction de cette mesure ainsi que de l'absorption d'eau des granulats. Le protocole de malaxage suivi a été le suivant :

- sable et gravillon malaxés à sec à petite vitesse (25 trs/min) ;
- ciment et additions minérales ajoutés et malaxés à sec avec les granulats à petite vitesse ;
- l'eau est ajoutée ensuite ainsi qu'une partie de l'adjuvant, d'abord à petite vitesse puis vitesse rapide (50 trs/min) ;
- lors du calage de la formulation, l'affaissement du béton est mesuré une première fois pour déterminer la nécessité d'un ajout supplémentaire d'adjuvant. Le cas échéant, l'adjuvant est ajouté et le mélange est malaxé à nouveau à vitesse rapide. Cette étape est répétée autant de fois que nécessaire.



Figure 2.54 Matériel utilisé pour la confection des éprouvettes (malaxeur à gauche et table vibrante à droite)

Les éprouvettes ont été coulées dans des moules métalliques pour les cubes et prismes et dans des moules cartonnés pour les cylindres. Le coulage a été réalisé en deux temps avec l'application d'une vibration après chaque étape de remplissage à l'aide d'une table vibrante aimantée. En fonction des bétons, des traitements thermiques de 7 heures à 30 °C ou 8 heures à 40 °C ont alors été appliqués à l'aide d'une enceinte. Les éprouvettes ont été protégées de la dessiccation en les recouvrant d'un film polyane. Enfin, à la suite du traitement thermique, les éprouvettes ont été démoulées puis testées, ou conservées en salle humide à une température de  $20 \pm 1$  °C et une humidité relative supérieure à 95 % jusqu'à l'échéance de test (pour les essais ne nécessitant pas de pré-conditionnement particulier).

### 1.2.2. Essais à l'état frais

Les bétons bas carbone présentent des teneurs en eau faibles et nécessitent une adjuvantation adaptée. En vue d'une potentielle application au domaine préfabriqué, il faut s'assurer qu'une maniabilité satisfaisante soit atteignable. Aussi, cette ouvrabilité doit pouvoir être maintenue dans le temps. Certains procédés de fabrication de l'industrie du préfabriqué nécessitent des temps d'attentes plus ou moins longs entre la fin du malaxage et le coulage.

Deux essais d'ouvrabilité ont été réalisés sur les bétons de l'étude. D'abord, une mesure de l'affaissement au cône d'Abrams selon les prescriptions de la norme NF EN 12350-2. Un cône tronqué d'une hauteur de 30 cm, fixé à un plateau plan, est rempli en trois couches successives de béton frais. Après chaque étape de remplissage, la couche de béton est piquée 25 fois de manière homogène à l'aide d'une tige de piquage. Après remplissage et arasage de la surface du béton, le cône est désolidarisé du plateau et est soulevé verticalement pour libérer le béton frais. La hauteur

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

d'affaissement du béton est alors mesurée, ce qui permet de catégoriser le béton selon les classes suivantes (norme NF EN 206/CN) :

| Classe    | Hauteur d'affaissement (mm) |
|-----------|-----------------------------|
| S1        | 10 à 40                     |
| S2        | 50 à 90                     |
| S3        | 100 à 150                   |
| <b>S4</b> | <b>160 à 210</b>            |
| S5        | ≥ 220                       |

Tableau 2.11 Classes d'affaissement définies par la norme NF EN 206/CN

Pour rappel, une classe S4 est visée dans le cadre de cette étude.

Le second essai correspond à la mesure de l'écoulement au cône inversé selon la norme XP P18-469. Il est recommandé que cet essai ne soit réalisé que pour les bétons dont le  $D_{max}$  est inférieur à 22,4 mm et dont l'affaissement est supérieur à 150 mm. Le cône d'Abrams est retourné sur le plateau (sommets du cône en direction du sol) puis rempli en une seule fois. Selon la norme, il est alors nécessaire de piquer 25 fois le béton à l'aide d'une tige métallique, sur la moitié de la hauteur du cône. Cette étape n'a pas été réalisée ici car créant des bouchons de granulats en sortie du cône et empêchant l'écoulement du béton frais. La surface supérieure est alors arasée et le cône est soulevé verticalement à une hauteur d'environ 30 cm. Un chronomètre est déclenché dès que le cône n'est plus en contact avec le sol et est arrêté dès que le cône s'est entièrement vidé. La mesure obtenue est un temps d'écoulement. Cette mesure permet de qualifier la viscosité d'un béton frais, qui est jugée habituellement satisfaisante pour une durée d'écoulement comprise entre 2 et 5 secondes. Elle permet ainsi d'estimer les potentielles difficultés d'utilisation de ces bétons dans un cadre industriel (écoulement au travers des trémies, caractère « collant » du béton frais).

En plus de ces deux essais, la masse volumique (selon NF EN 12350-6) ainsi que la teneur en air occlus du béton frais (selon NF EN 12350-7) ont été mesurées. Dans un premier temps, un bol d'une capacité de 8 litres est rempli et vibré en deux temps puis arasé. La masse de béton frais au sein du bol est pesée puis divisée par ce volume pour déterminer la masse volumique. Ensuite, la teneur en air occlus est mesurée à l'aide d'un aéromètre, fixé au-dessus de ce même bol.

### 1.2.3. Résistance à la compression

La résistance à la compression aux différentes échéances a été mesurée selon les prescriptions de la norme NF EN 12390-3 sur éprouvettes cubiques de dimensions 10 x 10 x 10 cm. Les éprouvettes ont été pesées au démoulage et leurs conformités en termes de dimensions et de perpendicularité (norme NF EN 12390-1) ont été vérifiées à l'aide de règles adaptées et d'un pied à coulisse. Une presse de capacité 3 000 kN, conforme à la norme NF EN 12390-4 permettant d'appliquer une vitesse de montée en charge de  $0,6 \pm 0,2$  MPa/s a été utilisée.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES



Figure 2.55 Machine d'essai de résistance à la compression pour les éprouvettes de béton

Après rupture, la charge maximale, obtenue en kN est consignée. La résistance à la compression  $f_c$  en MPa peut-être alors calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$f_c = \frac{F}{A_c} \quad (\text{Équation 2.24})$$

Avec  $F$  la charge maximale à la rupture (N) et  $A_c$  l'aire de la section de l'échantillon sur laquelle est appliquée l'effort de compression.

Les résultats n'étant pas obtenus sur des cubes de dimensions 15 x 15 x 15 cm et permettant uniquement de calculer un résultat moyen, il n'est pas possible de catégoriser directement le béton vis-à-vis d'une classe de résistance (au sens de la norme NF EN 206/CN). Il est cependant possible d'estimer cette classe de résistance par des calculs intermédiaires. Tout d'abord, la résistance moyenne qui serait obtenue pour des cubes 15 x 15 x 15 cm peut être calculée selon la norme NF EN 206/CN à partir de la résistance moyenne sur cubes 10 x 10 x 10 cm.

$$f_{c,cub} = R * 0,97 \quad (\text{Équation 2.25})$$

$$f_{c,cub} = R - 1,5 \quad (\text{Équation 2.26})$$

Ces deux équations sont applicables à condition que le  $D_{max}$  soit inférieur ou égal à 22,4 mm et que les éprouvettes aient été conservées de sorte à respecter les prescriptions de la norme NF EN 12390-2. Avec  $R$  le résultat brut obtenu lors de l'essai, il s'agit d'utiliser l'équation 2.25 lorsque  $R$  est supérieur ou égal à 50 MPa et l'équation 2.26 lorsque  $R$  est inférieur à 50 MPa. Il est également possible d'estimer directement la résistance obtenue sur cylindres 16 x 32 cm à partir de la résistance sur cubes 10 x 10 cm. Dans ce cas, la résistance obtenue sur cylindre correspond à 90 % de celle mesurée sur cubes. Enfin, selon l'eurocode 2, il est possible d'estimer la résistance caractéristique  $f_{ck}$  sur cylindres en fonction de la résistance moyenne sur cylindres estimée précédemment via la relation suivante (équation 2.27) :

$$f_{ck} = f_{cm} - 8 \text{ (MPa)} \quad (\text{Équation 2.27})$$

### 1.2.4. Résistance au fendage

La résistance à la traction par fendage a été mesurée sur des éprouvettes cylindriques de dimensions 11 x 22 cm. Les conditions de réalisation de l'essai répondent aux prescriptions de la norme NF EN 12390-6. Les cylindres de béton durci sont installés dans une presse de capacité 3 000 kN à l'aide d'un gabarit de centrage. Deux bandes de chargement sont placées en dessous et au-dessus de l'éprouvette pour transmettre l'effort à cette dernière. Une vitesse de montée en charge de 2 kN/s est appliquée.



Figure 2.56 Machine d'essai de résistance à la traction par fendage pour les éprouvettes de béton

La charge maximale à la rupture  $F$  est mesurée en N. La résistance à la traction par fendage  $f_{ct,sp}$  peut alors être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$f_{ct,sp} = \frac{2 * F}{\pi * L * d} \quad (\text{Équation 2.28})$$

Avec  $L$  la longueur de la ligne de contact de l'éprouvette (mm) et  $d$  la dimension transversale nominale (mm).

### 1.2.5. Module d'Young

Le module d'Young a été déterminé sur cylindres surfacés de dimensions 11 x 22 cm, conformément à la norme NF EN 12390-13 (Méthode B). Une presse de capacité maximale 600 kN et programmable pour la réalisation de cycles de chargement a été utilisée. Trois éprouvettes permettent la détermination du module d'élasticité, et trois cylindres supplémentaires servent à mesurer la résistance à la compression à la même échéance de test. Cette seconde mesure permet en effet de calculer les paramètres des cycles de chargement à appliquer au matériau, en particulier les forces correspondant aux paliers de chargement. Deux capteurs de déformations sont placés sur l'éprouvette, symétriquement par rapport à son axe central. Le cycle d'essai est représenté à la figure 2.57.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

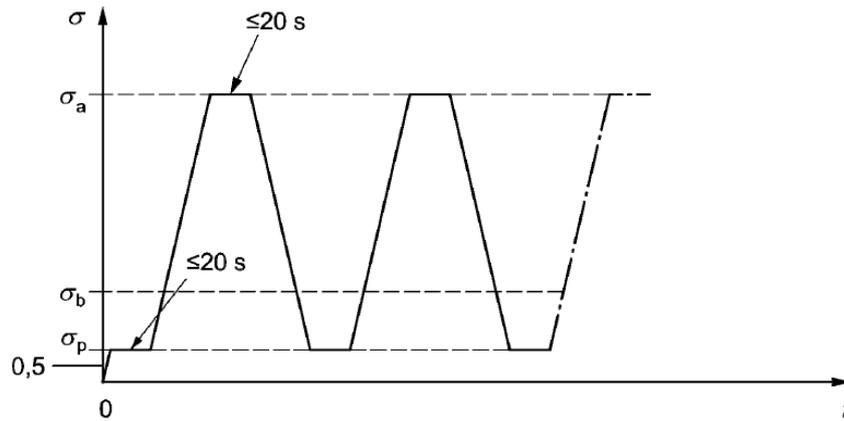


Figure 2.57 Cycles de chargement appliqués aux éprouvettes pour la mesure du module d'élasticité

Avec  $\sigma_a$  la limite supérieure de contrainte,  $\sigma_b$  la limite inférieure et  $\sigma_p$  la contrainte de préchargement tels que :

$$\sigma_a = f_c/3$$

$$0,10 * f_c \leq \sigma_b \leq 0,15 * f_c$$

$$0,5 \text{ MPa} \leq \sigma_p \leq \sigma_b$$

À la suite de ces cycles, les valeurs moyennes de  $\sigma_a^m$  et  $\sigma_p^m$  sont retenues. Deux valeurs de déformations sont également enregistrées :  $\varepsilon_{p,2}$  qui correspond au plateau suivant le second déchargement et  $\varepsilon_{a,3}$  qui correspond au plateau suivant la troisième montée en charge. Le module sécant d'élasticité peut alors être calculé comme :

$$E_{C,S} = \frac{\sigma_a^m - \sigma_p^m}{\varepsilon_{a,3} - \varepsilon_{p,2}} \quad (\text{Équation 2.29})$$

Après réalisation de cet essai, les trois éprouvettes sont testées en compression. Si la résistance mesurée s'écarte de plus de 20 % de celle mesurée au préalable, les forces de chargement appliquées sont considérées inadaptées.

### 1.2.6. Retrait et gonflement

Trois types de variations dimensionnelles ont été mesurés sur les différents bétons de l'étude : retrait total, retrait endogène et gonflement. Ces mesures ont été réalisées sur des éprouvettes prismatiques de dimensions 7 x 7 x 28 cm munies de plots de déformation en acier inox. Les éprouvettes de retraits total et endogène ont été stockées dans une salle régulée à  $20 \pm 1$  °C et  $50 \pm 5$  % HR. Celles destinées au gonflement ont été conservées dans la même salle, dans un bac rempli d'eau à une température de  $20 \pm 1$  °C.

Pour les mesures de retrait endogène, les éprouvettes ont été recouvertes de rubans d'aluminium adhésif pour empêcher toute influence de l'air ambiant sur les mesures (séchage, carbonatation). Les mesures de longueurs entre les deux plots ont été faites à l'aide d'un déformètre, en utilisant une barre étalon en matériau invar aux dimensions des éprouvettes pour calibrer le zéro de l'appareil entre chaque mesure. Un suivi de masse a également été réalisé par la pesée des éprouvettes à chaque échéance d'essai.



Figure 2.58 Matériel utilisé pour la mesure des variations dimensionnelles des éprouvettes de béton

La longueur de référence de chaque éprouvette  $L_0$  est prise comme la longueur  $L$  de l'éprouvette moins la hauteur correspondant à l'enfoncement des plots. Pour chaque éprouvette et à chaque échéance, la déformation totale  $\varepsilon_{CS}(t, t_0)$  de retrait ou de gonflement a été calculée comme suit :

$$\varepsilon_{CS}(t, t_0) = (l(t_0) - l_{CS}(t))/L_0 \quad (\text{Équation 2.30})$$

Avec  $l(t_0)$  la longueur initiale au temps  $t_0$  (mm),  $l_{CS}(t)$  la longueur au temps  $t$  (mm).

### 1.2.7. Résistivité et migration des ions chlorure

La résistivité électrique du béton a été mesurée selon les prescriptions de la norme XP P 18-481. Trois tranches de 6 cm d'épaisseur ont été sciées dans trois éprouvettes 11 x 22 cm différentes. Elles ont été placées dans un dessiccateur au sein duquel le vide a été créé en maintenant une pression inférieure à 25 mbar pendant au moins  $4 \pm 1/2$  h. Une solution de soude à 0,1 mol/L a été utilisée pour imbiber sous vide les corps d'épreuves tout en maintenant la pression pendant une durée de 68 h. Cette solution est utilisée car elle permet de standardiser l'essai par la stabilisation de la solution interstitielle.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES



Figure 2.59 Dessiccateur et pompe utilisés pour la saturation sous vide des éprouvettes de béton

Une fois la saturation des éprouvettes terminée, la résistivité du béton a été mesurée en réalisant le montage suivant :



Figure 2.60 Montage expérimental pour la mesure de la résistivité des bétons (à gauche) et pour cellule pour la mesure du coefficient de diffusion des ions chlorures (à droite)

Les éponges au contact de l'éprouvette ont été trempées dans la solution de soude avant de réaliser la mesure. La résistivité  $R_{tot}$  du montage complet et  $R_{éponges}$  du montage sans l'éprouvette ont été mesurées. Pour chaque échantillon, des mesures successives doivent être réalisées à intervalles de 2 à 3 minutes jusqu'à ce que la différence entre deux mesures soit inférieure à 10 % ou 5  $\Omega.m$ . La résistivité du béton mesurée pour chaque éprouvette a ensuite été calculée grâce à la formule suivante :

$$\rho = ((R_{tot} - R_{éponges}) * \frac{\pi r^2}{L}) \quad (\text{Équation 2.31})$$

Avec  $r$  le rayon de l'éprouvette et  $L$  sa longueur, mesurées au préalable à l'aide d'un pied à coulisse.

Le coefficient de diffusion des ions chlorure a été déterminé selon la norme XP P18-462. Les éprouvettes sont de mêmes dimensions que celles de la mesure de résistivité et doivent être imbibées de la même manière dans une solution de soude à 0,1 mol/L. De fait, les mêmes éprouvettes sont utilisées pour la réalisation des deux essais. Seulement, elles sont recouvertes d'une couche de résine époxy sur leur contour afin d'assurer l'étanchéité au cours de l'essai de migration des ions chlorure.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Après saturation sous vide de ces éprouvettes, elles ont été placées entre deux compartiments contenant en amont une solution de NaCl à 0,5 mol/L et de NaOH à 0,1 mol/L et en aval une solution de NaOH à 0,1 mol/L. Les deux faces des éprouvettes sont donc en contact de ces deux solutions. Un courant a été appliqué via le dispositif afin de provoquer la pénétration progressive des ions chlorure au travers du béton, de la solution amont vers la solution aval. L'objectif est de maintenir une différence de potentiel pendant une durée adaptée afin de pouvoir mesurer un front de pénétration des ions chlorure. En fonction des bétons (réseau poreux, liant utilisé), cette durée peut varier de 24 heures à une semaine. Une fois l'essai terminé, les éprouvettes ont été fendues en deux et le front de pénétration a été révélé à l'aide d'une solution de nitrate d'argent. Des mesures de profondeur de pénétration ont été réalisées en 8 points à l'aide d'un pied à coulisse, les deux valeurs les plus extrêmes ont été écartées et la moyenne des 6 valeurs restantes a été calculée. Le coefficient de diffusion apparent a alors été obtenu à l'aide des équations 2.32. et 2.33.

$$D_{app} = \frac{R.T}{Z.F} * \frac{e}{\Delta E} * \frac{X_d - \alpha \cdot \sqrt{X_d}}{\Delta t} \quad (\text{Équation 2.32})$$

$$\alpha = 2 \cdot \sqrt{\frac{R.T}{Z.F} * \frac{e}{\Delta E} * \operatorname{erf}^{-1}\left(1 - 2 * \frac{c_d}{c_s}\right)} \quad (\text{Équation 2.33})$$

Avec  $R$  la constante des gaz parfait,  $T$  la température,  $e$  l'épaisseur de l'éprouvette,  $Z$  l'impédance,  $F$  la charge molaire,  $\Delta E$  la différence de potentiel,  $X_d$  la profondeur de pénétration mesurée,  $\Delta t$  la durée de l'essai,  $c_d$  la concentration en chlorures libres,  $c_s$  la concentration en chlorures de la solution du compartiment en amont.

### 1.2.8. Porosité à l'eau

La porosité à l'eau a été déterminée selon les prescriptions de la norme NF P 18-459. Des tranches de 6 cm d'épaisseur ont été sciées au sein de cylindres 11 x 22 cm. Elles ont été placées dans un premier temps dans un dessiccateur au sein duquel un vide a été maintenu en appliquant une pression inférieure à  $2,5 \pm 1$  MPa pendant au moins  $4 \pm 1/2$  h. Ensuite, les éprouvettes ont été immergées dans l'eau en maintenant cette pression pendant  $20 \pm 1$  h.

En sortie de dessiccateur, les éprouvettes ont été pesées une première fois par pesée hydrostatique pour déterminer leur masse dans l'eau  $M_{eau}$ . Elles ont alors été essuyées à l'aide d'un linge humide et pesées à nouveau pour déterminer leur masse dans l'air  $M_{air}$ . Enfin, elles ont été séchées à une température de  $105 \pm 5$  °C jusqu'à masse constante  $M_{sec}$  (différence de masse inférieure à 0,05 % entre deux pesées successives réalisées à 24 h d'intervalle).

La porosité accessible à l'eau a été calculée à l'aide de l'équation 2.34.

$$\varepsilon = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} * 100 \quad (\text{Équation 2.34})$$

### 1.2.9. Carbonatation accélérée

La vitesse de carbonatation accélérée a été mesurée selon les prescriptions de la norme XP P 18-458. Pour réaliser cet essai, 5 cylindres 11 x 22 cm ont été confectionnés. Après stockage en salle humide jusqu'à l'échéance de test, les cylindres ont été sciés à mi-hauteur afin d'obtenir 10 corps d'épreuve. En parallèle, 3 éprouvettes de mortier normalisé ont été fabriquées et stockées en salle humide à une température de  $20 \pm 2$  °C et une hygrométrie relative supérieure à 95 % pendant une durée de  $35 \pm 7$  jours. Ces éprouvettes servent à définir le critère d'arrêt de la phase de préconditionnement des éprouvettes de béton. Leur confection doit donc être réalisée  $35 \pm 7$  jours avant la date de préconditionnement.

La carbonatation du béton devant se dérouler de manière unidirectionnelle via le contour des éprouvettes, les faces inférieures et supérieures ont été imperméabilisées à l'aide de feuilles adhésives en aluminium. Les éprouvettes doivent alors suivre les étapes de préconditionnement suivantes :

- Séchage à une température de  $45 \pm 5$  °C pendant  $14 \pm 1$  jours : les éprouvettes de mortier sont pesées et séchées avec les éprouvettes de béton. La période d'étuvage est terminée si sa durée est supérieure ou égale à 14 jours ou si la perte de masse moyenne des éprouvettes de mortier normalisé est supérieure ou égale à 5,5 % ;
- Stockage de l'ensemble des éprouvettes dans une salle régulée à  $20 \pm 2$  °C et  $65 \pm 5$  % d'humidité relative pendant  $7 \pm 0,5$  jours.

Une mesure de carbonatation initiale est réalisée alors sur l'une des dix éprouvettes. Les autres éprouvettes sont disposées dans une enceinte de carbonatation dont la concentration en CO<sub>2</sub> est de 3 % et régulée à  $20 \pm 1$  °C et  $65 \pm 5$  % HR. Les échéances de mesures sont alors de 28 jours, 42 jours et 70 jours.



Figure 2.61 Enceinte de carbonatation et appareil de fendage utilisés

À chaque échéance, 3 éprouvettes ont été fendues dans le sens de la longueur et le front de carbonatation a été révélé à l'aide d'une solution de phénolphaléine. Pour chaque demi-épreuve, 5 mesures de profondeur ont été réalisées par front pour un total de 10 mesures. Les moyennes des mesures réalisées à chaque échéance permettent alors de calculer une vitesse de carbonatation accélérée exprimée en mm/jour<sup>0,5</sup>.

## 2. Résultats et discussion : 1<sup>re</sup> gâchée

### 2.1. Formulations

En guise de référence, une formulation à base de 80 % de ciment CEM I 52,5 R et de 20 % d'addition calcaire L ( $B_{REF}$ ) a été réalisée. Les deux solutions liantes bas carbone testées sont : un liant ternaire à base de 30 % de CEM I 52,5 R, 20 % de métakaolin flash et 50 % d'addition calcaire  $L_f$  ( $B_{MK}$ ) ; un second liant « ternaire » à base de 35 % de CEM I 52,5 R, 35 % de L et 30 % de  $L_f$  ( $B_{LL}$ ). Les rapports E/L ont été définis à 0,4 pour la référence et 0,3 pour les deux bétons décarbonés. Afin d'assurer un volume de pâte suffisant au sein du béton, la quantité totale de liant a été fixée à 400 kg/m<sup>3</sup> pour l'ensemble des formules. La quantité d'eau ajoutée aux mélanges a été corrigée en fonction de la teneur en eau des granulats et du pourcentage en extrait sec des adjuvants. Les compositions « réelles » (teneurs en constituants secs, calculées à partir des propriétés mesurées à l'état frais : teneur en eau des granulats, masse volumique du béton frais, air occlus) des bétons réalisés sont présentées dans le tableau 2.12 ci-dessous :

| Composition (kg/m <sup>3</sup> )     | $B_{REF}$ | $B_{MK}$ | $B_{LL}$ |
|--------------------------------------|-----------|----------|----------|
| Sable Matignicourt 0/4 mm            | 802       | 826      | 832      |
| Gravillon Matignicourt 6/14 mm       | 1 021     | 1 051    | 1 059    |
| CEM I 52,5 R                         | 318       | 123      | 144      |
| Mk                                   | 0         | 82       |          |
| L                                    | 79,5      | 0        | 144      |
| $L_f$                                | 0         | 204,5    | 124      |
| Superplastifiant DYNAMON NRG 4350    | 3         | 3,2      | 3,3      |
| Inhibiteur d'argile MAPEPLAST MS 200 | 0         | 0,8      | 0        |
| Eau efficace                         | 160       | 123      | 125      |
| Rapport $E_{eff}/L_{Tot}$            | 0,4       | 0,3      | 0,3      |
| Volume de pâte (L/m <sup>3</sup> )   | 299       | 280      | 277      |

Tableau 2.12 Compositions réelles des bétons réalisés pour la première série d'essais.

Les trois bétons ont été traités thermiquement : 7 heures à 30 °C pour la référence et 8 heures à 40 °C pour les bétons décarbonés. Le premier traitement thermique est à une température plus faible car représentative des pratiques industrielles (défini en accord avec les industriels de la FIB MCI). Pour les bétons décarbonés, la température a été fixée à la suite des constats réalisés lors de l'étude sur mortiers.

### 2.2. Essais à l'état frais

Les résultats obtenus lors des mesures de masse volumique, air occlus, affaissement au cône d'Abrams et écoulement au cône inversé sont présentés au sein du tableau 2.13.

| Mesure                               |            | $B_{REF}$ | $B_{MK}$ | $B_{LL}$ |
|--------------------------------------|------------|-----------|----------|----------|
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> ) |            | 2 412     | 2 440    | 2 461    |
| Air occlus (%)                       |            | 0,7       | 1,1      | 0,8      |
| Affaissement au cône d'Abrams (mm)   | t = 0 min  | 18,5      | 21       | 20,5     |
|                                      | t = 15 min | 15        | 16       | 18       |
|                                      | t = 30 min | 13        | 7,5      | 15,5     |
| Écoulement au cône inversé (s)       | t = 0 min  | 4         | 9        | 5        |
|                                      | t = 15 min | 5         | 11       | 7        |
|                                      | t = 30 min | 4         | 11       | 5        |

Tableau 2.13 Propriétés à l'état frais mesurées pour les premières gâchées de bétons

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Les masses volumiques mesurées sont standards (autour de  $2\,400\text{ kg/m}^3$ ). Celles de  $B_{MK}$  et de  $B_{LL}$  sont légèrement supérieures à celle de  $B_{REF}$  du fait d'une teneur en eau et d'un volume de pâte plus faibles. En termes d'air occlus, la valeur mesurée pour  $B_{MK}$  est supérieure à celle des autres bétons. Cela peut être lié au dosage supérieur en superplastifiant, ce type d'adjuvant ayant tendance à entraîner de l'air au sein du béton frais.

Malgré l'utilisation de ce dernier, des difficultés ont été éprouvées pour le maintien d'un affaissement de classe S4. La faible demande en eau du liant de  $B_{LL}$  et l'effet fluidifiant de  $L_f$  permettent d'atteindre une valeur d'affaissement plus élevée en sortie de malaxeur et un maintien prolongé de la classe S4. La plus forte perte d'affaissement est observée pour  $B_{MK}$  malgré une mesure initiale la plus élevée. Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de ce phénomène.

Pour  $B_{REF}$  et  $B_{LL}$ , les réactions d'hydratation du ciment peuvent entraîner une rigidification progressive du béton, de manière d'autant plus importante que la teneur en ciment est élevée. Pour  $B_{MK}$ , il a été vu lors de l'étude de la microstructure que la réactivité du métakaolin intervenait dès les premières heures d'hydratation. Cette activité accrue participe à un dégagement de chaleur plus important, entraînant potentiellement une réduction de la maniabilité. Aussi, dans la littérature, il a été montré que les particules de métakaolin avaient tendance à s'agglomérer une fois le béton frais au repos. Les agglomérats formés piègent une partie de l'eau libre et le béton devient moins maniable.

Les mesures d'écoulement au cône inversé sont sensiblement les mêmes pour  $B_{REF}$  et  $B_{LL}$ . La teneur en eau inférieure de  $B_{LL}$  est compensée par le pouvoir fluidifiant de  $L_f$ , ce qui permet d'obtenir des bétons de viscosités similaires. Les valeurs mesurées pour  $B_{MK}$  indiquent une viscosité plus élevée. Il a en effet été observé plusieurs fois dans la littérature que l'incorporation de métakaolin avait tendance à augmenter la viscosité des mélanges voire à leur donner un caractère « collant ». Cette viscosité supérieure ne représente pas forcément une problématique pour la mise en place du béton frais au sein des moules. En effet, cette mise en place est généralement gouvernée par le seuil de cisaillement, qualifié par la mesure de l'affaissement au cône d'Abrams. À l'aide d'une table vibrante, les éprouvettes destinées aux différents essais ont été confectionnées sans difficultés. Les mêmes paramètres de vibration ont d'ailleurs été appliqués pour les trois bétons. En revanche, la durée de vibration requise pour la mise en place de  $B_{MK}$  a effectivement été plus longue (de l'ordre de quelques secondes) que pour les autres bétons.

Plusieurs solutions peuvent permettre de pallier ces phénomènes. D'un point de vue formulation, l'adjuvantation peut être ajustée : utiliser des retardateurs de prise, extenseurs de rhéologie. Il est également possible d'augmenter la teneur en eau du mélange, en s'assurant que les résistances mécaniques obtenues ne soient pas insuffisantes. Du point de vue du procédé de fabrication, il est possible d'adapter les paramètres de vibration (puissance, durée).

### 2.3. Résistance à la compression

Les résistances à la compression mesurées sur cubes 10 x 10 x 10 cm sont présentées au sein du tableau 2.14 et à la figure 2.62.

| Résistance moyenne à la compression (MPa) | $B_{REF}$ | $B_{MK}$ | $B_{LL}$ |
|---|-----------|----------|----------|
| 8 heures                                  | 19,1      | 16,2     | 17,8     |
| 24 heures                                 | 39,8      | 24,8     | 25,7     |
| 7 jours                                   | 61,0      | 49,1     | 37,4     |
| 28 jours                                  | 69,5      | 61,6     | 43,2     |
| 90 jours                                  | 73,5      | 65,6     | 44,9     |

Tableau 2.14 Résistances à la compressions mesurées pour les premières gâchées de bétons

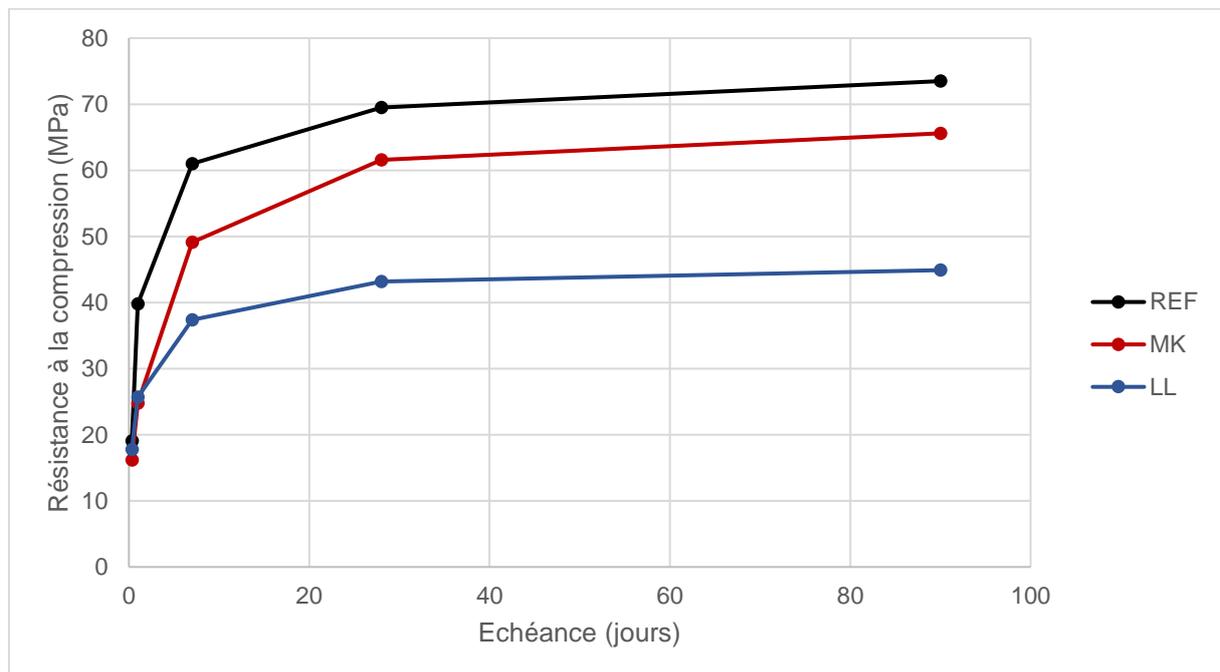


Figure 2.62 Résistances à la compression moyennes mesurées pour les bétons de la première gâchée

De manière assez similaire à ce qui a pu être observé sur mortiers, les solutions décarbonées présentent des résistances au jeune âge suffisantes (supérieures à 14 MPa) mais inférieures à celle de la référence. Un développement important des résistances peut être observé pour  $B_{REF}$  et  $B_{MK}$  entre 24 heures et 7 jours. L'augmentation des résistances sur ce même laps de temps est inférieure pour  $B_{LL}$  malgré une teneur en ciment plus importante que  $B_{MK}$ . Le phénomène observé est le même que sur mortiers et pâtes, indiquant une réaction pouzzolanique précoce. Pour  $B_{LL}$ , la résistance à la compression augmente jusqu'à 28 jours et semble stagner à partir de cette échéance. Pour l'ensemble des bétons, une évolution très faible des résistances peut être observée entre 28 jours et 90 jours ce qui indique que les réactions d'hydratation sont globalement terminées à 28 jours, y compris la réaction pouzzolanique du métakaolin.

À partir de ces données, les résistances à la compression sur cylindres 16 x 32 cm peuvent être estimées par les calculs présentés au paragraphe 1.2.3. Ainsi, des résistances de 62,5 MPa, 55,4 MPa et 38,9 MPa sont obtenues pour  $B_{REF}$ ,  $B_{MK}$  et  $B_{LL}$  respectivement. Selon le calcul de l'Eurocode 2, ces bétons peuvent donc être respectivement qualifiés selon les classes de résistances C50/60, C45/55 et C30/37. Le béton  $B_{MK}$  peut répondre au cahier des charges, tandis que  $B_{LL}$  présente des résistances insuffisantes.

## 2.4. Résistance au fendage

Les mesures de résistances à la traction par fendage sont présentées au tableau 2.15 ci-dessous :

| Résistance moyenne au fendage (MPa) | $B_{REF}$ | $B_{MK}$ | $B_{LL}$ |
|-------------------------------------|-----------|----------|----------|
| 8 heures                            | 2,33      | 1,30     | 1,47     |
| 28 jours                            | 3,38      | 5,13     | 3,12     |

Tableau 2.15 Résistances à la traction par fendage mesurées pour les premières gâchées de bétons

Le développement des résistances à la traction par fendage semble être en partie similaire au comportement observé en compression. À jeune âge, les résistances obtenues semblent être liées à la teneur en ciment dans le mélange pour un même E/L. À 28 jours, en revanche, la tendance observée est différente. En effet, la résistance obtenue pour  $B_{MK}$  est supérieure à celle de  $B_{REF}$  et celle de  $B_{LL}$  est proche de ce dernier.

Il est normalement attendu que les tendances observées pour les résistances à la compression se retrouvent pour les résistances à la traction. Un paramètre qui peut expliquer les tendances observées ici peut être la porosité du matériau. Kendall, Howard et Birchall [178] ont estimé que les différentes propriétés mécaniques d'un matériau cimentaire étaient influencées par le volume et la géométrie des pores au travers d'un facteur de forme. Le module d'élasticité d'une pâte cimentaire serait inversement proportionnel au volume total de pores. La résistance à la traction quant à elle dépendrait principalement de leur forme. Dans le cas d'un réseau de pores peu segmenté, ils peuvent s'apparenter à des microfissures. Plus leur longueur et leur nombre croît et plus la résistance à la traction diminue. Sous un effort de traction, cette porosité serait propice à la création, l'ouverture et la propagation de fissures. Ainsi, la formation d'un réseau de pores plus fins et segmentés apporterait une meilleure résistance au fendage. Ceci serait en accord avec les observations faites lors de l'étude de la microstructure sur pâtes. La réduction de la taille des pores du mélange à base de métakaolin expliquerait sa résistance supérieure au fendage par rapport aux autres bétons.

Les faibles résistances obtenues pour  $B_{MK}$  et  $B_{LL}$  au jeune âge constituent une problématique. En effet, les MCI sont des produits dont l'élancement est élevé. Cette résistance mécanique est donc essentielle pour la réalisation des opérations de manutention. En effet, lors du retournement des murs, bien qu'ils soient soutenus, ils peuvent subir des contraintes importantes sous l'action de leur propre poids. Aussi, une fois démoulés, les murs sont manipulés à l'aide d'élingues accrochées à des éléments reliant les deux parois, elles-mêmes insérées dans le béton. Le béton doit donc être suffisamment résistant pour supporter les efforts qui se développent aux points d'accroche.

## 2.5. Module d'Young

Les résultats de module d'Young sont les suivants :

| Module d'Young (GPa) | $B_{REF}$ | $B_{MK}$ | $B_{LL}$ |
|----------------------|-----------|----------|----------|
| 28 jours             | 37,9      | 39,7     | 35,4     |

Tableau 2.16 Mesures de module d'élasticité réalisées pour les premières gâchées de bétons

Le béton à base de métakaolin présente le module d'élasticité le plus élevé, suivi par  $B_{REF}$  puis par  $B_{LL}$ . Comme expliqué en partie au sein du paragraphe précédent, le module d'élasticité est influencé par la porosité du matériau. Il est probable que la porosité formée au sein de  $B_{LL}$  soit assez importante malgré une faible teneur en eau. Cette tendance s'explique aussi par sa très faible teneur en ciment Portland. Pour  $B_{MK}$ , la réaction pouzzolanique permet une réduction accrue de la porosité par rapport à  $B_{LL}$ , d'où un module d'élasticité plus élevé.

## 2.6. Retrait et gonflement

La stabilité dimensionnelle des produits en béton est une caractéristique importante pour éviter la création de défauts dans les structures, notamment de la fissuration. Des mesures de retrait total, endogène et de gonflement ont donc été réalisées et présentées aux figures 2.63, 2.64 et 2.65 respectivement.

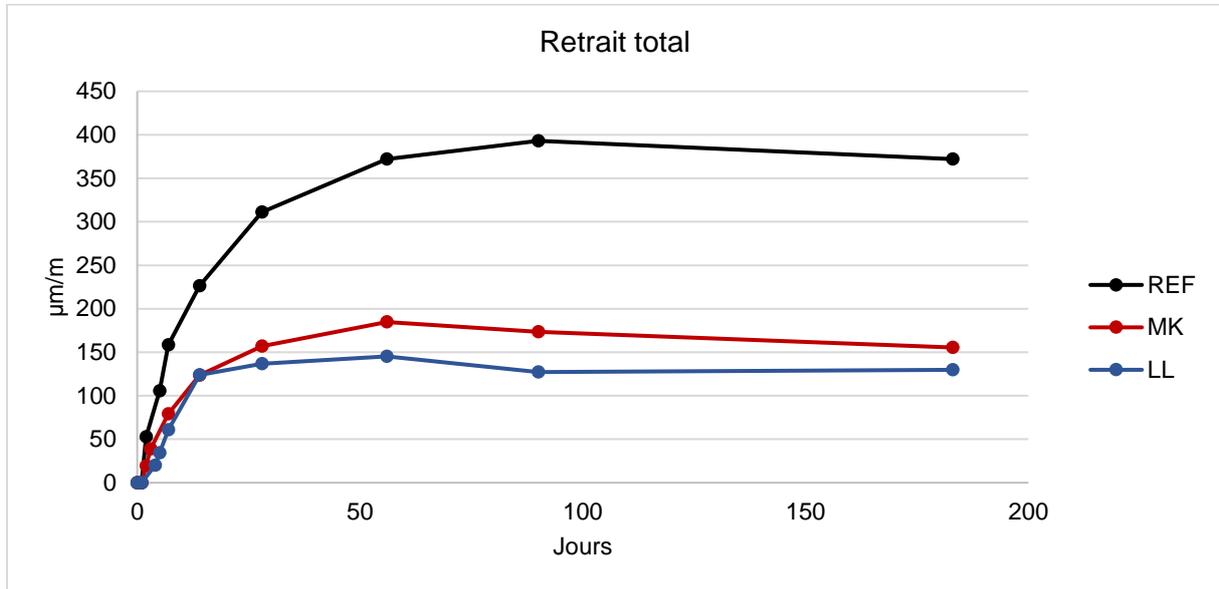


Figure 2.63 Mesures de retrait total réalisées sur les bétons de la première gâchée

Le retrait total comprend le retrait de dessiccation (perte d'eau par séchage) ainsi que le retrait endogène (variations d'humidité interne). C'est majoritairement le retrait de dessiccation qui va contribuer aux variations dimensionnelles observées. Les bétons  $B_{MK}$  et  $B_{LL}$  présentent des valeurs de retrait total aux courts et longs termes inférieures à celles de  $B_{REF}$ . Le retrait de dessiccation est influencé par la quantité d'eau libre initiale au sein du mélange. Les rapports E/L des bétons décarbonés étant de 0,3 contre 0,4 pour la référence, le retrait de dessiccation associé est automatiquement réduit. Aussi, les teneurs plus faibles en ciment Portland des bétons bas carbone explique en partie les plus faibles mesures de retrait total pour ces derniers.

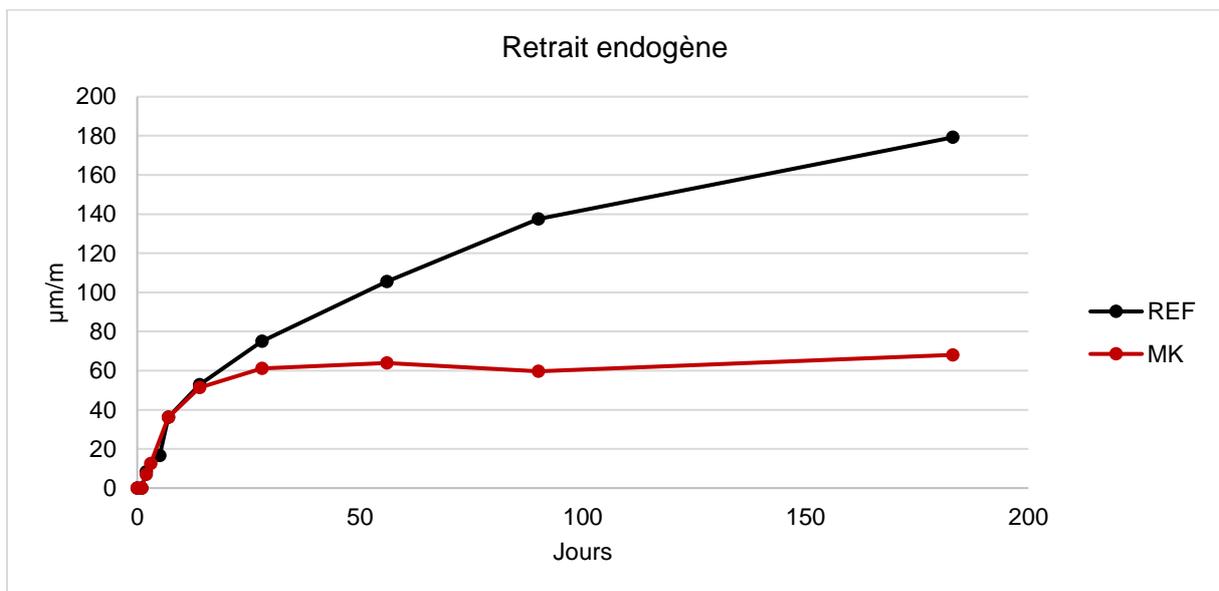


Figure 2.64 Mesures de retrait endogène réalisées sur les bétons de la première gâchée

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Vis-à-vis du retrait endogène, les mesures réalisées pour  $B_{LL}$  ont très faibles jusqu'à 90 jours. À une échéance de 180 jours, la valeur mesurée pour ce béton a été de  $37,5 \mu\text{m}/\text{m}$ . Tel qu'attendu, le retrait endogène mesuré pour  $B_{MK}$  et  $B_{LL}$  est inférieur à celui de  $B_{REF}$ . Il peut être observé que plus la teneur en espèces réactives diminue et plus le retrait endogène mesuré diminue. Ces résultats sont en accord avec les mesures d'humidité interne faites par Avet et al [151]. Ils ont en effet mesuré que pour des mélange LC3, l'humidité relative interne diminuait moins au cours du temps que pour un ciment Portland (essais sur pâtes à E/L de 0,4). Ceci s'explique par la plus faible teneur en espèces réactives et donc une consommation d'eau réduite pour leur hydratation. La teneur élevée en additions calcaires de deux bétons bas carbone leur permet de maintenir un niveau d'humidité interne suffisante pour les protégés de l'auto-dessiccation (malgré un E/L de 0,3). Il peut être remarqué qu'à partir de 28 jours, le retrait endogène est constant pour  $B_{MK}$ , ce qui est en lien avec la réactivité pouzzolanique précoce du métakaolin utilisé. Le retrait endogène légèrement supérieur mesuré pour  $B_{MK}$  par rapport à  $B_{LL}$  peut d'ailleurs être relié à la réaction pouzzolanique.

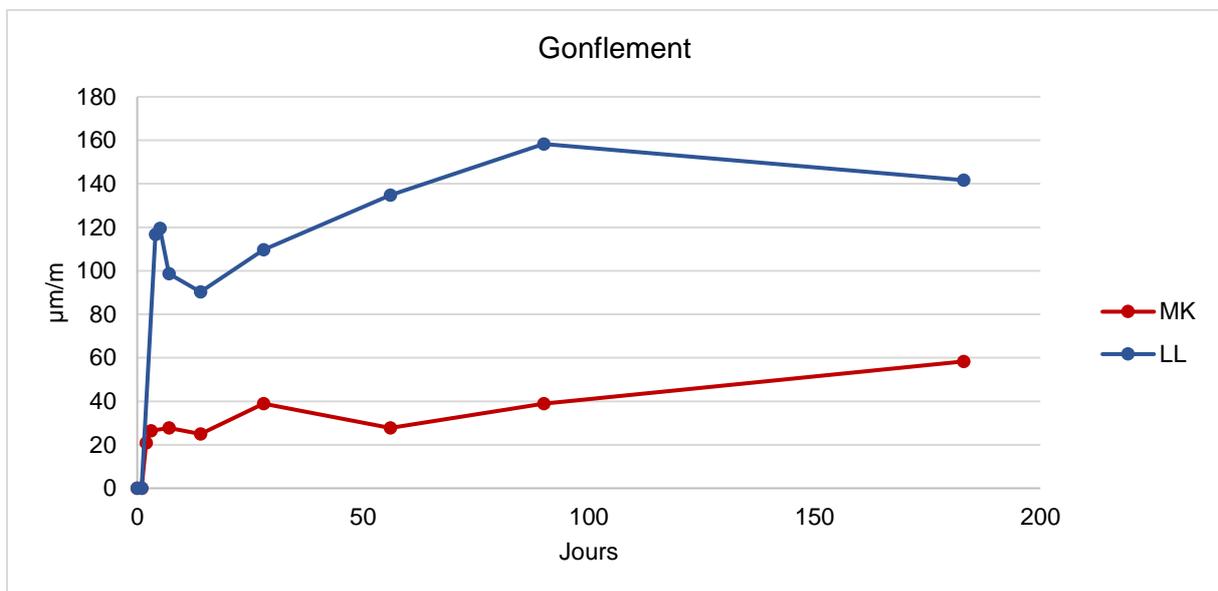


Figure 2.65 Mesures de gonflement réalisées sur les bétons de la première gâchée

Concernant les mesures de gonflement, les bétons  $B_{MK}$  et  $B_{REF}$  ont présenté des comportements similaires au cours du temps. Les mesures réalisées pour  $B_{REF}$  ont été quasi nulles jusqu'à 56 jours puis de  $12,5 \mu\text{m}/\text{m}$  à 90 jours et de  $27,8 \mu\text{m}/\text{m}$  à 180 jours. Aux premières échéances de mesures, les éprouvettes semblent gonfler puis se contracter. Ceci peut être dû aux réactions d'hydratation jusqu'à une échéance de 28 jours. Comme semblaient l'indiquer les mesures de résistance à la compression, à partir de cette échéance, les réactions sont quasiment terminées. La microstructure du matériau serait donc stabilisée et le retrait provoqué par ces réactions ne compenserait plus le gonflement progressif. Les écarts entre les valeurs mesurées aux différentes échéances avant 28 jours sont faibles. Le comportement observé peut également être lié ou amplifié par les incertitudes de mesures.

Le béton  $B_{LL}$  présente des mesures de gonflement plus élevées. Ce type de variation dimensionnelle pourrait être lié à la quantité d'addition calcaire au sein du mélange. Une forte teneur en addition inerte, majoritaire dans le cas de  $B_{LL}$ , provoque peut-être la formation d'un réseau poreux différent. Sans représenter forcément un volume poreux plus grand (du fait de la réduction de la teneur en eau) par rapport à  $B_{REF}$ , celui-ci est peut-être plus interconnecté (du fait de la faible quantité d'hydrates). Néanmoins, malgré ces valeurs de gonflement plus élevées que celles de la référence, les valeurs obtenues pour les trois bétons sont globalement faibles.

### 3. Résultats et discussion : 2<sup>nd</sup>e gâchée

#### 3.1. Formulations

Les résultats des essais physiques réalisés pour la première gâchée étant globalement satisfaisants, il a été décidé par la suite de caractériser la durabilité de ces solutions. Une seconde gâchée a donc été réalisée. Les bétons ont été formulés de sorte que leurs compositions réelles soient les plus identiques possibles à celles de la première gâchée. L'adjuvantation a cependant été ajustée dans une tentative de favoriser un maintien plus long des propriétés rhéologiques. Aussi, les traitements thermiques appliqués ont cette fois-ci été identiques (8 heures à 40 °C). Le traitement thermique ayant un effet sur les cinétiques d'hydratation et donc sur la microstructure, il a été décidé d'appliquer le même traitement thermique pour l'ensemble des formulations. Ainsi, son effet sur les propriétés de durabilité ne rentre pas en compte dans les comparaisons entre la référence et les bétons décarbonés.

Les compositions réelles de ces bétons sont présentées dans le tableau 2.17 Les résultats à l'état frais sont récapitulés dans le tableau 2.18 tandis que les résistances à la compression sont indiquées au tableau 2.19.

| Composition (kg/m <sup>3</sup> )           | B <sub>DREF</sub> | B <sub>DMK</sub> | B <sub>DLL</sub> |
|--|-------------------|------------------|------------------|
| Sable Matignicourt 0/4 mm                  | 799               | 829              | 826              |
| Gravillon Matignicourt 6/14 mm             | 1 017             | 1 056            | 1 051            |
| CEM I 52,5 R PLN                           | 317               | 123              | 143              |
| Métakaolin Flash                           | 0                 | 82               | 0                |
| Bétocarb-HP                                | 79                | 0                | 143              |
| Bétoflow-D                                 | 0                 | 205,5            | 123              |
| Superplastifiant DYNAMON NRG 4350          | 2,8               | 3,5              | 3,3              |
| Inhibiteur d'argile MAPEPLAST MS 200       | 0                 | 0,9              | 0                |
| Eau efficace                               | 160               | 123              | 123              |
| Rapport E <sub>eff</sub> /L <sub>Tot</sub> | 0,4               | 0,3              | 0,3              |
| Volume de pâte (L)                         | 296               | 283              | 276              |

Tableau 2.17 Compositions réelles des bétons fabriqués lors de la seconde gâchée

| Mesure                               |            | B <sub>DREF</sub> | B <sub>DMK</sub> | B <sub>DLL</sub> |
|--------------------------------------|------------|-------------------|------------------|------------------|
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> ) |            | 2 403             | 2 452            | 2 441            |
| Air occlus (%)                       |            | 0,3               | 1,5              | 0,8              |
| Affaissement au cône d'Abrams (mm)   | t = 0 min  | 22                | 21               | 22,5             |
|                                      | t = 15 min | n.m.              | 19               | 21               |
|                                      | t = 30 min | 11,5              | 16,5             | 17               |
|                                      | t = 45 min | 11,5              | 14,5             | 12               |
|                                      | t = 60 min | 5,5               | 14               | 8,5              |
| Écoulement au cône inversé (s)       | t = 0 min  | 3                 | 33               | 8                |
|                                      | t = 15 min | 5                 | 21               | 7                |
|                                      | t = 30 min | 5                 | 23               | 3                |
|                                      | t = 45 min | 5                 | 13               | 4                |
|                                      | t = 60 min | n.m.              | 11               | 4                |

Tableau 2.18 Mesures réalisées à l'état frais pour les bétons de la seconde gâchée

Les valeurs de masses volumiques et d'air occlus sont similaires à celles obtenues lors de la première gâchée. Cette fois-ci, il a été possible de maintenir un affaissement de classe S4 pendant au moins 30 minutes pour B<sub>DMK</sub> et B<sub>DLL</sub>. Pour B<sub>DMK</sub> un affaissement de classe S3 a d'ailleurs été obtenu 1 heure après la vidange du malaxeur.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Les mesures d'écoulement au cône inversé de  $B_{DREF}$  sont les mêmes que celles de la première gâchée. Celles de  $B_{DLL}$  sont également sensiblement les mêmes que lors de la première gâchée malgré une viscosité qui semble un peu plus importante en sortie de malaxeur. Pour  $B_{DMK}$  la viscosité est supérieure à celle mesurée lors de la première gâchée. Ceci peut potentiellement être dû à un dosage supérieur en superplastifiant. La viscosité semble cependant diminuer au cours du temps. Le superplastifiant utilisé a en effet une action en deux temps. Une partie des molécules de polymère est libre tandis que le reste est encapsulé. Ces « capsules » se dissolvent au cours du temps une fois incorporées au sein du béton frais. La libération progressive de nouvelles molécules permet une re-fluidification du mélange au cours du temps.

Les mesures de contrôle des résistances à la compression sont récapitulées au sein du tableau 2.19.

| Résistance moyenne à la compression (MPa) | $B_{DREF}$ | $B_{DMK}$ | $B_{DLL}$ |
|---|------------|-----------|-----------|
| 8 heures                                  | 30         | 19,8      | 16,5      |
| 28 jours                                  | 67,2       | 66,5      | 41,6      |

Tableau 2.19 Résistances à la compression mesurées pour les bétons de la seconde gâchée

L'application d'un traitement thermique de 8 heures à 40 °C pour la référence contre 7 heures à 30 °C lors de la première gâchée explique que la résistance obtenue à 8 heures soit plus élevée et réduite à 28 jours. Les résistances obtenues pour  $B_{DMK}$  sont cette fois-ci supérieures à celles obtenues pour  $B_{DLL}$ . L'ajustement de l'adjuvantation a potentiellement amélioré l'état de dispersion des particules de ciment et de métakaolin au sein du mélange, favorisant une meilleure hydratation de ces derniers au jeune âge. Les résistances atteintes à 28 jours pour ces deux bétons sont en revanche semblables à celles obtenues lors de la première gâchée.

D'une manière générale, il ressort de ces essais que les bétons réalisés lors de la seconde gâchée sont équivalents à ceux fabriqués lors de la première. Dans les paragraphes qui suivent, l'intérêt se portera sur les propriétés de durabilité de ces bétons. Les bétons décarbonés ne respectant pas les prescriptions de la norme NF EN 206/CN, les valeurs mesurées seront analysées à l'aide des prescriptions du fascicule FD P 18-480, permettant l'application de l'approche performantielle.

### 3.2. Porosité à l'eau

La mesure de la porosité à l'eau est une première approche simple d'estimation de la performance de durabilité d'un béton. Les mesures réalisées sont récapitulées au sein du tableau 2.20. Les mesures de résistivité sont également présentées car elles permettront de caractériser les bétons selon l'approche performantielle.

| Mesures   |                 | $B_{DREF}$ | $B_{DMK}$ | $B_{DLL}$ |
|---|-----------------|------------|-----------|-----------|
| Résistivité moyenne ( $\Omega.m$ )                              |                 | 60,3       | 439       | 45,7      |
| Porosité à l'eau (%)  | Moyenne         | 13,9       | 12,0      | 12,4      |
|   | Caractéristique | 15,0       | 12,9      | 13,3      |
| Porosité à l'eau caractéristique/Fraction volumique de pâte (%) |                 | 50,7       | 45,6      | 48,2      |

Tableau 2.20 Mesures de résistivité et de porosité à l'eau

Pour rappel, la valeur caractéristique a été calculée à l'aide de l'équation 1.2, à partir de la valeur moyenne et en appliquant un coefficient de variation sécuritaire.

Les porosités mesurées pour  $B_{DMK}$  et  $B_{DLL}$  sont inférieures à celle de  $B_{DREF}$ . Cette différence s'explique principalement par la teneur en eau plus faible des bétons décarbonés. Cette diminution provoque

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

une réduction des distances entre grains solides en suspension dans le mélange. Malgré la plus faible teneur en espèces réactives, la quantité d'hydrates à produire pour combler les espaces entre grains est plus faible et la porosité résultante est plus faible.

La porosité de  $B_{DMK}$  est inférieure à celle de  $B_{DLL}$  malgré une teneur en eau similaire. Il a en effet été vu que la réaction pouzzolanique du métakaolin permettait de réduire la porosité par rapport au mélange à base d'additions calcaires. Pour l'application de l'approche performantielle, la valeur caractéristique calculée de la porosité à l'eau est divisée par la fraction volumique de pâte. Dans le cadre de cette étude, le volume de pâte correspond au volume représenté par l'eau, l'air occlus et les constituants du liant.

Par comparaison avec les valeurs indiquées dans le FD P 18-480, il peut être considéré que les différents bétons pourraient potentiellement respecter les classes d'expositions suivantes :

|             | $B_{DREF}$ | $B_{DMK}$ | $B_{DLL}$ |
|-------------|------------|-----------|-----------|
| DUP 50 ans  | XC2        | XC4       | XC4       |
| DUP 100 ans |            |           |           |

Ces résultats sont encourageants pour l'utilisation de ces bétons pour des applications nécessitant des résistances à la carbonatation élevées. Cependant, il est précisé dans le fascicule FD P 18-480 que, pour confirmer le respect de la classe XC4, un essai de carbonatation accélérée doit être réalisé. Les résultats obtenus pour cet essai sont présentés dans le paragraphe suivant.

### 3.3. Carbonatation accélérée

Les résultats obtenus à la suite des essais de carbonatation accélérée sont présentés au sein du tableau 2.21. Les photos des éprouvettes prises après 70 jours de cure  $CO_2$  sont présentées à la figure 2.66.

| Mesures  |                 | $B_{DREF}$ | $B_{DMK}$ | $B_{DLL}$ |
|--|-----------------|------------|-----------|-----------|
| Résistivité moyenne ( $\Omega.m$ )                       |                 | 60,3       | 439       | 45,7      |
| Vitesse de carbonatation accélérée ( $mm/(jour)^{0,5}$ ) | Moyenne         | 0,3        | 0,9       | 1,4       |
|  | Caractéristique | 0,41       | 1,24      | 1,92      |

*Tableau 2.21 Mesures de résistivité et de carbonatation accélérée.*

La vitesse de carbonatation accélérée mesurée pour les bétons décarbonés est plus élevée que celle de  $B_{DREF}$ . La problématique liée à la carbonatation de la matrice cimentaire est la réduction progressive de son pH. Si le pH de la matrice à proximité d'armatures en acier est trop faible, celles-ci deviennent sujettes à la corrosion. Les produits de corrosion formés, tels que la rouille, plus volumineux, peuvent alors provoquer la fissuration du béton.

La vitesse de propagation du  $CO_2$  dépend du coefficient de diffusion du  $CO_2$  au sein du béton, contrôlé d'une part par sa perméabilité, elle-même dépendante de sa porosité. La formation d'un réseau segmenté de pores plus fins rend le béton moins perméable. Le  $CO_2$  pénètre à une moindre profondeur pour un même laps de temps.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Cependant, pour une même vitesse de propagation du  $\text{CO}_2$  c'est surtout une « vitesse de réduction du pH » de la matrice cimentaire qui importe. Cette vitesse est contrôlée par la composition chimique de la matrice cimentaire. Son pH est majoritairement contrôlé par sa teneur en portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Plus sa teneur est élevée et plus une quantité importante de  $\text{CO}_2$  doit réagir pour faire baisser le pH jusqu'au seuil critique induisant la corrosion.

De plus, la formation de carbonates peut également participer à ralentir la propagation du  $\text{CO}_2$ . En effet, si ces derniers occupent un volume plus important que les espèces carbonatées, ils peuvent combler en partie la porosité et rendre le béton moins perméable. Selon Morandea et al [179], les hydrates autres que la portlandite peuvent être en partie carbonatés. Une matrice cimentaire pauvre en portlandite peut donc également bénéficier de ce mécanisme.

Ainsi, les bétons  $B_{\text{DMK}}$  et  $B_{\text{DLL}}$  présentent des vitesses de carbonatation plus élevées que la référence du fait de leurs teneurs plus faibles en ciment Portland. D'une part, une quantité de portlandite plus faible est produite, d'autre part, la réaction pouzzolanique du métakaolin la consomme. La vitesse plus faible de  $B_{\text{DMK}}$  par rapport à  $B_{\text{DLL}}$  montre cependant l'importance de la porosité. La formation d'un réseau de pores segmenté et affiné par la réaction pouzzolanique permet à ce béton de mieux résister à la carbonatation. Aussi, la formation d'hydrates supplémentaires par la consommation de la portlandite participe à cette résistance (Papadakis et al, [180]).

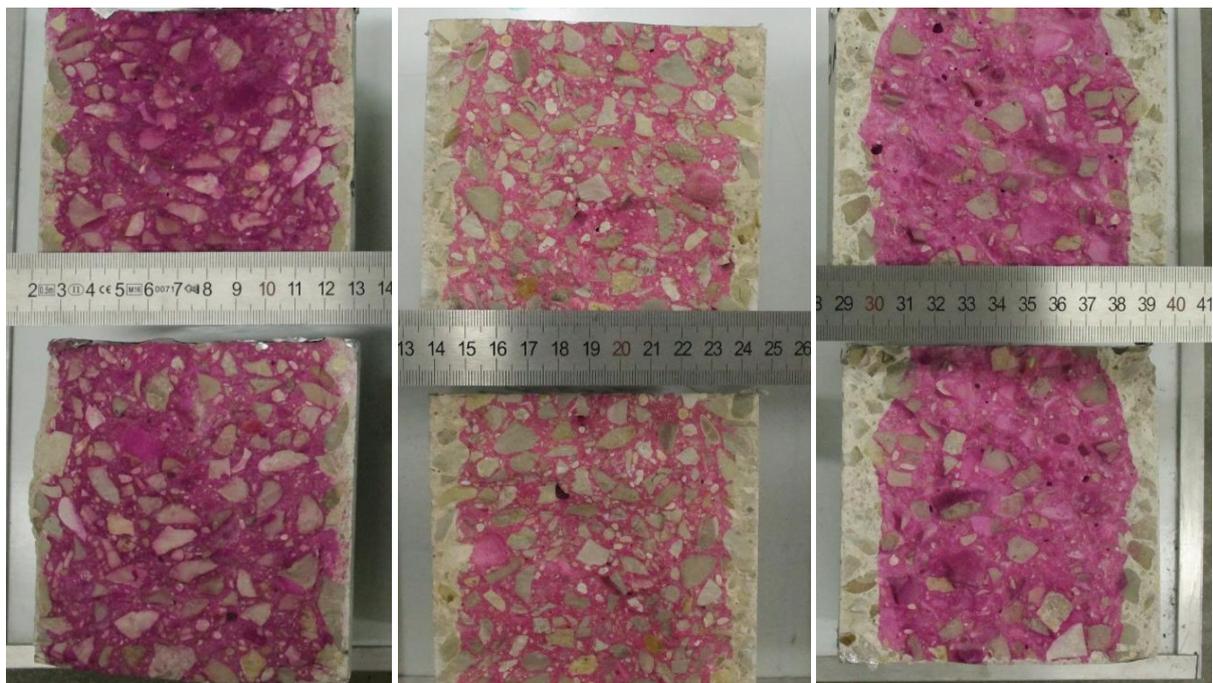


Figure 2.66 Fronts de carbonatations mesurés pour les bétons  $B_{\text{DREF}}$  (à gauche),  $B_{\text{DMK}}$  (au centre) et  $B_{\text{DLL}}$  (à droite) après 70 jours de cure  $\text{CO}_2$

Par comparaison avec les valeurs indiquées au sein du FD P 18-480, il peut être considéré que les différents bétons pourraient potentiellement respecter les classes d'expositions suivantes :

|             | $B_{\text{DREF}}$ | $B_{\text{DMK}}$ | $B_{\text{DLL}}$ |
|-------------|-------------------|------------------|------------------|
| DUP 50 ans  | XC4               | XC4              | XC2              |
| DUP 100 ans |                   |                  |                  |

Les résultats obtenus par l'essai de carbonatation accélérée permettent de classer différemment les bétons vis-à-vis des classes d'exposition XC en comparaison avec les résultats de porosité à l'eau. En effet, bien que la classe XC4 soit confirmée pour  $B_{\text{DMK}}$  et  $B_{\text{DREF}}$ , seuls les critères de la classe XC2 sont respectés pour  $B_{\text{DLL}}$ .

### 3.4. Résistivité et migration des ions chlorure

Les mesures de résistivité et de coefficient de diffusion des ions chlorure sont récapitulées dans le tableau 2.22. Pour rappel, le coefficient de vieillissement dépend de la composition du liant et décrit la diminution du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure dans le béton en fonction du temps. Il s'agit un coefficient utilisé lors de l'application de l'approche performantielle pour prendre en compte le caractère pouzzolanique ou hydraulique latent de certaines additions et leur influence sur la microstructure.

| Mesures   |                 | B <sub>DREF</sub> | B <sub>DMK</sub> | B <sub>DLL</sub> |
|---|-----------------|-------------------|------------------|------------------|
| Coefficient de vieillissement   |                 | 0,3               | 0,4              | 0,3              |
| Résistivité moyenne (Ω.m)   |                 | 60,3              | 439              | 45,7             |
| Coefficient de diffusion des ions chlorures (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> /s) | Moyenne         | 17                | 1,3              | 70               |
|   | Caractéristique | 23,4              | 1,8              | 96,2             |

Tableau 2.22 Coefficients de vieillissement, résistivité et coefficient de diffusion des ions chlorure

Premièrement, la résistivité moyenne mesurée pour B<sub>DMK</sub> est bien supérieure à celles des autres bétons. La résistivité des granulats étant très supérieure à celle de la matrice cimentaire, c'est donc bien de la matrice que dépend la résistivité du béton (Monfore [181], Whittington et al [182]). Cette mesure est relative à la capacité des espèces ioniques à se déplacer au sein du matériau par des mécanismes de diffusion. Ces déplacements sont réalisés par le biais de la porosité et vont donc être limités par la formation d'un réseau poreux déconnecté et tortueux (Feliu et al [183]). Comme observé lors des mesures de porosimétrie au mercure, la pâte du béton B<sub>DMK</sub> doit présenter une porosité affinée et dont la taille critique de pores est réduite. Ceci permettrait donc de favoriser une résistivité plus élevée.

La diffusion des ions chlorure au sein du béton dépend donc en partie du réseau poreux formé au sein de la pâte. Pour améliorer sa résistance à ce type d'agression, il peut donc être pertinent de réduire le volume de pâte (optimisation de la compacité du squelette), réduire le rapport E/L et utiliser des pouzzolanes qui permettent d'affiner les pores sur le long terme. L'apport supplémentaire des pouzzolanes riches en alumine, tel que le métakaolin, est d'ordre chimique. En effet, ces espèces favorisent la formation d'hydrates riches en aluminium comme un gel de C-A-S-H. Par interactions entre les ions Al<sup>3+</sup> et Cl<sup>-</sup> peuvent se former des sels de Friedel. L'utilisation de métakaolin dans le béton favorise donc le captage des ions chlorure et freine leur propagation au sein du béton.

Ces éléments permettent d'expliquer les résultats observés ici. Bien que B<sub>DLL</sub> présente un rapport E/L plus faible que B<sub>DREF</sub>, sa faible teneur en ciment lui confère une barrière chimique peu efficace (faible capacité à capter les ions chlorure). Le béton B<sub>DMK</sub>, quant à lui, présente une valeur de résistivité élevée et un faible coefficient de diffusion, du fait d'une matrice cimentaire performante physiquement et chimiquement contre la propagation des ions chlorure.

Par comparaison avec les valeurs indiquées au sein du FD P 18-480, il peut être estimé que les bétons réalisés lors de cette étude pourraient potentiellement respecter les classes d'exposition suivantes ci-dessous. Dans ce cas, le béton B<sub>DMK</sub> s'illustre par rapport aux deux autres.

|             | B <sub>DREF</sub> | B <sub>DMK</sub> | B <sub>DLL</sub> |
|-------------|-------------------|------------------|------------------|
| DUP 50 ans  | Aucune            | XS1 à XS3m       | Aucune           |
| DUP 100 ans |                   |                  |                  |

## 4. Étude économique et environnementale

Les solutions décarbonées développées au cours de cette étude présentent des propriétés mécaniques et de durabilité intéressantes, les rendant techniquement pertinentes pour des applications diverses. Cependant, leurs pertinences environnementale et économique doivent être vérifiées.

### 4.1. Hypothèses de calcul

Les empreintes carbone des différents bétons réalisés, en kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> ont été calculées en prenant en compte l'ensemble des étapes du cycle de vie à partir de la fabrication des matières premières jusqu'à la fabrication du produit en béton. Les hypothèses utilisées pour les calculs sont présentées dans les paragraphes qui suivent. Les données économiques utilisées (coûts matières premières, transport et traitement thermique) ne seront pas détaillées dans ce manuscrit. Les résultats seront donc exprimés en pourcentage par rapport au coût de la référence béton. Aussi, les calculs de coûts sont représentatifs de l'état du marché en fin d'année 2022. Les tendances présentées sont donc indicatives et amenées à changer (évolution de l'offre et de la demande, disponibilités).

#### 4.1.1. Empreinte carbone des matières premières

L'empreinte carbone des différents constituants des bétons réalisés est rappelée au sein du tableau 2.23. Ces données proviennent de différentes sources qui sont également indiquées au sein de ce tableau.

| Constituant                             | Empreinte carbone (kg.éq.CO <sub>2</sub> /t) | Source                    |
|---|--|---------------------------|
| Ciment CEM I                            | 752  | SFIC [11]                 |
| Métakaolin flash                        | 139  | Argeco Développement [12] |
| Addition calcaire L                     | 43,9   | CCA Europe [13]           |
| Addition calcaire L <sub>2</sub>        | 56,4   | CCA Europe [13]           |
| Sable                                   | 2,6  | UNPG [14]                 |
| Gravillons                              | 2,6  | UNPG [14]                 |
| Superplastifiant et inhibiteur d'argile | 1 880  | EFCA [15]                 |

Tableau 2.23 Empreinte carbone des différents constituants utilisés (étapes A1 à A3 de l'ACV)

Les empreintes carbone retenues prennent en compte l'étape de « Production », qui correspond en ACV (Analyse de Cycle de Vie) aux phases A1 à A3 : acquisition des matières premières, transport vers l'usine de transformation et fabrication du produit manufacturé. La prise en compte de l'empreinte carbone des constituants dans l'empreinte totale du produit a été faite de la même manière que pour les mortiers de l'étude préliminaire. Seul le traitement thermique a été pris en compte en termes de procédés de fabrication.

#### 4.1.2. Transport des matières premières

La prise en compte de l'empreinte carbone liée au transport des matières premières jusqu'au site de fabrication du béton est primordiale. Les constituants utilisés pour le développement de solutions décarbonées présentent des empreintes carbone beaucoup plus faibles que celle du ciment. Cependant, passer d'un liant à composant unique à un liant binaire ou ternaire multiplie d'autant les étapes de transports.

En termes de distances, il est considéré qu'en moyenne le ciment parcourt 150 km et les granulats 30 km par transport routier, du fournisseur au site de production. Concernant les adjuvants, il ne semble pas exister de valeur moyenne. La difficulté apportée par ce constituant est que chaque béton représente une demande en adjuvant spécifique, en termes d'action (plastifiant, entraîneur d'air, etc.)

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

et de composition (adéquation avec le ciment utilisé, teneur en Cl<sup>-</sup>). Ainsi, il ne peut pas être considéré que les fabricants de produits en béton se fournissent toujours de manière locale. La ressource étant cependant relativement répartie sur le territoire, il a été décidé de prendre une hypothèse de 400 km comme distance moyenne parcourue par les adjuvants.

Concernant le métakaolin et les additions calcaires, il n’y a pas non plus de valeur moyenne définie. Ces ressources ne sont en effet pas autant réparties que les autres sur le territoire français. Les distances prises en compte pour ces dernières sont donc les distances réelles par rapport aux sites de production. Le métakaolin et l’addition calcaire L<sub>f</sub> utilisés ont des géolocalisations fixes. L’addition calcaire L a également une provenance connue mais il existe d’autres sites de production d’additions calcaires similaires en France. Pour la réalisation de l’étude économique et environnementale, les calculs ont été réalisés pour deux positions géographiques réelles : Bordeaux et Lille. La première a été choisie car avantagée par rapport à la localité des différentes additions minérales et la seconde car fortement désavantagée.

Une troisième hypothèse a également été faite pour ces calculs. Entièrement fictive à l’heure actuelle, elle se base sur un potentiel développement de l’offre et de la demande pour ces additions minérales. Dans ce cas, il peut être imaginé qu’à l’avenir ces ressources soient disponibles localement à la manière des granulats et du ciment. Des distances de transport plus raisonnables ont donc été définies. L’ensemble des distances prises en compte pour ces trois cas de figure est présenté au sein du tableau 2.24.

| Constituant    | Lille   |               | Bordeaux   |               | Hypothèse 3 |               |
|----------------|---------|---------------|------------|---------------|-------------|---------------|
|                | Origine | Distance (km) | Origine    | Distance (km) | Origine     | Distance (km) |
| Sable          | -       | 30            | -          | 30            | -           | 30            |
| Gravillons     | -       | 30            | -          | 30            | -           | 30            |
| Adjuvants      | -       | 400           | -          | 400           | -           | 400           |
| Ciment         | -       | 150           | -          | 150           | -           | 150           |
| Mk             | Fumel   | 830           | Fumel      | 173           | -           | 300           |
| L              | Ferques | 116           | St-Césaire | 134           | -           | 120           |
| L <sub>2</sub> | Salses  | 1 047         | Salses     | 432           | -           | 300           |

*Tableau 2.24 Hypothèses de distances de transport pour l’étude économique et environnementale*

Concernant les types de transports considérés et leur empreinte carbone, les données en provenance de la Base Carbone (Ademe) ont été utilisées. Pour le transport des granulats, un véhicule de type Benne TP dont l’empreinte carbone est de 0,117 kg.éq.CO<sub>2</sub>/km (pour 1 tonne de matière) est pris en compte. Pour les adjuvants et les pulvérulents, il s’agit d’un camion-citerne d’une empreinte de 0,098 kg.éq.CO<sub>2</sub>/km. Pour rapporter ces empreintes au m<sup>3</sup> de béton réalisé, elle sont rapportées à 1 kg de constituant, puis multipliées par la masse de constituant au sein du mélange ainsi que la distance parcourue par ce dernier.

### 4.1.3. Traitement thermique

Comme lors de l’étude préliminaire sur mortiers, des compteurs électriques ont été utilisés afin de mesurer la consommation des étuves lors de l’application des traitements thermiques. De l’entrée des éprouvettes au sein de l’étuve à leur sortie, les consommations suivantes ont été mesurées :

- traitement T<sub>1</sub> (7 heures à 30 °C) : 2,1 kWh ;
- traitement T<sub>2</sub> (8 heures à 40 °C) : 3 kWh.

Une empreinte carbone de 0,105 kg.éq.CO<sub>2</sub>/kWh (données Cerib) et un volume de béton chauffé d’environ 70 litres pour chaque gâchée ont été considérés. Des empreintes carbonées de

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

3,2 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> et 4,5 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> ont été calculées pour T<sub>1</sub> et T<sub>2</sub> respectivement. Bien que correspondant au cas réel de l'étude, cette hypothèse de calcul n'est pas représentative de la réalité industrielle. En effet, la consommation des enceintes de traitement thermique dépend de plusieurs facteurs. D'une part des caractéristiques du produit curé :

- dégagement de chaleur ;
- capacité calorifique du béton ;
- volume chauffé, dimensions de la pièce, nature du moule.

D'autre part de celles de l'enceinte :

- taille ;
- source de l'énergie (électricité, fioul, gaz) ;
- déperditions thermiques.

Des données ont été recueillies par le Cerib (Bresson [184]) afin d'estimer les consommations moyennes liées aux traitements thermiques appliqués en usine. À partir de ces données, Petitpain [185] a déterminé que les consommations énergétiques liées à l'application de paliers de 30 °C et 40°C étaient telles qu'indiquées au sein du tableau 2.25. Par simplification, il a été considéré que ces cures étaient réalisées en conditions adiabatiques, c'est-à-dire sans déperditions de chaleur. La consommation d'énergie concerne donc uniquement la montée en température et ne prend pas en compte la durée du palier.

| Température de palier | Consommation énergétique associée (MJ/kg de béton) | Consommation énergétique associée (kWh/m <sup>3</sup> de béton) |
|-----------------------|--|---|
| 30 °C                 | 0,10   | 63,9  |
| 40 °C                 | 0,12   | 76,7  |

*Tableau 2.25 Hypothèses de consommations énergétiques associées aux traitements thermiques de l'étude*

En termes d'hypothèses de sources d'énergie, il a été décidé d'appliquer les mêmes que Jacquemot [186] car représentatives des pratiques nationales. Le mix énergétique choisi est défini au tableau 2.26. Les empreintes carbone des différents types d'énergie proviennent de la base de données EcoInvent (version 3.1.7.).

| Source d'énergie | Proportion dans le mix énergétique (%) | Empreinte carbone (kg.éq.CO <sub>2</sub> /kWh) |
|------------------|--|--|
| Électricité      | 60                                     | 0,105  |
| Fioul léger      | 13,3                                   | 0,260  |
| Gaz naturel      | 26,7                                   | 0,250  |

*Tableau 2.26 Hypothèse du mix énergétique choisi et son empreinte carbone*

Ainsi, les empreintes carbone qui ont été calculées pour les deux traitements thermiques T<sub>1</sub> et T<sub>2</sub> sont respectivement de 10,5 et 12,6 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>. Ces hypothèses étant plus pessimistes et vraisemblablement plus réalistes, elles ont été choisies pour l'étude environnementale.

## 4.2. Étude comparative des solutions développées

### 4.2.1. Empreinte carbone

Les résultats d’empreinte carbone (arrondis à l’unité) obtenus pour les bétons de l’étude sont détaillés dans le tableau 2.27 et la figure 2.67.

| Empreinte carbone totale (kg.éq.CO <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> ) | B <sub>REF</sub> | B <sub>MK</sub> | B <sub>LL</sub> |
|---|------------------|-----------------|-----------------|
| Lille   | 276              | 177             | 167             |
| Bordeaux  | 276              | 160             | 160             |
| Hypothèse 3   | 276              | 158             | 159             |

Tableau 2.27 Empreintes carbonées globales des bétons réalisés au laboratoire

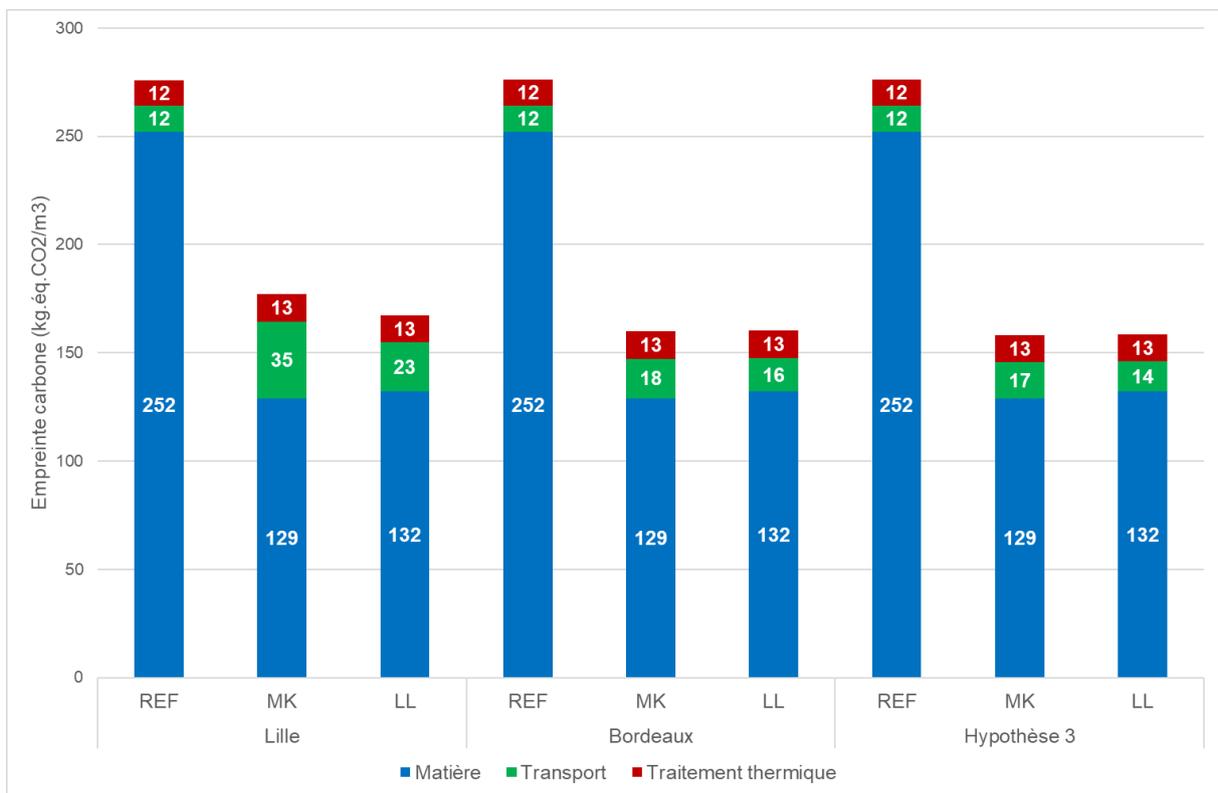


Figure 2.67 Empreintes carbonées globales détaillées des bétons réalisés au laboratoire

La substitution du ciment Portland par des additions minérales permet de réduire fortement l’empreinte carbone matière du matériau. Cependant la multiplication des transports peut avoir un impact important en fonction de la localisation de l’usine de production. Il peut être vu par exemple pour le cas de Lille que l’impact du transport est loin d’être négligeable, du fait de l’origine lointaine du métakaolin et de l’addition calcaire L<sub>r</sub>. Une ville comme Bordeaux est beaucoup plus avantagée de ce point de vue. Finalement, en prenant en compte les distances définies pour l’hypothèse 3, il est possible d’atteindre une empreinte carbone légèrement supérieure à l’objectif de 150 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>. Pour les formulations bas carbone de cette étude, si l’offre en additions minérales était amenée à se développer sur l’ensemble du territoire, il peut être imaginé que le seuil d’empreinte carbone visé pourrait être dépassé. Dans le cas de l’hypothèse 3, l’utilisation des bétons de l’étude permettrait une réduction de 40 % de l’empreinte carbone par rapport à la référence (de l’extraction des matières premières à la sortie du malaxeur).

### 4.2.2. Coût

Les résultats obtenus en termes de coûts des formulations (traitement thermique et transport compris) sont présentés au tableau 2.28 et à la figure 2.68.

| Coût relatif par rapport à la référence (%) | B <sub>REF</sub> | B <sub>MK</sub> | B <sub>LL</sub> |
|---|------------------|-----------------|-----------------|
| Lille                                       | 100              | 141             | 111             |
| Bordeaux                                    | 100              | 120             | 102             |
| Hypothèse 3                                 | 100              | 118             | 100             |

Tableau 2.28 Coûts relatifs des bétons réalisés au laboratoire

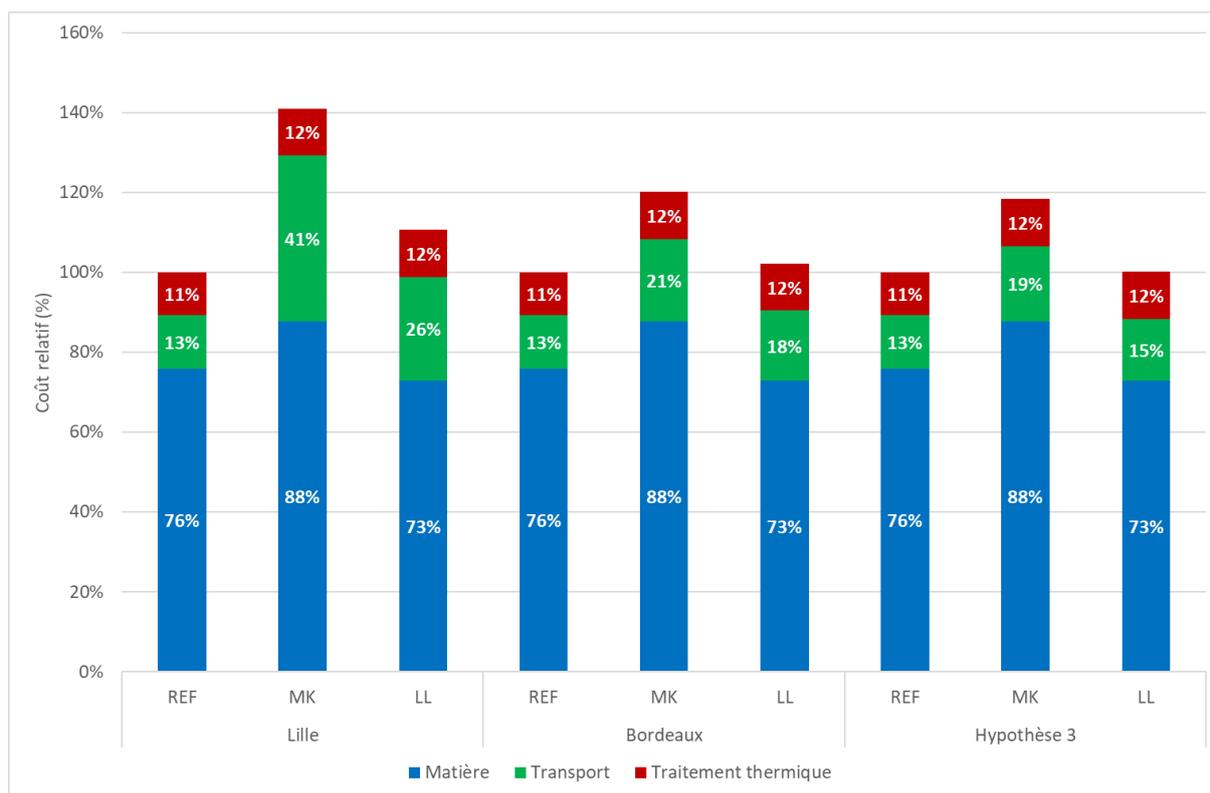


Figure 2.68 Coûts relatifs détaillés des bétons réalisés au laboratoire

En termes de coûts relatifs, il peut être observé que le coût global du béton à base de métakaolin peut être très supérieur à la référence en fonction de la localisation de l'usine. Pour le béton à base d'additions calcaires, les coûts sont proches de la référence bien que supérieurs de 10 % pour Lille. À la différence de l'empreinte carbone de ces différents bétons, le coût matière du béton à base de métakaolin est cette fois-ci supérieur à celui de la référence. Ceci est dû au fait que le métakaolin et l'addition calcaire L<sub>f</sub> ont été considérés comme ayant des coûts similaires au ciment. L'addition calcaire L quant à elle présente un coût inférieur. La référence étant un mélange de ciment et de L, son coût matière est inférieur à celui du mélange à base de métakaolin. La plus forte teneur en adjuvants de B<sub>MK</sub> explique également cette tendance.

Cependant, de manière similaire à l'empreinte carbone, il peut être observé que les coûts liés au transport peuvent avoir un impact important. La nécessité de disposer des différentes ressources minérales dans un périmètre réduit apparaît encore une fois pour rendre viable l'utilisation de ces solutions bas carbone.

## 5. Conclusion

L'application à l'échelle du béton des solutions liantes bas carbone a permis de démontrer leur intérêt pour la fabrication de produits préfabriqués. La réduction de la teneur en eau et l'application d'un traitement thermique ont permis d'apporter les performances mécaniques requises au jeune âge. La réaction pouzzolanique du métakaolin a permis d'atteindre une résistance à la compression proche de celle de la référence à 28 jours.

La réaction pouzzolanique et la réduction d'eau permettent également d'atteindre des performances de durabilité proches voire supérieures à celles de la référence. Notamment du fait que la porosité du béton obtenu soit de dimensions réduites et segmentée. Le béton à base d'additions calcaires est moins performant mais pourrait être utilisé pour des produits moins exposés aux agressions environnementales (placés à l'intérieur des bâtiments par exemple).

La maniabilité et son maintien dans le temps sont les points d'attention principaux relatifs à l'utilisation de ces solutions bas carbone. Le faible rapport E/L requis leur confère une sensibilité accrue aux variations de quantité d'eau efficace lors de leur fabrication. Leur utilisation requiert donc une maîtrise supérieure de la teneur en eau, notamment par le contrôle régulier de l'humidité des granulats utilisés. Le recours à une adjuvantation adaptée a néanmoins permis de répondre aux exigences du cahier des charges en termes de performances rhéologiques. La viscosité élevée de ces bétons peut en revanche nécessiter une adaptation des procédés de fabrication. La puissance des appareils de serrage généralement utilisés en usine permet néanmoins de pallier cette problématique.

Concernant l'empreinte carbone des solutions développées, elle est proche de l'objectif fixé de  $150 \text{ kg.}\dot{\text{e}}\text{q.CO}_2/\text{m}^3$ . L'étude environnementale a révélé que les distances de transport des constituants pouvaient avoir un impact considérable sur cette empreinte. Pour que ces solutions soient environnementalement viables, un élargissement de la disponibilité des additions minérales utilisées est nécessaire. Ceci permettrait aussi probablement d'améliorer la viabilité économique des solutions développées.

## Chapitre 4 : Application en usine

Afin de valider les bétons développés au laboratoire dans un contexte industriel, des essais ont été réalisés pour la fabrication de produits à l'échelle 1. Au sein de ce chapitre sont présentés les MCI et leur méthode de production, les difficultés surmontées ainsi que les résultats des différents essais réalisés.

### 1. Les Murs à Coffrage Intégré (MCI)

Les MCI sont des produits préfabriqués en béton armé. Ils sont constitués de deux parois en béton, reliées entre elles par des armatures ou des connecteurs, et parfois d'une couche d'isolation directement intégrée au mur.



Figure 2.69 À gauche, MCI assemblés sur chantier [187] ; à droite, schéma de la coupe d'un MCI isolé [188]

Les MCI sont assemblés en usine puis envoyés sur chantier. Une fois positionnés et stabilisés, ils font office de coffrage et du béton est coulé entre les deux parois. Des éléments de manutention sont également directement intégrés au produit lors de sa fabrication pour faciliter leur utilisation (transport, déchargement sur site, etc.).

Les MCI sont des produits réalisés en cycles constitués de différentes étapes. Des « tables » métalliques de grandes dimensions sont d'abord préparées (nettoyage, huilage) et équipées pour permettre la réalisation des murs aux géométries et dimensions souhaitées. Les différents éléments à intégrer dans les parois sont alors positionnés dans les moules (cales, armatures et treillis, connecteurs).

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES



Figure 2.70 Table équipée prête pour le coulage du béton

Le béton frais est préparé à l'aide d'une centrale à béton de capacité variable (entre 1 et 2 m<sup>3</sup>). Le malaxeur est vidangé dans une trémie et le béton est transporté pour être coulé au sein du moule. Pour cela, la trémie est équipée d'une multitude de vis sans fin, toutes contrôlables individuellement, afin de pouvoir déverser le béton frais de manière précise au sein du moule.



Figure 2.71 À gauche, coulage du béton au sein du moule à l'aide de la trémie ; à droite, vis sans fin permettant d'entraîner le béton frais hors de la trémie

Une fois le coulage terminé, des mouvements d'oscillations et de vibrations peuvent être appliqués au moule afin de permettre le serrage du béton frais. La présence d'armatures ainsi que les méthodes de coulage et de serrage expliquent la nécessité de formuler un béton de rhéologie adaptée. L'atteinte d'un affaissement S4 facilite la mise en place de ce dernier et l'enrobage des armatures. Aussi, il faut que le béton ne soit ni trop visqueux, afin d'être entraîné par les vis de la trémie, ni trop fluide, pour éviter des phénomènes de ressuage voire de ségrégation lors du coulage et du serrage.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Après avoir été coulée, la première paroi est envoyée dans une enceinte de traitement thermique afin d'accélérer son durcissement. À la fin de cette cure, la table entière est levée puis retournée. En parallèle, une seconde paroi a été fabriquée. La table retournée est alors descendue vers la seconde paroi de sorte que les armatures ou connecteurs de la première soient insérés dans le béton frais de la seconde. Une vibration est appliquée afin de permettre l'enrobage des éléments de connexions par le béton frais de la seconde paroi. La première paroi est alors démoulée et l'ensemble est envoyé dans l'enceinte de traitement thermique.



Figure 2.72 À gauche, opération de retournement de la première paroi ; à droite, descente de la première paroi vers la seconde



Les murs assemblés sont enfin manutentionnés à la verticale à l'aide d'élingues puis placés sur des racks adaptées avant d'être stockés sur site puis envoyés sur chantier.

L'ensemble de ces étapes de manutention sont à l'origine des propriétés mécaniques énoncées dans le cahier des charges. Il est également impératif de s'assurer du bon enrobage des armatures et des boucles de levage au sein des parois pour éviter tout risque lors de ces manutentions.

Il sera vu dans les prochains paragraphes dans quelle mesure les bétons développés dans cette thèse sont adaptés au procédé de fabrication. Les MCI qui ont été produits ont globalement répondu aux attentes industrielles.

Figure 2.73 Démoulage et manutention du MCI assemblé

## 2. Formulations réalisées en usine

Les formulations de béton établies au laboratoire ont été adaptées aux besoins industriels. Des essais ont été réalisés au sein de deux usines. Les résultats présentés concernent l'une d'entre elles. Les granulats et la composition du squelette, le ciment et les adjuvants utilisés habituellement sur site industriel ont été conservés. Seuls la composition du liant (substitution du ciment usuel par les additions minérales), le rapport E/L et les teneurs en adjuvants ont été adaptés.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

Dans un souci de confidentialité, le détail des formulations testées en usine se limite aux compositions liantes (tableau 2.29).

| Compositions (kg/m <sup>3</sup> ) | B <sub>UMK</sub>                       | B <sub>ULL</sub>                      |
|-----------------------------------|--|---------------------------------------|
|                                   | 30 % C + 20 % Mk + 50 % L <sub>2</sub> | 35 % C + 40 % L + 25 % L <sub>2</sub> |
| Ciment CEM I 52,5 R               | 123                                    | 143                                   |
| Métakaolin                        | 80                                     | 0                                     |
| Addition calcaire L               | 0                                      | 174                                   |
| Addition calcaire L2              | 205                                    | 93                                    |
| Eau efficace                      | 145                                    | 145                                   |
| Rapport E/L                       | 0,35                                   | 0,35                                  |
| Volume de pâte (L)                | 307                                    | 305                                   |

Tableau 2.29 Formulations des bétons réalisés en usine.

De crainte qu'une viscosité du béton trop élevée ne soit une contrainte pour la production, il a été décidé d'ajuster la teneur en eau des formulations. Un rapport E/L de 0,35 a donc été retenu. L'augmentation de la teneur en eau par rapport aux formules développées au laboratoire n'a pas eu un impact substantiel sur les propriétés mécaniques atteintes au jeune âge. En effet, pour ce site de production, le traitement thermique appliqué a été d'environ 18 heures à 30 °C. Malgré cette température modérée, la manipulation et le démoulage plus tardifs des produits par rapport à l'étude au laboratoire ont permis de compenser cette perte de résistance.

Dans le cadre de ces essais, 4 prémurs ont été fabriqués. Pour chaque prémur, la première paroi a été réalisée à l'aide du béton B<sub>UMK</sub> et la seconde avec le béton B<sub>ULL</sub>. Deux gâchées ont été réalisées par formulation pour le coulage de l'ensemble des parois. La première a servi à caler la formulation du béton à la centrale, c'est-à-dire ajuster l'adjuvantation. Deux prémurs avec isolation et deux prémurs sans isolation ont été coulés. Pour chaque type de prémur, un de dimensions 1 x 1,20 m et un autre de dimensions 3 x 3 m ont été fabriqués. Les plus petits ont été par la suite envoyés au laboratoire afin de les monter (coulage du béton de remplissage) puis de les exposer en extérieur et réaliser un suivi de leur état au cours du temps.

En parallèle, des essais à l'état frais ont été effectués pour caractériser la rhéologie de ces bétons lors des secondes gâchées. Des éprouvettes ont également été réalisées afin de mener des essais au laboratoire. En suivant les mêmes protocoles que ceux présentés précédemment, les essais suivants ont été faits :

- résistance à la compression sur cubes 10 x 10 x 10 cm ;
- résistance à la traction par fendage sur cylindres 11 x 22 cm ;
- résistivité et coefficient de migration des ions chlorure ;
- porosité à l'eau ;
- vitesse de carbonatation accélérée.

Ainsi, les bétons fabriqués en usine ont pu être caractérisés de la même manière que ceux réalisés en laboratoire, notamment via l'approche performantielle de la durabilité.

### 3. Résultats d'essais

#### 3.1. Essais à l'état frais

Les résultats des essais réalisés à l'état frais sont présentés au tableau 2.30.

| Essais à l'état frais                |        | B <sub>UMK</sub> |          | B <sub>ULL</sub> |          |
|--------------------------------------|--------|------------------|----------|------------------|----------|
|                                      |        | Gâchée 1         | Gâchée 2 | Gâchée 1         | Gâchée 2 |
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> ) |        | 2 397            | n.m.     | 2 380            | 2 380    |
| Air occlus (%)                       |        | 1,8              | n.m.     | 1,8              | 1,9      |
| Affaissement au cône d'Abrams (cm)   | 15 min | n.m.             | 17,5     | 21,5             | 19       |
|                                      | 30 min |                  | 19,5     | n.m.             | n.m.     |
|                                      | 45 min |                  | 16       |                  | 20       |
|                                      | 60 min |                  | 16       |                  | 21,5     |
| Écoulement au cône inversé (s)       | 30 min | n.m.             | 14       | n.m.             | 13       |
|                                      | 45 min |                  | > 60     |                  | 43       |

Tableau 2.30 Résultats des essais réalisés à l'état frais pour les bétons fabriqués en usine (n.m. = non mesuré)

Les masses volumiques mesurées sont légèrement inférieures à celles des bétons réalisés au laboratoire, du fait d'une teneur en eau supérieure. De même pour les mesures d'air occlus. Concernant les propriétés rhéologiques, il peut être observé qu'un maintien d'affaissement S4 a pu être obtenu pendant 1 heure. La durée d'écoulement au cône inversé des mélanges est cependant toujours élevée malgré une augmentation de la teneur en eau.

Néanmoins, la mise en place du béton frais au sein des moules a pu être réalisée sans difficulté particulière. Les bétons ont nécessité une durée de serrage plus importante que dans les pratiques habituelles mais sans poser de problématique particulière dans les cadences de production.

#### 3.2. Résistances mécaniques

Les résistances à la compression et à la traction par fendage mesurées aux différentes échéances de tests sont récapitulées aux seins des tableaux 2.31 et 2.32.

| Résistances moyennes à la compression sur cubes<br>10 x 10 cm (MPa) | B <sub>UMK</sub> |          | B <sub>ULL</sub> |          |
|---|------------------|----------|------------------|----------|
|   | Gâchée 1         | Gâchée 2 | Gâchée 1         | Gâchée 2 |
| 18 heures   | 19,3             | 21,2     | 16,4             | 17,3     |
| 21 heures   | 20,5             | 22       | 17,6             | 18,4     |
| 7 jours   | 41,5             | 43,1     | 31,8             | 32,7     |
| 28 jours  | 57,5             | 59,2     | 38,4             | 38,6     |

Tableau 2.31 Résistances moyennes à la compression mesurées pour les bétons réalisés en usine

Concernant la résistance à la compression, il peut être observé que la résistance mesurée au démoulage (18 heures) est supérieure à la limite imposée de 14 MPa. Les opérations de manutention se sont d'ailleurs déroulées sans aucune contrainte particulière. Les résistances obtenues à 28 jours sont telles que les bétons B<sub>UMK</sub> et B<sub>ULL</sub> peuvent être qualifiés respectivement selon les classes C40/50 et C25/30 (par application des calculs définis par l'Eurocode 2). Le béton B<sub>UMK</sub> répond donc au cahier des charges tandis que B<sub>ULL</sub> n'est pas assez résistant à l'échéance de 28 jours. Les résistances obtenues sont également inférieures à celles mesurées lors des essais en laboratoire, du fait d'une teneur en eau plus élevée.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

| Résistances moyennes à la traction par fendage sur cylindres 11 x 22 cm (MPa) | B <sub>UMK</sub> |          | B <sub>ULL</sub> |          |
|---|------------------|----------|------------------|----------|
|   | Gâchée 1         | Gâchée 2 | Gâchée 1         | Gâchée 2 |
| <b>2 jours</b>  | n.m.             | 1,40     | n.m.             | 1,10     |
| <b>28 jours</b>   |                  | 3,25     |                  | 1,75     |

Tableau 2.32 Résistances moyennes à la traction par fendage mesurées pour les bétons réalisés en usine

Pour les résistances à la traction par fendage, de manière similaire à ce qui a pu être observé au laboratoire, B<sub>UMK</sub> présente des résistances plus élevées que B<sub>ULL</sub>. Encore une fois, l'augmentation de la teneur en eau pénalise les résistances obtenues. En effet, cette augmentation favorise la présence de pores de plus grandes tailles, ce qui, selon la littérature, affecte en particulier la résistance à la traction du matériau.

### 3.3. Résistivité et migration des ions chlorure

Des essais de durabilité ont également été réalisés sur les bétons fabriqués en usine. Les mesures de résistivité et de coefficient de diffusion des ions chlorure ainsi que le facteur de vieillissement sont présentés au tableau 2.33.

|  |                        | B <sub>UMK</sub> | B <sub>ULL</sub> |
|--|------------------------|------------------|------------------|
| <b>Résistivité moyenne (Ω.m)</b>   |                        | <b>417,8</b>     | <b>33,9</b>      |
| <b>Facteur de vieillissement</b>   |                        | <b>0,4</b>       | <b>0,3</b>       |
| Coefficient de diffusion des ions chlorure (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> /s) | Moyenne                | 4,4              | 89               |
|  | <b>Caractéristique</b> | <b>6</b>         | <b>122,4</b>     |

Tableau 2.33 Mesures de résistivité et de coefficient de diffusion des ions chlorure effectuées pour les bétons réalisés en usine

Les tendances observées sont similaires à celles des résultats obtenus sur les bétons de laboratoire. La résistivité du béton B<sub>UMK</sub> est plus élevée grâce au métakaolin mais légèrement inférieure à celle de B<sub>DMK</sub>, du fait d'une teneur en eau supérieure. Pour la même raison, les coefficients mesurés ici sont supérieurs à ceux des bétons développés au laboratoire. Par la comparaison de ces valeurs à celles présentées au sein du FD P 18-480, ces bétons peuvent être qualifiés par l'approche performantielle. Le béton B<sub>UMK</sub> répond aux exigences des classes XS1, XS2 et XS3e pour des DUP de 50 et 100 ans. Le béton B<sub>ULL</sub> ne répond à aucune exigence vis-à-vis des classes d'exposition XS.

### 3.4. Porosité à l'eau

Les mesures de porosité à l'eau sont récapitulées au sein du tableau 2.34.

|  |                 | B <sub>UMK</sub> | B <sub>ULL</sub> |
|--|-----------------|------------------|------------------|
| Porosité à l'eau (%)   | Moyenne         | 12,2             | 13,0             |
|  | Caractéristique | 13,1             | 14,0             |
| <b>Porosité à l'eau caractéristique/Fraction volumique de pâte (%)</b> |                 | <b>42,7</b>      | <b>45,9</b>      |

Tableau 2.34 Mesures de porosité à l'eau effectuée pour les bétons réalisés en usine

Une fois de plus, du fait d'une teneur en eau du mélange supérieure, les mesures de porosité à l'eau sont ici supérieures à celles des formulations génériques. Par application de l'approche performantielle, les bétons B<sub>UMK</sub> et B<sub>ULL</sub> répondent aux exigences des classes XC1 à XC4 pour des DUP de 50 et 100 ans. L'augmentation de la porosité à l'eau par rapport aux bétons de laboratoire est ici compensée par des volumes de pâte plus élevés. Comme expliqué précédemment, un essai de carbonatation accélérée est nécessaire pour confirmer les classes d'exposition XC3 et XC4.

### 3.5. Carbonatation accélérée

Les mesures de vitesse de carbonatation accélérée sont présentées au tableau 2.35.

|  |                 | <b>B<sub>UMK</sub></b> | <b>B<sub>ULL</sub></b> |
|--|-----------------|------------------------|------------------------|
| Vitesse de carbonatation accélérée (mm/(jour) <sup>0,5</sup> ) | Moyenne         | 1,29                   | 0,63                   |
|  | Caractéristique | 1,77                   | 0,87                   |

Tableau 2.35 Mesures de vitesse de carbonatation accélérée effectuées pour les bétons réalisés en usine

Les tendances observées sont cette fois-ci différentes de celles observées pour les bétons réalisés au laboratoire. En effet, la vitesse de carbonatation accélérée mesurée pour B<sub>UMK</sub> est supérieure à celle de B<sub>ULL</sub>. La teneur en eau étant plus élevée pour ces bétons, il est possible que le réseau de pores de B<sub>UMK</sub> soit moins segmenté et plus grossier que celui du béton de laboratoire. Il ne permettrait alors pas de compenser de la même manière la plus faible teneur en portlandite. Par l'application de l'approche performantielle, ces deux bétons répondent aux exigences des classes XC1 à XC4 pour des DUP de 50 et 100 ans. Ce résultat confirme donc ceux obtenus par les essais de porosité à l'eau.

## 4. Étude environnementale

L'étude de l'empreinte carbone réalisée à l'échelle des MCI produits est nécessairement plus complète en termes d'ACV. L'ensemble des étapes du cycle de vie de ces produits a été pris en compte, de l'impact de la fabrication des matières premières, à la fin de vie du MCI. Cette ACV a été réalisée pour un MCI de référence ainsi qu'un MCI bas carbone (réalisé lors des essais en usine).

### 4.1. Cadre de l'ACV

L'ACV a été réalisée en suivant les méthodes et hypothèses définies dans la Fiche de Déclaration Environnementale et Sanitaire (FDES) d'un mur à coffrage intégré (sans béton de remplissage) établie par le Cerib [189] (conforme aux normes NF EN ISO 14025, NF EN 15804+A1 et NF EN 16757 RCP pour le béton et les éléments en béton).

L'unité fonctionnelle considérée est « d'assurer la fonction de coffrage (coffrage et résistance) pour la constitution d'un mur porteur en mur à coffrage intégré sur un mètre carré de paroi ». La paroi est considérée continue (sans ouverture). Le béton de remplissage et les aciers de liaison ne sont pas inclus dans cette unité fonctionnelle.

Le mur à coffrage intégré est constitué de deux parois de 7 cm et 6 cm d'épaisseurs. Pour le MCI de référence, la formulation du béton utilisé pour les parois est celle de B<sub>REF</sub>. Pour le MCI bas carbone, la paroi extérieure, plus épaisse et nécessitant de meilleures performances de durabilité, est réalisée à l'aide du béton B<sub>UMK</sub>. La paroi intérieure correspond au béton B<sub>ULL</sub>. Il est considéré (à partir des masses volumiques mesurées à l'état frais) qu'une masse d'environ 310 kg de béton par mètre carré est nécessaire à la fabrication d'un MCI. Un taux d'acier de 7 kg/m<sup>2</sup> de mur et une durée de vie de 100 ans du produit ont été choisis.

Les différentes étapes de cycle de vie considérées et les hypothèses de calculs associées sont résumées dans les paragraphes suivants. Le détail des méthodes de calculs et des hypothèses sont présentés dans la FDES du Cerib (en libre accès).

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

### 4.1.1. Étapes de production : A1-A3

Il s'agit de l'ensemble des étapes menant à la fabrication du MCI. Sont compris la production des matières premières et leur transport jusqu'à l'usine ainsi que la fabrication du MCI. Ces étapes sont schématisées à la figure 2.74.

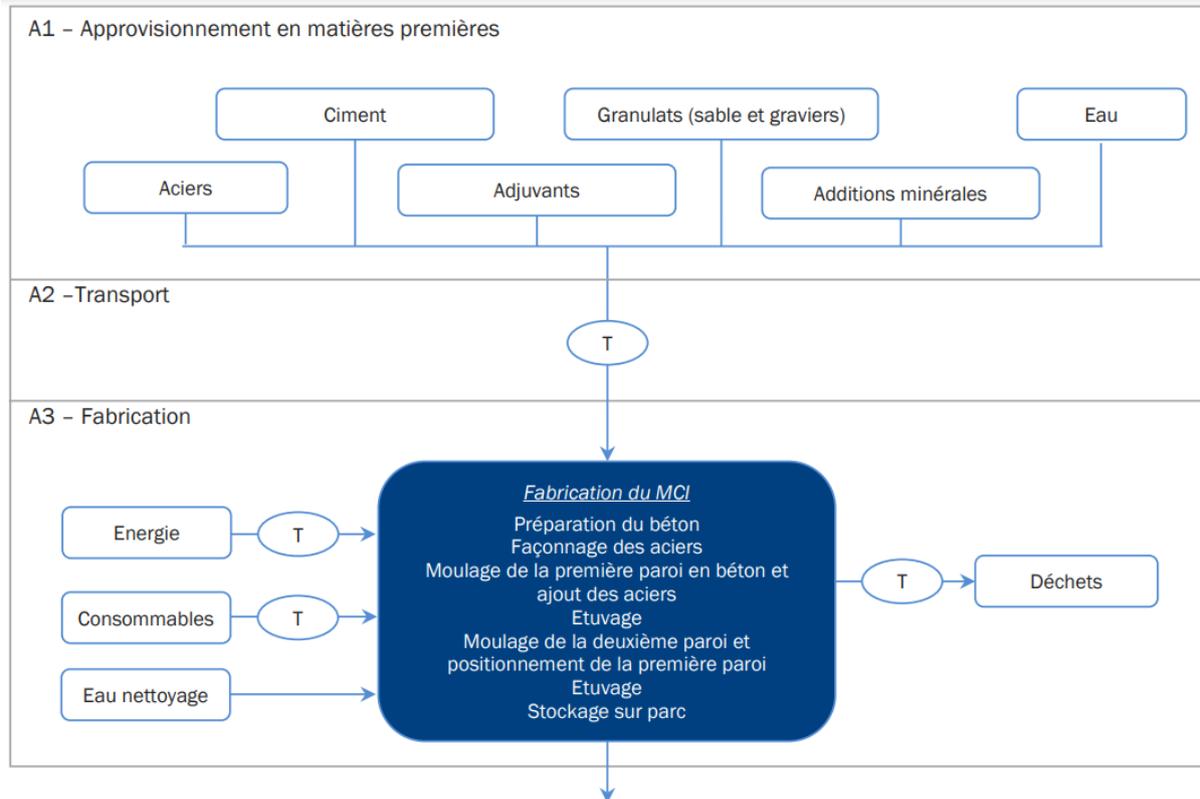


Figure 2.74 Intrants et extrants pris en compte pour les étapes de production A1-A3 de l'ACV [189]

Les empreintes carbone des bétons fabriqués en usine ont été calculées de la même manière que pour ceux fabriqués en laboratoire. Les hypothèses retenues pour l'empreinte carbone des constituants (A1) et du transport (A2) sont donc les mêmes. Les empreintes carbone calculées sont récapitulées au sein du tableau 2.36.

|  | B <sub>REF</sub> | B <sub>UMK</sub> | B <sub>ULL</sub> |
|--|------------------|------------------|------------------|
| Empreinte carbone matière (kg.éq.CO <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> )   | 252              | 126              | 130              |
| Empreinte carbone transport (kg.éq.CO <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> ) | 12               | 17               | 14               |

Tableau 2.36 Empreintes carbone matières et transport des bétons réalisés en usine

L'empreinte carbone relative à l'acier a été prise en compte avec une hypothèse de 0,63 kg.éq.CO<sub>2</sub>/kg pour l'empreinte carbone matière (base de données Ecolvent) et une hypothèse de 400 km pour la distance de transport.

L'empreinte liée à la fabrication (A3) est considérée comme étant la même pour le MCI de référence et le MCI bas carbone. Une valeur de 1,6 kg.éq.CO<sub>2</sub>/UF a été prise pour cette étape.

#### 4.1.2. Étapes de construction : A4-A5

Ces étapes considèrent le transport des MCI du site de production vers le chantier, la production et le transport de produits complémentaires requis pour la pose des murs ainsi que leur mise en œuvre sur le chantier (figure 2.75).

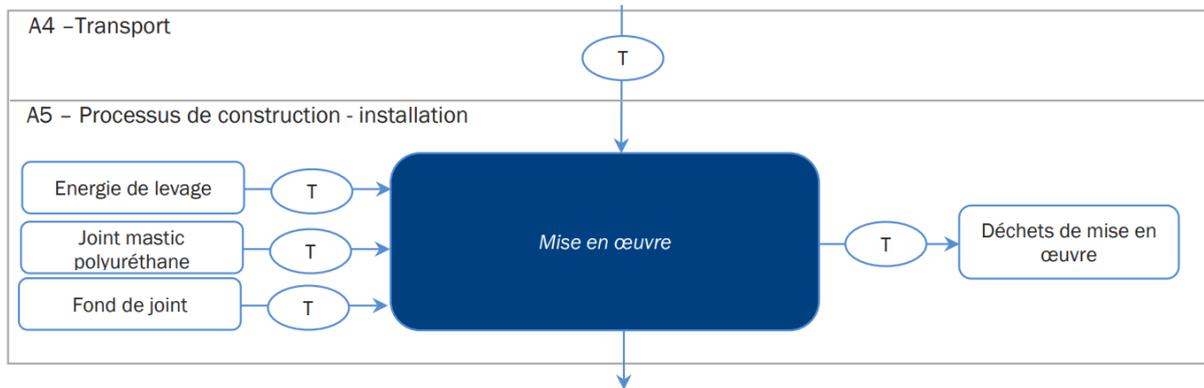


Figure 2.75 Intrants et extrants pris en compte pour les étapes de construction A4-A5 de l'ACV [189]

Pour ces étapes, les mêmes valeurs ont été calculées pour les deux MCI.

#### 4.1.3. Étapes de vie en œuvre : B1-B7

Les étapes de vie en œuvre concernent l'utilisation (B1), la maintenance, la réparation, le remplacement et la réhabilitation (B2 à B5) ainsi que l'utilisation de l'énergie et de l'eau (B6 et B7). Dans notre cas, c'est principalement l'utilisation (B1, figure 2.76) qui est au centre de l'intérêt.

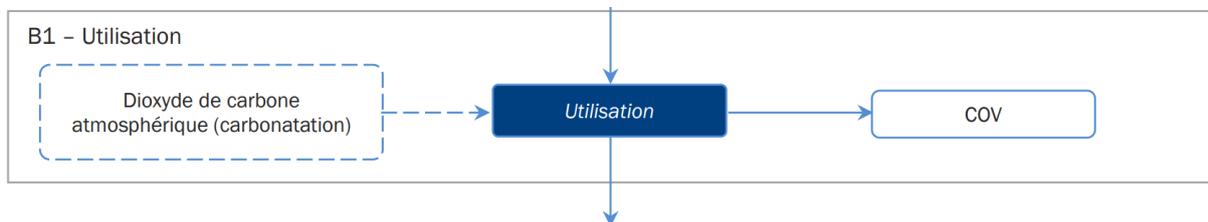


Figure 2.76 Intrants et extrants pris en compte pour l'étape d'utilisation B1 de l'ACV [189]

En théorie, l'avantage des bétons à base de ciment Portland d'un point de vue de l'ACV est qu'ils se carbonatent davantage au cours de leur utilisation. Leur empreinte carbone sur l'ensemble du cycle de vie est ainsi réduite, du fait du captage naturel du CO<sub>2</sub> par le béton. Les bétons bas carbone développés sont moins riches en espèces carbonatables. Ainsi, la réduction d'empreinte carbone comptabilisée dans cette étape est potentiellement amoindrie.

La quantité de CO<sub>2</sub> absorbée par le béton au cours de son utilisation va dépendre de sa vitesse de carbonatation ainsi que sa capacité à former des carbonates. Estimer cette absorption par le calcul est néanmoins complexe. En effet, l'absorption du CO<sub>2</sub> par le béton dépend de nombreux paramètres : état de surface, température et humidité de l'environnement, intempéries, etc. Les calculs réalisés sont présentés dans les sous-paragraphe suivants.

##### *Potentiel d'absorption de CO<sub>2</sub> du liant de référence*

Il existe des méthodes de calculs permettant d'estimer la quantité de CO<sub>2</sub> absorbée par le produit en béton au cours de son cycle de vie. Ces méthodes sont définies au sein de la norme NF EN 16757 et du fascicule de documentation FD CEN/TR 17310. La quantité de CO<sub>2</sub> pouvant être absorbée par le béton dépend de la quantité de CaO réactif présent dans le liant. À partir du pourcentage en masse de CaO d'un liant, l'absorption de CO<sub>2</sub> peut être calculée comme ci-après :

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

$$U_{tcc} = w * C * \left( \frac{m_{CO_2}}{m_{CaO}} \right) \quad (\text{Équation 2.35})$$

Avec  $U_{tcc}$  l'absorption théorique maximale (en kg),  $w$  la quantité de CaO réactif (kg CaO/ kg liant),  $C$  la masse de liant (kg),  $m_{CO_2}$  et  $m_{CaO}$  les masses molaires du  $CO_2$  et du CaO.

Pour calculer  $U_{tcc}$ , il faut se référer au fascicule FD CEN-TR 17310. En théorie, la réaction de carbonatation du CaO réactif est la suivante :



En prenant en compte les masses molaires, cela signifie qu'en termes de masses, 56 g de CaO réagissent avec 44 g de  $CO_2$  pour former 100 g de  $CaCO_3$ . Le liant de référence est constitué de 80 % de CEM I et de 20 % d'addition calcaire. Ce ciment est lui-même composé de 62,7 % de CaO. De fait, 1 kg de liant représente  $1 \times 0,8 \times 0,627 = 0,50$  kg de CaO. D'après l'équation chimique précédente, 0,50 kg de CaO réagira avec  $0,50 \times (44/56) = 0,39$  kg de  $CO_2$ . Cette valeur représente la masse maximale de  $CO_2$  avec laquelle 1 kg de liant pourra réagir.

La capacité d'absorption réelle du liant hydraté est inférieure. En effet, en fonction des phases hydratées, le CaO est plus ou moins susceptible de se carbonater. Selon le fascicule, le degré de carbonatation est de 100 % pour la portlandite, 50 % pour les C-S-H, 75 % pour les phases AFm et de 50 % pour l'ettringite (d'après les observations de Engelsen et Justnes [190]). Un exemple des calculs permettant de déterminer la quantité de CaO disponible à la carbonatation par rapport au CaO total pour un ciment Portland est présenté au tableau 2.37.

| Calculs |   | Phases hydratées |      |      |      |                 |
|---------|---|------------------|------|------|------|-----------------|
|         |   | CSH              | CH   | AFm  | Aft  | Toutes          |
| a)      | Teneur en phases hydratées, % (4.1.4)   | 50               | 25   | 10   | 10   | 95              |
| b)      | Rapport molaire du CaO  | 0,42             | 0,76 | 0,36 | 0,27 | -               |
| c)      | CaO dans la phase hydratée du ciment, %<br>{= a) × b)}                        | 21               | 19   | 3,6  | 2,7  | 46 <sup>a</sup> |
| d)      | Degré supposé de carbonatation dans le ciment hydraté, % (Tableau 5)          | 0,5              | 1    | 0,75 | 0,5  | -               |
| e)      | CaO disponible pour la carbonatation dans le ciment hydraté, %<br>{= c) × d)} | 11               | 19   | 2,7  | 1,3  | 33              |
|         | CaO disponible par rapport au CaO total, %<br>{= [e)/46 <sup>a</sup> ] × 100} | 23               | 41   | 5,8  | 2,9  | 72              |

<sup>a</sup> Valeur de la dernière colonne de la ligne c).

*Tableau 2.37 Calculs de la quantité de CaO disponible à la carbonatation*

Pour un ciment Portland, il est considéré donc qu'en moyenne 75 % de la valeur potentielle d'absorption du  $CO_2$  est réalisée. Pour le liant de référence de cette étude, l'absorption  $U_{tcc}$  estimée est donc de  $0,75 \times 0,39 = 0,29$  kg de  $CO_2$  pour 1 kg de liant.

**Potentiel d'absorption de CO<sub>2</sub> des liants bas carbone.**

Pour le liant ternaire à base d'additions calcaires, les mêmes approximations de calculs ont été réalisées. Ainsi, en considérant un liant à base de 35 % de ciment Portland, il peut être considéré que 1 kg de liant représente  $1 \times 0,35 \times 0,627 = 0,22$  kg de CaO. En considérant la valeur moyenne de 75 % de CaO disponible, l'absorption  $U_{tcc}$  de ce liant est estimée à 0,165 kg de CO<sub>2</sub> pour 1 kg de liant.

Pour le liant ternaire à base de métakaolin, le calcul est plus complexe, du fait de la réaction pouzzolanique. L'approximation relative à la teneur en ciment Portland ne peut pas être faite. Il a donc été décidé d'utiliser les mesures d'ATD réalisées sur la pâte à base de métakaolin. La portlandite étant entièrement consommée pour ce système, seules les autres phases hydratées ont été prises en compte. Étant donné que ces dernières n'ont pas été identifiées par diffraction aux rayons X, une approximation a été faite. Les pics mesurés entre 50 et 200°C ont été assimilés à un gel de C-S-H. La formule permettant de calculer la quantité de C-S-H dans cette pâte est la suivante (Stephant [191]) :

$$\%_{C-S-H} = \frac{(m_{50^{\circ}C} - m_{200^{\circ}C}) M_{C-S-H}}{3,2 m_{200^{\circ}C} M_{H_2O}} \quad (\text{Équation 2.37})$$

Le facteur 3,2 correspond à la valeur maximale du rapport H<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> qui est atteinte dans des conditions de cure humide. Ce type de cure n'est pas utilisé en contexte industriel mais cette approximation a été faite étant donné que les liants ternaires de ce type présentent une humidité relative élevée au cours du temps, tel que mesuré par Avet et al [151]. Une masse molaire des C-S-H formés  $M_{C-S-H}$  de 227,4 g/mol a été calculée à partir de la composition moyenne des CSH : (CaO)<sub>1,7</sub>(SiO<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub> (Taylor [192]). Le pourcentage fictif de CSH au sein du liant hydraté a donc été estimé à 31 %. À partir du tableau 2.37, il peut être calculé que la teneur en CaO disponible pour la carbonatation est de 50 % par rapport au CaO total.

En prenant en compte les proportions massiques de chaque constituant du liant ternaire à base de métakaolin, il peut être estimé que sa teneur en CaO est de 18 %. Ainsi, 1 kg de liant ternaire représente 0,18 kg de CaO. La masse maximale de CO<sub>2</sub> avec laquelle pourra réagir 1 kg de liant est de  $0,15 \times (44/56) = 0,14$  kg. Enfin, l'absorption  $U_{tcc}$  de ce liant est de  $0,14 \times 0,5 = 0,07$  kg de CO<sub>2</sub> par kg de liant.

**Absorption de CO<sub>2</sub> du béton**

À partir des données précédentes, l'absorption de CO<sub>2</sub> en kg/m<sup>2</sup> de béton pendant  $t$  années peut être calculée à l'aide l'équation ci-dessous :

$$\text{Absorption de CO}_2 = k * \left( \frac{\sqrt{t}}{1000} \right) * U_{tcc} * C * (D_c) \quad (\text{Équation 2.38})$$

Avec  $k$  la vitesse de carbonatation naturelle et  $D_c$  le degré de carbonatation. Ce degré dépend du type de construction (ouvrage de génie civil ou bâtiment) et de son exposition environnementale. Pour la paroi extérieure, le degré de carbonatation choisi correspond à un bâtiment exposé à la pluie, ce qui correspond à une valeur de 0,85 selon la norme NF EN 16757. Pour la paroi intérieure, il s'agit d'un intérieur en climat sec avec revêtement (peinture ou papier peint) et le degré de carbonatation est de 0,40.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

La vitesse de carbonatation naturelle (en mm/an<sup>0,5</sup>) peut être calculée à partir de la vitesse de carbonatation accélérée (en mm/jour<sup>0,5</sup>). L'équation qui permet ce calcul a été mise au point à l'aide des données collectées lors du projet national PERFDUB :

$$k = V_{acc} * 3,0135 \quad (\text{Équation 2.38})$$

Les vitesses de carbonatation naturelles et les absorptions de CO<sub>2</sub> (en comptant paroi intérieure et paroi extérieure) des différents bétons de l'étude sont récapitulées au sein du tableau 2.38.

|  | MCI de référence                     |                                      | MCI bas carbone                      |                                      |
|--|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
|  | Paroi extérieure<br>B <sub>REF</sub> | Paroi intérieure<br>B <sub>REF</sub> | Paroi extérieure<br>B <sub>UMK</sub> | Paroi intérieure<br>B <sub>ULL</sub> |
| Absorption théorique maximale $U_{tcc}$ (kg)               | 0,29                                 |                                      | 0,07                                 | 0,165                                |
| Vitesse de carbonatation naturelle (mm/an <sup>0,5</sup> ) | 1,2                                  |                                      | 5,4                                  | 2,7                                  |
| Absorption de CO <sub>2</sub> (kg/m <sup>2</sup> )         | 1,22                                 | 0,57                                 | 1,29                                 | 0,72                                 |
| Total (kg/m <sup>2</sup> )                                 | 1,79                                 |                                      | 2,01                                 |                                      |

Tableau 2.38 Vitesses de carbonatation naturelles et absorption de CO<sub>2</sub> des différents MCI au cours de leur utilisation

### 4.1.4. Étapes de fin de vie : C1-C4

Ces étapes concernent la déconstruction, le transport des matériaux de démolition et le traitement des déchets ainsi que l'élimination de ceux non récupérables.

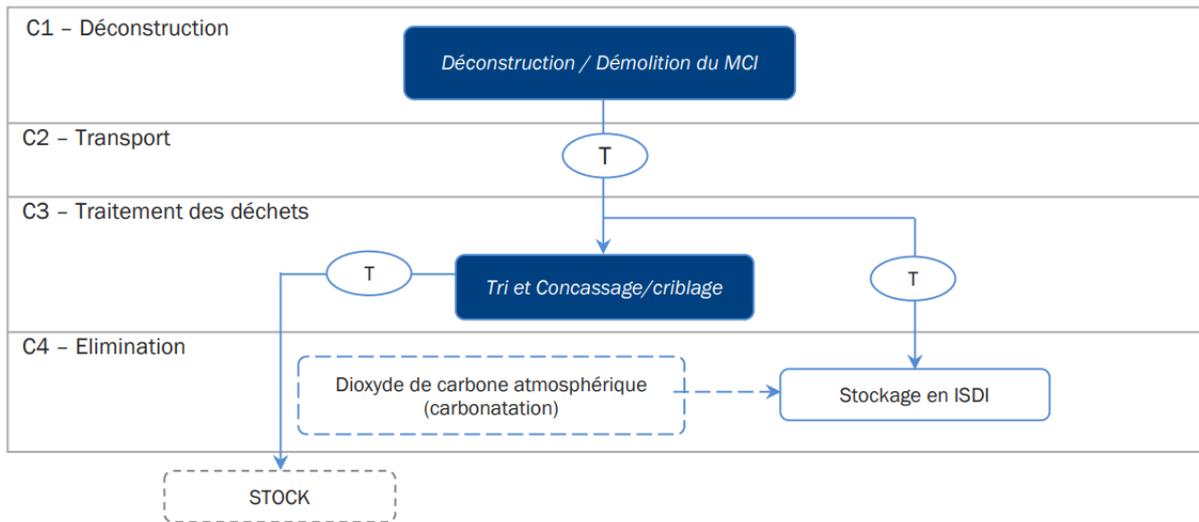


Figure 2.77 Intrants et extrants pris en compte pour les étapes de fin de vie (C1 à C4) de l'ACV [189]

Pour cette étape, les empreintes calculées sont les mêmes entre le MCI de référence et le MCI bas carbone. Il est à ce jour difficile d'estimer si les déchets issus de la déconstruction des bétons bas carbone auront le même potentiel de réutilisation que les bétons actuels.

#### 4.1.5. Potentiel de recyclage/réutilisation/récupération : module D

Ce dernier module correspond à la réutilisation des déchets issus de la déconstruction en tant que granulats recyclés ou en tant qu'aciers secondaires incorporés lors de la production d'autres aciers d'armatures. La prise en compte de ces réutilisations permet de réduire l'empreinte carbone liée au cycle de vie global car elle permet une économie de matières premières.

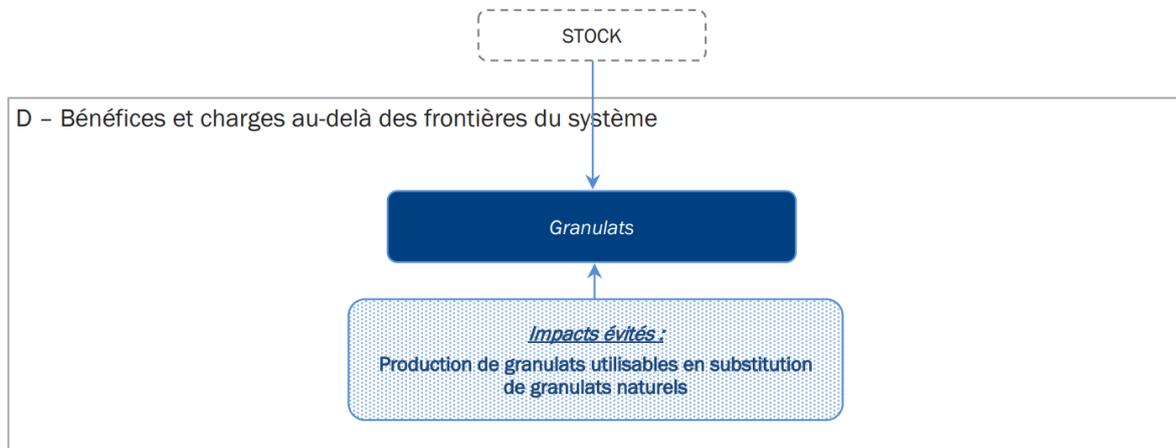


Figure 2.78 Potentiel de réutilisation des déchets traités à la suite de l'étape C4 du cycle de vie [189].

#### 4.2. Résultats de l'ACV

Les empreintes carbonées calculées pour les différentes étapes de cycle de vie du MCI de référence et du MCI bas carbone sont récapitulées au sein du tableau 2.39.

| Empreinte (kg.éq.CO <sub>2</sub> /UF) | A1    | A2   | A3   | A4   | A5   | B1     | C    | D      | Total |
|---------------------------------------|-------|------|------|------|------|--------|------|--------|-------|
| MCI de référence                      | 36,91 | 1,70 | 1,60 | 3,09 | 0,99 | - 1,79 | 3,30 | - 0,23 | 45,56 |
| MCI bas carbone                       | 21,01 | 3,70 | 1,60 | 3,09 | 0,99 | - 2,01 | 3,30 | - 0,23 | 31,45 |

Tableau 2.39 Résultats obtenus pour l'ACV réalisés sur les MCI de référence et bas carbone (UF = Unité Fonctionnelle).

Afin de mieux identifier les différences calculées pour les deux types de MCI, des diagrammes ont été tracés aux figures 2.79 et 2.80.

## PARTIE 2 : SUBSTITUTION DU CIMENT PAR DES ADDITIONS MINÉRALES

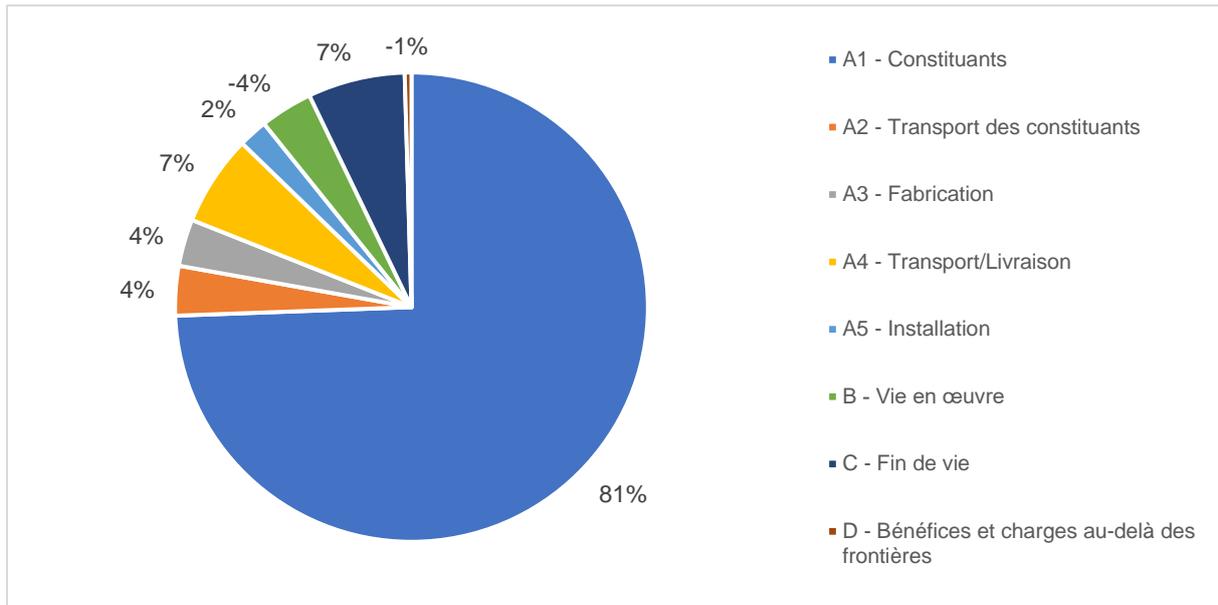


Figure 2.79 Répartition de l'empreinte carbone du MCI de référence pour l'ensemble de son cycle de vie

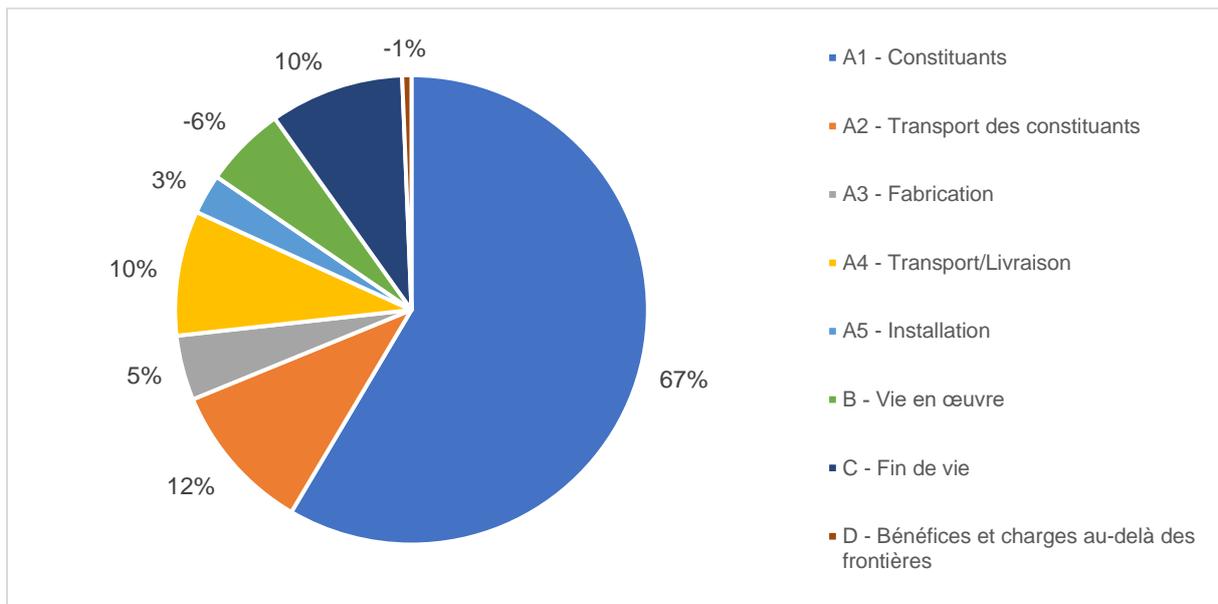


Figure 2.80 Répartition de l'empreinte carbone du MCI bas carbone pour l'ensemble de son cycle de vie

Globalement, par la formulation de bétons bas carbone, une réduction de l'empreinte carbone d'environ 34,5 % a été réalisée sur les étapes A1 à A3 du cycle de vie. À l'échelle du MCI cela représente une réduction d'environ 31 %.

Une réduction considérable de l'empreinte carbone relative aux constituants (A1) a été réalisée (environ 43 %). Cependant, le gain est amoindri par la multiplication des opérations de transport (A2). Concernant la recarbonatation du béton (B1), il était attendu que les bétons bas carbone soient pénalisés, du fait de leurs plus faibles teneurs en portlandite. Cependant, les vitesses de carbonatation naturelles étant plus élevées, une profondeur plus importante de béton est carbonatée sur la durée de vie du MCI. Ainsi, une plus grande quantité de CO<sub>2</sub> serait absorbée.

## 5. Conclusion

Les solutions bas carbone développées dans cette première partie ont été utilisées avec succès sur site industriel. L'ajustement de la teneur en eau a permis de limiter les problématiques liées à la maniabilité (viscosité, maintien). Les essais réalisés ont confirmé la capacité des procédés industriels à pallier ces problématiques.

Malgré l'ajustement de la teneur en eau, les performances mécaniques et de durabilité obtenues répondent au cahier des charges. De fait, l'utilisation de ces bétons n'a pas engendré de complications lors des opérations de démoulage et de manutention. En revanche, il est important de noter que ces propriétés ont été mesurées sur des éprouvettes stockées en salle humide. Elles sont donc représentatives d'une cure idéale. Dans des conditions réelles de stockage (à l'air libre, pour une humidité et une température variables), les performances mesurées seraient probablement amoindries. Il faudrait donc vérifier que, pour d'autres types de cure, les performances atteintes par les bétons développés respectent malgré tout le cahier des charges défini. Dans le cas contraire, il s'agirait d'adapter les dispositions vis-à-vis de la cure des produits ou des enrobages.

Enfin, l'utilisation des formulations liantes bas carbone a permis une réduction de l'empreinte carbone globale du MCI fabriqué de l'ordre de 30 %. En termes d'ACV, il est cependant nécessaire d'étudier davantage la carbonatation de ces bétons sur le long terme afin de calculer plus précisément la réduction d'empreinte carbone liée à ce phénomène.



## Partie 3 : Optimisation de la compacité

L'optimisation de la compacité du mélange est aussi un des leviers permettant de réduire la teneur en clinker au sein du béton. Il peut être considéré comme un matériau biphase composé du squelette granulaire ainsi que de la pâte (ciment/liant et fines de taille inférieure à 63  $\mu\text{m}$ , eau et air occlus). À l'état sec, les granulats et le liant peuvent tous les deux être considérés comme des empilements de particules solides. La compacité de ces empilements est alors par définition le rapport du volume solide réel par le volume apparent de l'empilement de grains (volume solide + volume de vides interstitiels). À l'état frais, la pâte peut être considérée comme un ensemble de particules fines (ciment, additions minérales) en suspension dans l'eau tandis que les granulats sont en suspension dans cette pâte.

Un exemple d'empilement de grains de compacité optimale est représenté par le cercle d'Apollonius à la figure 3.1. Dans le modèle Apollonien, un empilement de grain est idéalement constitué et construit. C'est-à-dire que les tailles de grains au sein du mélange sont parfaitement sélectionnées et proportionnées, de sorte que l'empilement obtenu contienne un volume de vides minimal. Bien entendu, dans le cas réel de la formulation des bétons, ce type d'empilement ne peut pas être atteint : d'une part, les granulométries des constituants utilisés ne sont pas parfaitement proportionnées ; d'autre part, lors du serrage du béton frais, la mise en place aléatoire des différentes tailles de grains provoque la création de défauts d'empilement, réduisant la compacité obtenue par rapport au cas idéal.

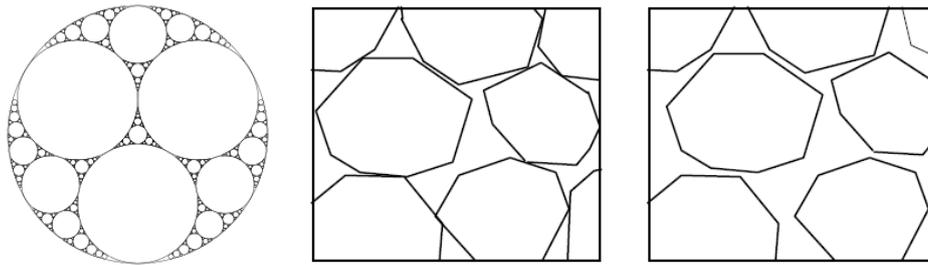


Figure 3.1 Exemple de cercle d'Apollonius (à gauche), empilement compact immobile (au centre) et empilement desserré par un excès de pâte (à droite) [33].

La recherche d'un mélange de compacité maximale permet en théorie d'atteindre un empilement dont la quantité de vides est minimale. Atteindre cet état pour le squelette granulaire signifie que le volume de pâte nécessaire au remplissage des vides (figure 3.1 au centre) et à l'écartement des granulats (figure 3.1 à droite) pour mobiliser l'ensemble est minimal. Optimiser la compacité de la pâte peut permettre de réduire la teneur en clinker pour des performances rhéologiques et mécaniques données. Les méthodes de formulation usuelles (Thompson, Bolomey, Joisel et Faury) se basent sur la composition d'un squelette granulaire à partir d'une courbe granulométrique de référence empirique. Cette courbe représente les proportions optimales théoriques en différentes tailles de grains pour obtenir un empilement de volume de vide minimal (Château [193]). Désormais, des outils numériques, tel que le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) de F. De Larrard [33], permettent d'optimiser plus précisément les mélanges granulaires en termes de compacité.

Au sein d'un premier chapitre faisant l'état de l'art, l'influence exercée par l'optimisation de la compacité et la réduction du volume de pâte sur les propriétés rhéologiques et la résistance à la compression est étudiée. Le second chapitre présente le principe du MEC ainsi que les calculs principaux et les caractérisations expérimentales à réaliser pour l'utiliser. Enfin, le troisième et dernier chapitre concerne une étude de l'influence de la réduction du volume de pâte sur les propriétés d'usage des bétons ainsi que l'application de ce levier pour une réduction de l'empreinte carbone du matériau.

## Chapitre 1 : État de l'art

### 1. Compacité du squelette granulaire

Plusieurs paramètres de composition du squelette granulaire influencent directement les propriétés d'usage du béton obtenu. Certains sont propres aux constituants utilisés : granulométrie, morphologie, nature. D'autres sont liés à la formulation : proportions au sein du mélange, choix des constituants. L'influence de ces paramètres a fait l'objet de nombreuses recherches, dont les principaux résultats sont présentés dans les paragraphes suivants.

#### 1.1. Influence sur la rhéologie

Les études présentées dans la littérature portent majoritairement sur la formulation de bétons autoplaçants. Ces bétons nécessitent en effet des volumes de pâte relativement élevés et l'intérêt s'est porté sur les leviers permettant leur réduction. L'augmentation de la compacité du squelette granulaire fait partie de ces leviers.

Nanthagopalan et al [194] ont formulé des squelettes granulaires de compacités différentes (0,64, 0,66 et 0,68) pour un volume de pâte ( $388 \text{ L/m}^3$ ) et une teneur en adjuvant constants. Ils ont observé une augmentation de l'étalement au cône mesuré de 420 mm (0,64) à 615 mm (0,68). Kwan et Ling [195] ont mesuré des étalements similaires à volume de pâte constant et pour une augmentation de la compacité du squelette de 0,618 à 0,638. Damineli et al [196] ont constaté un maintien voire l'accroissement de l'affaissement mesuré par la formulation de squelettes de compacités plus élevées vis-à-vis d'une référence. Ghoddousi et al [197] ont estimé que ces tendances pouvaient s'expliquer par la réduction du volume de vides au sein du squelette granulaire avec l'augmentation de sa compacité. À volume de pâte constant, l'épaisseur de pâte enrobant les granulats est supérieure. Les mouvements de ces derniers les uns par rapport aux autres sont ainsi facilités.

La compacité du squelette granulaire dépend naturellement de sa composition (dimensions et morphologie des grains ainsi que leurs proportions au sein du mélange). Selon De Melo et al [198], la formulation d'un squelette de granulométrie discontinue (tailles de grains suffisamment éloignées les unes des autres) permettrait de minimiser le volume de vide au sein de l'empilement obtenu. Ce constat est partagé par Hettiarachchi et Mampearachchi [199], Barrioulet et Legrand [200], Kwan et al [201]. Une granulométrie continue favoriserait l'apparition de défauts d'empilement entre grains de tailles proches. En effet, dans ce cas, les grains plus petits ne peuvent s'insérer convenablement dans l'espace laissé par l'empilement des plus gros.

En revanche, la composition d'un squelette de granulométrie continue présenterait l'avantage d'augmenter la surface de contact entre les granulats et la pâte et de diminuer le potentiel de ségrégabilité du mélange (Nanthagopalan et al [194]).

Les proportions en grains fins et grossiers vont également influencer les propriétés du béton frais. Dans leurs différentes publications, Barrioulet et Legrand ont présenté notamment l'effet du  $D_{max}$  et de la teneur en fines ([200], [202], [203]). Ils ont observé que les grains de tailles inférieures à  $100 \mu\text{m}$  influençaient principalement la viscosité du mélange tandis que ceux de dimensions supérieures à  $400 \mu\text{m}$  contrôlaient son seuil de cisaillement. Les grains les plus grossiers interviennent dans la maniabilité du mélange par des effets d'interactions physiques (enchevêtrements, forces de frottements). Pour une teneur en grains grossiers constante, la réduction de leur dimension implique une augmentation du nombre de grains au sein du mélange et donc de leur probabilité d'entrer en contact. L'augmentation de leur taille réduit cette probabilité mais implique des forces de frottement

plus élevées et une énergie nécessaire à leur désenchevêtrement supérieure. Ainsi, en fonction de la taille de ces grains, les auteurs estiment qu'il existe une teneur seuil au sein du mélange à partir de laquelle le seuil de cisaillement augmente drastiquement. Plus la taille des grains diminue et plus cette teneur semble augmenter.

À même compacité, l'augmentation de la teneur en fines au sein du squelette entraîne une augmentation de la viscosité (Nanthagopalan et al [194], Aïssoun et al [204]). Cependant, elle peut permettre également une réduction du seuil de cisaillement du fait de l'intercalation de ces fines entre grains de tailles plus grandes. Selon Zuo et al [205], cette intercalation peut empêcher l'entrée en contact des plus gros grains et entraîner une forme de lubrification mécanique.

Enfin, la morphologie des granulats utilisés influence également la compacité du squelette granulaire. Pour des tailles de grains similaires, Aïssoun et al [204] ont observé que l'utilisation de granulats roulés permettait d'atteindre une compacité plus importante que des granulats concassés. Cette observation a été également faite par F. De Larrard [33], Barrioulet et Legrand [200], Kwan et al [201] et Hettiarachchi et Mamparachchi [199]. Plus les granulats utilisés sont plats, rugueux et allongés, plus la compacité de l'empilement diminue et plus les propriétés rhéologiques sont impactées négativement. En effet, cette morphologie favorise l'enchevêtrement des grains tandis que l'intensité des interactions physiques est minimisée pour des grains sphériques et lisses.

### 1.2. Influence sur la résistance à la compression

Parmi les études précédentes, certains auteurs se sont également intéressés à l'influence de la compacité du squelette granulaire sur la résistance à la compression du béton. Nanthagopalan et al [194] ont observé par exemple une augmentation de la résistance à la compression à 28 jours de 40,5 MPa à 45,6 MPa pour un incrément de compacité du squelette granulaire de 0,64 à 0,68. Ils relient cette tendance au concept d'Épaisseur Maximale de Pâte, qui sera présenté ultérieurement.

De leur côté, Aïssoun et al [204] ont mesuré l'effet de la morphologie des granulats sur la résistance à la compression. Pour un squelette de compacité de 0,70, une augmentation de la résistance à 56 jours de 40 MPa à 45 MPa a été mesurée en passant de granulats concassés à roulés. Pour une compacité de 0,80, l'augmentation a été de 60 MPa à 65 MPa. De ces résultats découlent d'une part que l'utilisation de granulats roulés permet d'atteindre des performances mécaniques supérieures, de même que la formulation d'un squelette de compacité plus élevée.

## 2. Volume de pâte

### 2.1. Influence sur la rhéologie

La quantité de pâte au sein du béton frais peut être divisée en deux parties : le volume de pâte minimal, qui correspond à la quantité requise pour remplir les espaces vides au sein du squelette granulaire, et un volume de pâte en excès, qui participe au desserrement du squelette et à la mise en mouvement du béton.

Afin d'expliquer et de modéliser l'effet du volume de pâte (ou de la teneur en eau) sur les propriétés à l'état frais, certains auteurs se servent de différents concepts d'« épaisseur de film » (Ng et al [206]). Au sein de la suspension, les particules solides sont enrobées d'une couche de « fluide suspendant ». Son épaisseur dépend principalement de la teneur en eau au sein du mélange et de la surface spécifique totale de solide en suspension. À l'échelle de la pâte, les particules de ciment sont recouvertes d'un film d'eau, il est fait mention du « Water Film Thickness » (WFT). À l'échelle du mortier, les grains de sable sont recouverts de pâte (« Paste Film Thickness », PFT) et pour le béton,

les gravillons sont recouverts de mortier (« Mortar Film Thickness », MFT). Une augmentation de la teneur en eau et l'augmentation de la taille des grains permet généralement, à teneur en particules solides constante, d'augmenter l'épaisseur de film formée, tel qu'observé par Li et Kwan [207]. Ils mesurent également que l'augmentation de cette épaisseur permet d'accroître l'affaissement mesuré. En toute logique, une réduction du volume de pâte au sein du béton entraîne une réduction de la teneur en eau pour un accroissement de la teneur en particules solides. De fait les épaisseurs de films au sein du béton sont réduites et les propriétés rhéologiques sont impactées négativement.

Chu [208] a observé en effet qu'une réduction du volume de pâte de  $320 \text{ L/m}^3$  à  $260 \text{ L/m}^3$ , pour des E/C de 0,60 et 0,65 et à un dosage en superplastifiant constant, entraînait une réduction de l'affaissement. Jiang et al [209] ont également mesuré que la réduction du volume de pâte de  $420 \text{ L/m}^3$  à  $390 \text{ L/m}^3$ ,  $360 \text{ L/m}^3$  et  $330 \text{ L/m}^3$  entraînait des réductions respectives de 11 mm, 44 mm et 128 mm de l'affaissement. Selon eux, la réduction progressive de la maniabilité serait due au rapprochement progressif des granulats au sein du mélange. Ils ont également observé qu'à volume de pâte constant, une proportion de sable plus importante au sein du squelette par rapport aux gravillons entraînait une réduction de l'affaissement obtenu. Cette observation serait en accord avec les concepts d'épaisseurs de films. Par l'accroissement de la surface spécifique du mélange, les particules solides seraient recouvertes d'une couche de fluide de plus faible épaisseur, ce qui réduirait la maniabilité de l'ensemble.

Le constat global qui peut être fait dans la littérature est donc que la réduction du volume de pâte (à teneurs en eau et en superplastifiant constantes) provoque une réduction de la maniabilité (Bondar et al [210], Su et Miao [211], Kwan et Ling [195], Haruna et al [212], Yousuf et al [213]). Pour compenser ces pertes de maniabilité, certains auteurs recommandent donc d'avoir recours à des dosages supérieurs en superplastifiants. Pour d'autres, l'utilisation d'additions minérales aux propriétés parfois fluidifiantes telles que les cendres volantes est conseillée. Selon Esmaeilkhanian et al [214], réduire le volume de pâte provoque également une augmentation de la viscosité. Ils estiment cependant que cet effet a pour avantage de prévenir des phénomènes de ségrégation.

### 2.2. Influence sur la résistance à la compression

L'explication des liens entre volume de pâte et résistance à la compression peut également être faite via différents concepts. Tout d'abord, en général, la matrice cimentaire présente une résistance inférieure à celle des granulats. De fait, l'apparition des fissures et leur propagation se fait au sein de cette matrice. De manière imagée, les granulats représentent des « points durs » que les fissures doivent contourner pour se propager. L'augmentation de la teneur en granulats au sein du mélange augmente donc la distance que doit parcourir une fissure pour se propager et entraîner la rupture du béton (Zaitsev et Wittman [215], Kolas et Georgiou [216]).

Au cours du durcissement, à proximité des granulats, se forme une auréole de transition (ou ITZ = Interfacial Transition Zone). Son origine serait un mécanisme lié à « l'effet de paroi ». Comme représenté à la figure 3.2 (Kishore et Tomar [217]), seules des particules de ciment de petites dimensions peuvent s'arranger à proximité de la paroi d'un granulats. Ainsi, une couche de moindre densité se forme à la frontière entre la pâte et les granulats, ce qui constitue une zone de fragilité. Cette fragilité est d'autant plus prononcée que le WFT autour des particules de ciment est épais. En revanche, ce phénomène entraîne également une densification de la matrice cimentaire éloignée des granulats. Scrivener et al [218] ont estimé en effet que, dans cette zone éloignée, le rapport E/C était réduit en moyenne d'environ 0,05 par rapport à celui fixé en théorie.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

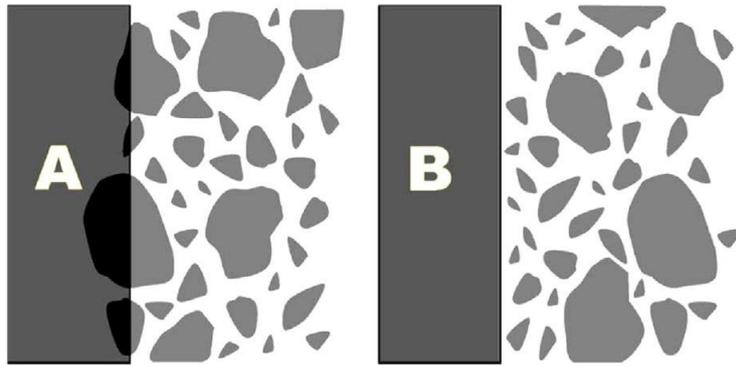


Figure 3.2 Schéma de l'effet de paroi. Cas A : arrangement impossible des gros grains à proximité de la paroi du granulats.  
Cas B : Arrangement réel avec une concentration de grains fins à proximité de la surface du granulats

Une réduction du volume de pâte entraîne donc en théorie un accroissement de la tortuosité du chemin de propagation des fissures ainsi qu'une densification de l'ITZ (par la réduction du WFT) et de la matrice cimentaire éloignée des granulats.

Chu [219] a mesuré la résistance à la compression pour des volumes de pâte de  $320 \text{ L/m}^3$  à  $260 \text{ L/m}^3$  et des E/C de 0,60 et 0,65. Il a observé en conséquence des augmentations moyennes de 22,1 %, 8,3 %, 8,1 % et 8,5 % de la résistance à 7, 14, 28 et 35 jours respectivement. Bondar et al [210] ont également observé que pour différents E/L, la réduction du volume de pâte entraînait systématiquement une augmentation de la résistance à la compression, tout comme Robaldo et al [220], Haruna et al [212], Koliass et Georgiou [216].

Chen et al [221] mesurent quant à eux que la réduction du volume de pâte entraîne une réduction de la résistance à la compression au jeune âge. Pour des E/L de 0,32 et 0,40, ils observent des diminutions respectives des résistances de 38 MPa à 30 MPa et de 30 MPa à 20 MPa à 3 jours pour une réduction du volume de pâte de  $500 \text{ L/m}^3$  à  $350 \text{ L/m}^3$ . Selon eux, cette tendance peut s'expliquer par la nécessité d'un dosage en superplastifiant supérieur avec la réduction du volume de pâte. Chang [222] a également observé cette tendance liée à l'utilisation d'un dosage supérieur en superplastifiant. Kwan et Ling [195] ont observé une faible augmentation de la résistance à la compression à 28 jours avec la réduction du volume de pâte (de 1 à 3 MPa en moyenne pour une réduction de  $340 \text{ L/m}^3$  à  $260 \text{ L/m}^3$ ). Un constat similaire a été fait par Rozière et al [223], qui, en réduisant le volume de pâte de  $450 \text{ L/m}^3$  à  $300 \text{ L/m}^3$  (E/L de 0,32) ont observé une augmentation de 42 MPa à 47 MPa de la résistance à la compression à 28 jours.

Selon ces derniers auteurs, plusieurs phénomènes entrent en jeu. L'augmentation de la teneur en granulats favorise un accroissement de la résistance du fait de la tortuosité de la propagation des fissures. Cependant, le rapprochement des granulats entraîne également l'interconnectivité des ITZ et donc l'affaiblissement de la matrice cimentaire. La mise en commun de ces deux phénomènes d'effets contraires expliquerait l'augmentation modérée des résistances mécaniques du matériau par la réduction du volume de pâte dans certains cas.

### 3. Conclusion

Il ressort de la littérature que l'optimisation de la compacité des mélanges et la réduction du volume de pâte permettent d'atteindre des performances mécaniques équivalentes voire supérieures tout en réduisant la teneur en clinker. La formulation d'un béton à volume de pâte réduit présente donc un réel intérêt dans l'optique de la réduction de son empreinte carbone.

En revanche, l'atteinte du volume de pâte minimal pour un squelette granulaire donné n'est pas forcément pertinente. En effet, une réduction importante de la maniabilité découle de cette optimisation, nécessitant le recours à des dosages importants en superplastifiant. Aussi, la mise en place des bétons obtenus peut alors nécessiter l'emploi de procédés de serrage puissants. Choisir un volume de pâte intermédiaire peut permettre d'obtenir un compromis entre maniabilité et résistance à la compression pour une teneur en clinker réduite. Comme l'ont observé Su et Miao [211], un volume de pâte trop important accroît la sensibilité du béton à la ségrégation, tandis qu'un volume de pâte trop faible rend sa mise en place difficile et provoque la formation de défauts. Dans les deux cas, la résistance à la compression obtenue est impactée négativement.

Il n'a pas été fait mention dans les paragraphes précédents d'optimisation de l'empilement granulaire de la pâte. Des auteurs comme Londero et al [224] et Fennis [225] se sont penchés sur la question. En fonction des mélanges réalisés, une augmentation de la compacité peut permettre une réduction de la teneur en eau requise pour une maniabilité donnée et ainsi augmenter la résistance à la compression pour une teneur en clinker réduite. Cependant, à cette échelle, des interactions entre particules telles que des forces de répulsion ou d'attraction peuvent affecter leur dispersion dans la suspension (Gallias et al [226]). Selon ces derniers auteurs, un mélange de ciment et d'additions minérales fines ne permet donc pas forcément d'atteindre une meilleure compacité par rapport à un ciment seul.

La recherche d'un volume de pâte permettant de réduire la teneur en clinker du béton, tout en atteignant des performances mécaniques et rhéologiques pertinentes fait l'objet de cette partie. Un outil de calcul, le MEC, a été utilisé pour la formulation du squelette granulaire et est présenté dans le chapitre suivant.

## Chapitre 2 : Optimisation de la compacité

Dans l'optique d'une optimisation de la compacité du squelette granulaire, le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) a été utilisé. Ce modèle, développé par François De Larrard, permet de déterminer, pour un mélange de granulats donnés, les proportions de chaque granulat permettant d'atteindre une valeur de compacité maximale. À la différence des méthodes de formulation usuelles qui se basent principalement sur les courbes granulométriques des classes granulaires utilisées, le modèle prend en compte des effets d'interactions entre grains de différentes tailles. Aussi, un des paramètres prend en compte le procédé de mise en place utilisé, sa valeur étant fonction de l'énergie apportée au mélange par ce dernier. Hermida [227] et Fennis [225] se sont notamment servi de ce modèle afin de formuler des bétons à teneurs en ciment réduites. L'utilisation d'un tel outil nécessite la réalisation d'essais permettant de caractériser les constituants utilisés ainsi que le procédé de mise en place. Dans les paragraphes qui suivent, les principales formules mathématiques utilisées ainsi que les essais à réaliser sont présentés.

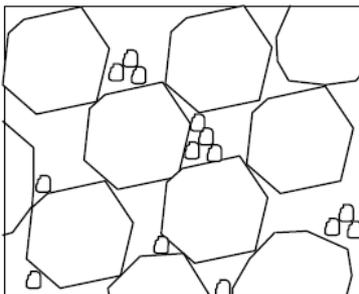
### 1. Le Modèle d'Empilement Compressible (MEC)

Différentes compacités sont considérées dans les calculs réalisés par le MEC. Leurs définitions sont les suivantes :

- Compacité réelle  $\Phi$  : elle correspond au rapport entre le volume solide et le volume total unité. Elle dépend des caractéristiques des grains dans le mélange (taille, forme) et de la méthode de mise en place. Lorsque l'effet des parois du récipient sur la compacité est pris en compte, il sera fait mention de compacité réelle en milieu fini. Dans le cas contraire, il s'agira de la compacité réelle en milieu infini.
- Compacité virtuelle  $\gamma$  : il s'agit du cas idéal, c'est-à-dire la compacité maximale que peut atteindre un mélange polydispersé, constitué de grains de tailles différentes (inatteignable dans la réalité). Pour obtenir un tel mélange, il faudrait lui apporter une quantité d'énergie infinie lors du serrage ou placer les grains manuellement, un par un.
- Compacité résiduelle  $\beta$  : elle correspond à la compacité virtuelle propre à un mélange monodispersé. Dans le cas d'un mélange de sphères de tailles identiques, cette compacité vaut 0,74 (arrangement cristallographique cubique à faces centrées).

#### 1.1. Mélange binaire sans interaction (cas idéal)

Dans le cas d'un mélange de deux grains de diamètres  $d_1$  et  $d_2$  tel que  $d_1 \gg d_2$ , les arrangements respectifs de ces deux grains ne se perturbent pas. Lorsque les grains les plus gros sont dominants (majoritaires en termes de proportions volumiques), les grains fins s'insèrent dans leur empilement. À l'inverse, les gros grains seront noyés dans un empilement de grains fins. Ces deux cas de figure ainsi que les équations permettant de calculer les différentes compacités sont présentés aux figures 3.3 et 3.4.

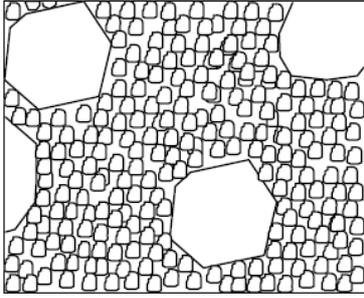


$$\begin{aligned} \Phi_1 &= \beta_1 \\ \gamma &= \gamma_1 = \frac{\beta_1}{1 - y_2} \end{aligned} \quad (\text{Équation 3.1})$$

Avec  $y_2$  la proportion volumique de grains fins.

Figure 3.3 Mélange binaire sans interactions : gros grains dominants [33].

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ



$$\begin{aligned} \Phi_2 &= \beta_2(1 - \Phi_1) \\ \gamma &= \gamma_2 = \frac{\beta_2}{1 - (1 - \beta_2)\gamma_1} \end{aligned} \quad (\text{Équation 3.2})$$

Avec  $\gamma_1$  la proportion volumique de gros grains.

Figure 3.4 Mélange binaire sans interactions : grains fins dominants [33]

Il existe dans ce cas un mélange optimal pour lequel l'ensemble des vides au sein de l'empilement de gros grains est rempli de grains fins. L'évolution de la compacité virtuelle en fonction de la teneur en grains fins est présentée à la figure 3.5.

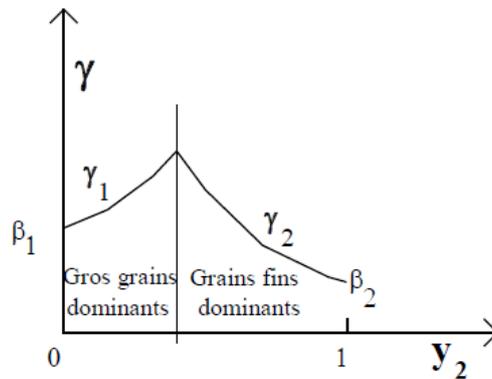
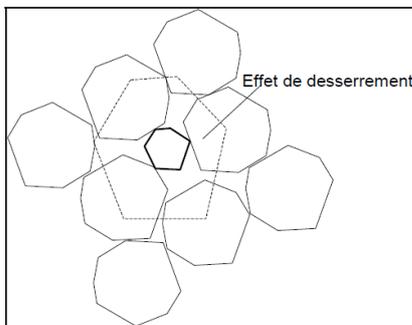


Figure 3.5 Evolution de la compacité en fonction de la teneur en grains fins pour un mélange binaire sans interactions [33]

#### 1.2. Mélange binaire avec interactions partielles

Dans le cas d'un empilement réel, la distribution des tailles des grains n'est pas parfaite et des effets d'interactions entre grains de tailles proches apparaissent. Il existe deux types d'interactions :

- Effet de desserrement : les vides au sein de l'empilement de gros grains ne sont pas suffisamment grands pour permettre aux grains fins de s'y insérer. L'empilement des gros grains est alors perturbé par l'insertion de ce grain fin (figure 3.6). Le coefficient de desserrement  $a_{12}$ , qui permet de prendre en compte la perte de compacité liée à ce phénomène dépend alors du rapport entre les tailles des grains concernés.

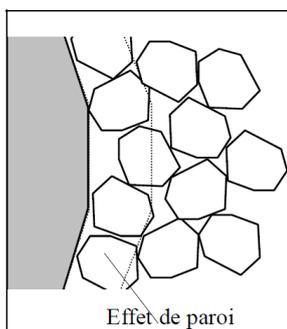


$$a_{12} = \sqrt{1 - (1 - d_2/d_1)^{1,02}} \quad (\text{Équation 3.3})$$

$$\gamma_1 = \frac{\beta_1}{1 - (1 - a_{12} \beta_1/\beta_2)\gamma_2} \quad (\text{Équation 3.4})$$

Figure 3.6 Schéma de l'effet de desserrement provoqué par un grain fin dans un empilement de gros grains [33]

- Effet de paroi : un gros grain isolé est entouré de grains plus fins. Ces grains fins ne sont de taille adaptée pour enrober parfaitement le grain plus gros (figure 3.7). Le coefficient de paroi  $b_{21}$  dépend également du rapport entre les tailles de grains.



$$b_{21} = 1 - (1 - d_2/d_1)^{1,50} \quad (\text{Équation 3.5})$$

$$\gamma_2 = \frac{\beta_1}{1 - [1 - \beta_2 + b_{21}\beta_2(1 - 1/\beta_1)]y_1} \quad (\text{Équation 3.6})$$

Figure 3.7 Schéma de l'effet de paroi provoqué par un gros grain dans un empilement de grains fins [33]

De la même manière que pour les mélanges binaires sans interaction, il existe un mélange de compacité optimal. Cependant, la compacité est réduite par ces phénomènes d'interactions. Les formules des différents coefficients d'interactions ont été obtenues expérimentalement.

### 1.3. Mélange polydispersé : cas général

Le squelette granulaire du béton est constitué d'un nombre  $n$  de tailles de grains avec  $d_1 > d_2 > \dots > d_n$ . Dans le cas de trois grains de tailles  $d_1 > d_2 > d_3$  et considérant que le grain 2 est dominant : un effet de desserrement  $a_{23}$  et un effet de paroi  $b_{21}$  perturbent l'empilement (figure 3.8).

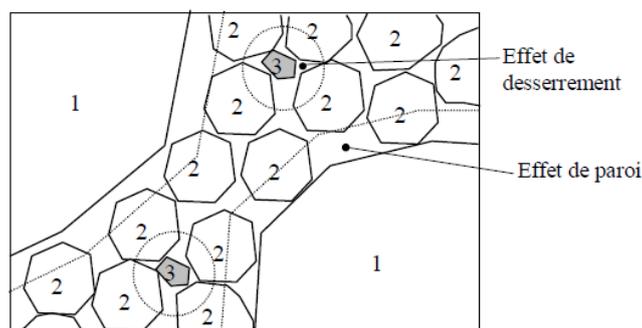


Figure 3.8 Effets de desserrement et de paroi dans le cas d'un mélange polydispersé [33]

La compacité virtuelle du mélange se calcule dans ce cas à l'aide de la formule ci-dessous :

$$\gamma = \gamma_2 = \frac{\beta_2}{1 - [1 - \beta_2 + b_{21}\beta_2(1 - 1/\beta_1)]y_1 - (1 - a_{23}\beta_2/\beta_3)y_3} \quad (\text{Équation 3.7})$$

Dans le cas général d'un empilement de  $n$  grains, la compacité virtuelle quand la classe de grain  $i$  est dominante se calcule en appliquant la formule suivante :

$$\gamma_i = \frac{\beta_i}{1 - \sum_{j=1}^{i-1} [1 - \beta_i + b_{ij}\beta_i(1 - 1/\beta_j)]y_j - \sum_{j=i+1}^n [1 - a_{ij}\beta_i/\beta_j]y_j} \quad (\text{Équation 3.8})$$

Dans cette équation sont pris en compte l'ensemble des pertes de compacité de l'empilement de la classe  $i$ , du fait des effets de parois induits par les classes 1 à  $i-1$  et des effets de desserrement provoqués par les classes  $i+1$  à  $n$ . Dans son manuscrit de thèse, T. Sedran [228] a ajusté le modèle pour qu'il soit implémenté dans un logiciel : BétonLabPro. Il a adapté la formule précédente pour qu'elle soit appliquée à un mélange de  $k$  constituants :

$$\gamma_{m,i} = \frac{\beta_{m,i}}{1 - \sum_{k=1}^M \left[ \sum_{j=1}^i \left( 1 - \beta_{m,i} + \beta_{m,i} b_{i,j} \left( 1 - \frac{1}{\beta_{k,j}} \right) \right) p_k y_{k,j} + \sum_{j=i+1}^n \left( 1 - \frac{\beta_{m,i}}{\beta_{k,j}} a_{i,j} \right) p_k y_{k,j} \right]} \quad (\text{Équation 3.9})$$

Avec  $p_m$  la proportion volumique du matériau m dans le mélange,  $y_{m,i}$  la proportion volumique de la classe i dans le matériau m,  $\beta_{m,i}$  la compacité résiduelle de la classe i dans le matériau m, M le nombre de matériaux et n le nombre de classes granulaires. En effet, lorsque plusieurs constituants sont mélangés, ils peuvent être composés en partie des mêmes tailles de grains. Ces grains n'ont cependant pas les mêmes compacités résiduelles du fait des caractéristiques propres à chaque constituant, d'où cette adaptation. Pour simplifier cette équation, T. Sedran pose :

$$\sum_{k=1}^M \left[ \sum_{j=1}^i p_k y_{k,j} + \sum_{j=i+1}^n p_k y_{k,j} \right] = 1 \quad (\text{Équation 3.10})$$

$$\delta_{k,i} = \sum_{j=1}^i \left( 1 - b_{i,j} \left( 1 - \frac{1}{\beta_{k,j}} \right) \right) y_{k,j} + \sum_{j=i+1}^n \frac{a_{i,j} y_{k,j}}{\beta_{k,j}} \quad (\text{Équation 3.11})$$

Ainsi :

$$\gamma_{m,i} = \frac{1}{\sum_{k=1}^M p_k \delta_{k,i}} \quad (\text{Équation 3.12})$$

Pour chaque constituant, les  $\delta_{k,i}$  doivent donc être calculés puis sommés en fonction de leurs proportions au sein du mélange.

#### 1.4. Détermination de la compacité réelle.

La compacité réelle obtenue pour un mélange est considérée propre à la méthode de mise en place utilisée. Cette dernière peut être caractérisée par un indice de serrage K tel que :

$$K = \sum_{i=1}^n K_i = \sum_{i=1}^n \frac{y_i / \beta_i}{\frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_i}} \quad (\text{Équation 3.13})$$

Avec les ajustements présentés dans la thèse de T. Sedran, cette équation devient :

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{\left( \sum_{m=1}^M \frac{p_m y_{m,i}}{\beta_{m,i}} \right)}{\left( \frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_{m,i}} \right)} \quad (\text{Équation 3.14})$$

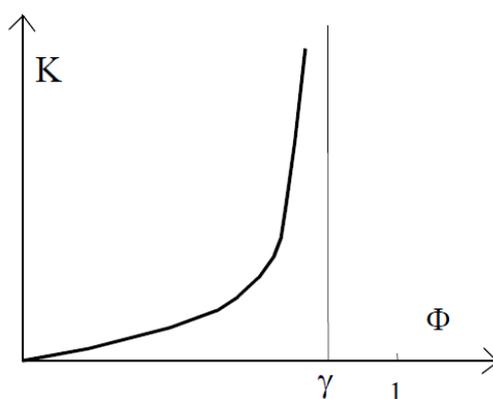
Cet indice de serrage est dépendant de l'énergie apportée au mélange. Plus un procédé de mise en place est puissant et permet d'obtenir un mélange compact, plus l'indice de serrage est élevé. À titre d'exemple, le tableau 3.1 récapitule les valeurs d'indice de serrage de divers procédés de mise en place.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

| Méthode de serrage | Remplissage à sec |                       |           |                                | Remplissage en présence d'eau |                              |
|--------------------|-------------------|-----------------------|-----------|--------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
|                    | Déversement       | Piquage avec une tige | Vibration | Vibration + pression de 10 kPa | Pâte lisse                    | Presse vibrante industrielle |
| <b>Indice K</b>    | 4,1               | 4,5                   | 4,75      | 9                              | 6,7                           | 20 - 25                      |

*Tableau 3.1 Exemples de valeurs d'indices de serrage en fonction de la méthode de serrage employée*

Plus l'indice de serrage augmente et plus la compacité du mélange obtenu augmente (figure 3.9). À partir d'une certaine valeur d'indice de serrage (autour de 20, [229]), il peut être observé que la compacité n'évolue plus en s'approchant de la compacité virtuelle, inatteignable.



*Figure 3.9 Evolution de l'indice de serrage en fonction de la compacité réelle obtenue [33]*

En connaissant l'indice de serrage du procédé de mise en place utilisé, les proportions volumiques des différentes tailles de grains  $\gamma_i$  et leurs compacités résiduelles  $\beta_i$ , il est possible de déterminer  $\Phi$  (les valeurs de  $\gamma_i$  sont calculées à partir des équations précédentes).

#### 1.5. Prédiction de certaines propriétés du béton

Le MEC permet également de prédire, en fonction de la composition du béton, certaines propriétés à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Dans le cadre de cette étude, l'intérêt s'est porté sur l'affaissement au cône d'Abrams, la teneur en air occlus ainsi que la résistance à la compression à 28 jours. Les calculs menant à l'estimation de ces propriétés sont présentés dans les paragraphes suivants.

En termes de compositions des bétons réalisés dans l'étude, ils ont été formulés à partir du squelette granulaire de compacité optimale calculé via le MEC. Les masses des différents granulats à intégrer au mélange ont ensuite été calculées en fonction du volume de pâte visé, à l'aide de l'équation suivante :

$$m_g = (1 - V_p)y_g\rho_g \quad (\text{Équation 3.15})$$

Avec  $V_p$  le volume de pâte visé (en  $m^3$ ),  $y_g$  le titre volumique du granulat considéré et  $\rho_g$  sa masse volumique réelle (en  $kg/m^3$ ).

En ce qui concerne les masses de ciment et/ou d'additions minérales à intégrer au mélange, un programme VBA (Excel) a été utilisé. Les données d'entrée sont les teneurs massiques  $y_i$  en constituants souhaitées ainsi que les masses volumiques  $\rho_i$  de ces derniers, le volume de pâte et le rapport E/L visés.

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

Au travers d'une boucle de calculs, le programme incrémente une masse de liant totale  $m_L$ . Les différentes masses des constituants sont calculées à chaque itération en fonction de la masse de liant totale et des teneurs massiques indiquées par l'utilisateur. La masse d'eau est également calculée en fonction du E/L fixé. Ainsi, un volume de pâte calculé  $V_{cal}$  est obtenu à chaque incrément de masse de liant total :

$$V_{cal} = \sum_i \left( \frac{y_i m_L}{\rho_i} \right) + \frac{E}{L} \frac{m_L}{\rho_{eau}} \quad (\text{Équation 3.16})$$

Tant que la valeur de  $V_{cal}$  est inférieure au volume de pâte fixé par l'utilisateur, l'incrément de masse totale de liant continue. Une fois la valeur de volume de pâte souhaitée atteinte, le programme retourne la composition massique du liant.

Cette façon de calculer est bien entendue simplifiée car ne prend pas en compte la compacité du mélange de ciment et d'additions minérales. En effet, dans la réalité, la masse volumique du mélange ne peut pas être considérée comme la moyenne des masses volumiques des différents constituants, pondérées par leur teneurs massiques au sein du mélange. Aussi, la teneur en air occlus n'est pas prise en compte. Ce calcul rapide permet néanmoins de s'approcher du volume de pâte réellement obtenu.

À partir de la formulation théorique, le MEC a été utilisé pour calculer la compacité du béton pour des indices de serrage de 9 et de 7,4 (table vibrante). Ces valeurs sont utilisées pour la prédiction des propriétés obtenues.

### 1.5.1. Viscosité plastique

Dans un premier temps, il est possible d'estimer la viscosité du béton frais à partir de sa composition. Cette propriété est calculée en fonction du rapport entre la concentration solide  $\Phi$  (déduite de la composition du mélange) et la compacité du béton  $\Phi^*$ , calculée à l'aide du MEC pour un indice de serrage de 9. La formule utilisée est la suivante :

$$\mu = \exp \left[ 38,38 \left( \frac{\Phi}{\Phi^*} - 0,8385 \right) \right] \quad (\text{Équation 3.17})$$

Selon De Larrard, cette équation permet de déterminer la viscosité plastique du mélange avec une erreur moyenne de 28 Pa.s. Avec la sortie du logiciel BétonlabPro 3 [230], les coefficients de cette expression ont été mis à jour à l'aide de données expérimentales :

$$\mu = \exp \left[ 31,41 \left( \frac{\Phi}{\Phi^*} - 0,7942 \right) \right] \quad (\text{Équation 3.18})$$

Pour une même concentration solide  $\Phi$  au sein du mélange, plus la compacité du béton  $\Phi^*$  augmente et plus le terme entre parenthèses diminue. Ainsi, pour une teneur en eau ou un volume de pâte donné, une compacité plus élevée entraînera donc une viscosité plastique plus faible.

### 1.5.2. Seuil de cisaillement

Le seuil de cisaillement peut également être évalué par le MEC pour servir dans un second temps à estimer une mesure d'affaissement au cône d'Abrams. En considérant que le seuil de cisaillement dépend de phénomènes de frictions entre grains, une formule dépendant de la taille de ces grains et de leur concentration au sein du mélange a été développée. La forme générale de l'équation estimant le seuil de cisaillement est la suivante :

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

$$\tau_0 = f\left(\sum_{i=1}^n a_i K'_i\right)$$

$$K'_i = \frac{\frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}}{1 - \frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}}$$

Dans ce cas,  $K'_i$  représente la contribution d'une fraction granulaire  $i$  à l'indice de compaction du mélange et est différent de l'indice de serrage  $K$ .  $\Phi_i$  est le volume solide réel de la classe  $i$  tandis que  $\Phi_i^*$  est le volume maximum que les grains  $i$  peuvent occuper, du fait de la présence des autres fractions granulaires. Plus l'indice de compaction du mélange augmente et plus l'énergie nécessaire à sa mise en place augmente. Pour assurer le serrage d'un béton, il faut donc en théorie que l'indice de serrage  $K$  soit supérieur à l'indice de compaction  $K'$ .

Une équation générale permettant de déterminer le seuil de cisaillement a été développée :

$$\tau_0 = \exp \left[ 2,330 + \left( 0,435 + 0,700 \left[ 1 - \frac{P}{P^*} \right]^2 + f \left( \frac{V_a}{V_a + V_f} \right) \right) K_f + \sum_{\text{granulats}} a_i K_i \right]$$

(Équation 3.19)

L'indice  $a_i$  dépend de la dimension moyenne  $d_i$  de la classe granulaire, tel que :

$$a_i = 0,736 - 0,216 \log(d_i)$$

(Équation 3.20)

Pour les grains dont la dimension est inférieure à 10, plus la taille du grain diminue et plus cet indice augmente. Il est donc considéré que les grains de tailles plus petites exercent une influence plus importante sur le seuil de cisaillement.

La fonction  $f()$  permet de prendre en compte l'influence d'un adjuvant entraîneur d'air, tel que :

$$f\left(\frac{V_a}{V_a + V_f}\right) = \left(1 - \frac{P}{P^*}\right) \left(\exp\left(2,2 \frac{V_a}{V_a + V_f}\right) - 1\right) + 4,1 \frac{P}{P^*} \frac{V_a}{(V_a + V_f)}$$

(Équation 3.21)

Où  $P$  est le dosage en extrait sec de superplastifiant au sein du mélange et  $P^*$  le dosage à saturation.  $K_f$  est la contribution des fines à l'indice de compaction (dans notre cas, seule la contribution du ciment a été prise en compte).  $V_a$  correspond au volume d'air entraîné lorsqu'un adjuvant entraîneur d'air est utilisé.  $V_f$  correspond au volume de fines (volume de ciment dans notre cas).

Plus la compacité du squelette granulaire est optimisée et plus l'indice de compaction augmente. Aussi, une teneur en eau et un volume de pâte plus élevés vont avoir tendance à réduire cet indice et donc réduire le seuil de cisaillement calculé. L'augmentation du dosage en superplastifiant permet également de réduire la valeur obtenue par ce calcul.

Il est à noter que l'ensemble des équations prédictives des propriétés rhéologiques ont été établies à partir de mesures expérimentales. Une quantité importante de données a permis la création du modèle mais l'extrême variabilité des formules de béton et des constituants ne lui permet pas d'être totalement représentatif. Depuis la création du modèle, les équations ont évolué du fait entre autres des innovations technologiques (ciments et adjuvants). Une certaine erreur existe donc lorsqu'elles

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

sont utilisées telles qu'elles. Dans un cadre industriel, c'est-à-dire pour lequel les constituants utilisés ne changent pas au cours du temps, il peut être pertinent de réaliser une calibration du modèle afin d'ajuster ces équations, avec des coefficients adaptés aux constituants utilisés.

Elles permettent néanmoins de donner une indication sur les propriétés rhéologiques obtenues et de comparer différentes compositions théoriques.

### 1.5.3. Affaissement au cône d'Abrams

À partir du seuil de cisaillement estimé, une formule permettant de prédire l'affaissement du béton frais  $A$  a été développée :

$$A = 300 - 269 \frac{\tau_0}{\rho} \quad (\text{Équation 3.22})$$

Avec  $\rho$  la masse volumique du béton frais. Cette formule n'est cependant valable que pour des bétons dont l'affaissement est supérieur à 100 mm.

### 1.5.4. Résistance à la compression : concept de l'EMP

Grâce aux paramètres de formulation et aux valeurs estimées via les équations précédentes, il est possible de prédire la résistance à la compression du béton à 28 jours. En 1892, Féret proposait une loi de la forme suivante :

$$f_c = kR_{28} \left( \frac{V_c}{V_c + V_e + V_a} \right)^2 \quad (\text{Équation 3.23})$$

Avec  $R_{28}$  la classe de résistance du ciment ou du liant telle qu'obtenue avec l'essai normalisé prescrit par la norme NF EN 196-1,  $V_c$  le volume de ciment,  $V_e$  le volume d'eau efficace et  $V_a$  le volume d'air. Le coefficient  $k$  dépend de la granularité et de la nature des granulats. À partir de résultats expérimentaux, De Larrard a ajusté cette formule pour obtenir la résistance à la compression de pâtes de ciment durcies :

$$f_{c_p} = 13,4R_{c_{28}} \left( \frac{V_c}{V_c + V_e + 0,5V_a} \right)^{2,85} \quad (\text{Équation 3.24})$$

Avec  $R_{c_{28}}$  la classe vraie du ciment (ou du liant) à 28 jours. Par des essais expérimentaux, il a été considéré que le volume d'air exerçait finalement une influence moindre par rapport à celle de l'eau sur le développement des résistances. Afin d'introduire l'influence des granulats sur la résistance à la compression du béton, De Larrard a développé le concept d'Épaisseur Maximale de Pâte (EMP). Il s'agit de considérer les plus gros granulats comme des « points durs dans le milieu souple constitué par l'empilement poreux de grains plus fins ». Lorsque l'empilement de grains est complété par une quantité de pâte supérieure à la quantité de vide de cet empilement, les grains s'écartent les uns des autres (figure 3.10).

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

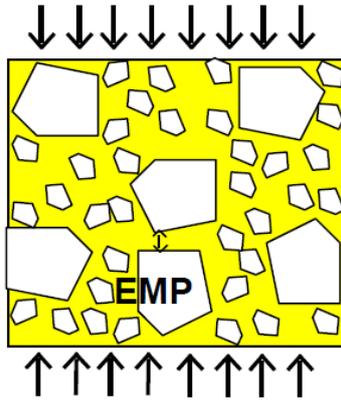


Figure 3.10 Schéma représentatif de l'EMP [33]

Dans cet empilement, il est considéré que la pâte placée entre deux grains proches subit une contrainte plus importante. La résistance à la compression du béton est donc en partie dépendante de l'EMP, qui peut être estimée à l'aide de l'équation suivante :

$$EMP = D_{max} \left( \sqrt[3]{\frac{g^*}{g}} - 1 \right) \quad (\text{Équation 3.25})$$

Dans cette formule,  $D_{max}$  et  $g$  (concentration en granulats au sein du mélange) sont déterminés à partir de la composition du béton, tandis que  $g^*$  est calculé à l'aide du MEC (compacité du squelette granulaire pour  $K = 9$ ). Cette compacité correspond au maximum théorique que peut atteindre un système empilé de façon aléatoire. Elle est donc indicative du volume de pâte minimum requis pour compléter les espaces vides de l'empilement de grains. Tout excès de pâte supplémentaire servira à desserrer l'empilement granulaire et à mettre en mouvement le mélange à l'état frais.

À partir de résultats expérimentaux, il a été déterminé dans un premier temps qu'il était possible d'estimer la résistance de la matrice cimentaire au sein du béton  $f_{c_m}$  à partir de celle de la pâte et de l'EMP :

$$f_{c_m} = f_{c_p} EMP^{-0,13} \quad (\text{Équation 3.26})$$

Enfin, la résistance à la compression du béton peut être calculée à partir de  $f_{c_m}$  et de deux paramètres empiriques  $p$  et  $q$ . Ces deux paramètres traduisent l'adhérence entre la pâte et les granulats ainsi que « l'effet plafond » du granulat (limites mécaniques intrinsèques). Ce second effet correspond à la rupture du béton pilotée par la résistance des granulats, dans le cas d'une matrice cimentaire de résistance élevée (cas des BHP).

$$f_c = \frac{p f_{c_m}}{q f_{c_m} + 1} \quad (\text{Équation 3.27})$$

Les paramètres  $p$  et  $q$  peuvent être déterminés par la fabrication de bétons de compositions et résistances différentes. Dans le cadre de cette étude, les mélanges réalisés ont présenté des résistances élevées et proches. L'effet plafond ayant été atteint, il n'a pas été possible de déterminer ces paramètres. Une autre méthode consiste à utiliser l'équation simplifiée suivante :

$$f_c = K_g R_{C28} \left( \frac{V_c}{V_c + V_e + V_a} \right)^2 EMP^{-0,13} \quad (\text{Équation 3.28})$$

Dans ce cas,  $K_g$  est une constante dépendante des granulats utilisés, déterminée expérimentalement à partir d'une série de données. Dans le cadre de cette étude, une valeur de  $K_g = 5,7$  a été déterminée.

### 1.6. Programme utilisé

Dans le cadre des travaux de thèse, un programme VBA (Excel) a été développé afin d'appliquer le modèle et de calculer l'optimum de composition de mélanges de granulats binaires et ternaires. Les intrants sont les données granulométriques, les compacités résiduelles ainsi que l'indice de serrage. Le programme calcul alors pour l'ensemble des mélanges possibles (par incréments de 1 % en volume) la valeur de compacité réelle en milieu infini correspondante.

Pour un mélange donné, il n'existe qu'une seule valeur de  $\Phi$  pour laquelle l'indice de serrage  $K$  calculé correspond à la valeur définie par l'utilisateur. À partir d'une valeur de départ prédéfinie, le programme incrémente  $\Phi$  et réalise l'ensemble des calculs menant à l'indice de serrage. Tant que l'indice de serrage calculé ne correspond pas à celui fixé par l'utilisateur, cette incrémentation se poursuit.

Une fois l'ensemble des compacités réelles calculées pour tous les mélanges possibles, le mélange permettant d'atteindre la compacité la plus élevée est identifié et indiqué à l'utilisateur. Par la suite, il est possible d'indiquer au programme les paramètres de composition suivants :

- squelette granulaire ;
- volume de pâte ;
- E/L ;
- teneur en adjuvant.

À partir des caractéristiques de l'ensemble des constituants et de ces paramètres, le MEC permet d'optimiser la compacité du béton obtenu ainsi que les différentes propriétés à l'état frais et à l'état durci présentées précédemment.

## 2. Essais de caractérisation à réaliser

Les paramètres d'entrée du modèle sont les suivants :

- granulométries des constituants ;
- dosage à saturation en superplastifiant ;
- compacités résiduelles  $\beta$  ;
- indice de serrage  $K$ .

Les protocoles expérimentaux permettant de quantifier ce jeu de données ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans les paragraphes suivants.

### 2.1. Analyses granulométriques

Les courbes granulométriques du sable et du gravillon utilisés ont été obtenues par la méthode des tamis, telle que définie par la norme NF EN 933-1. Une prise d'essai de masse connue est obtenue par quartage d'un échantillon de sable ou de gravillon. La prise d'essai est alors lavée au tamis de 63  $\mu\text{m}$  puis séchée dans une enceinte à 105 °C jusqu'à masse constante. Une fois la prise d'essai séchée et refroidie à température ambiante, elle est passée au travers d'un empilement de tamis de tailles d'ouverture décroissantes. Après tamisage, le refus de chaque tamis est pesé et la courbe granulométrique obtenue est obtenue en traçant les pourcentages de passants cumulés en fonction de la taille d'ouverture du tamis.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACTÉ

Les résultats obtenus pour le sable 0/4 mm et le gravillon 6/14 mm utilisés dans le cadre de cette étude sont présentés au sein du tableau 3.2 et de la figure 3.11.

| Ouverture de tamis (mm) | % passants cumulés |                   |
|-------------------------|--------------------|-------------------|
|                         | Sable 0/4 mm       | Gravillon 6/14 mm |
| 20                      | -                  | 100,0             |
| 14                      | -                  | 100,0             |
| 11,2                    | -                  | 86,5              |
| 10                      | -                  | 68,3              |
| 8                       | 100,0              | 26,0              |
| 5,6                     | 100,0              | 2,6               |
| 5                       | -                  | 2,0               |
| 4,5                     | -                  | 1,6               |
| 4                       | 98,0               | 1,4               |
| 2                       | 69,0               | 1,4               |
| 1                       | 48,0               | 1,4               |
| 0,5                     | 36,0               | -                 |
| 0,25                    | 22,0               | -                 |
| 0,125                   | 10,0               | -                 |
| 0,063                   | 7,5                | 1,2               |

Tableau 3.2 Analyses granulométriques du sable 0/4 mm et du gravillon 6/14 mm utilisés

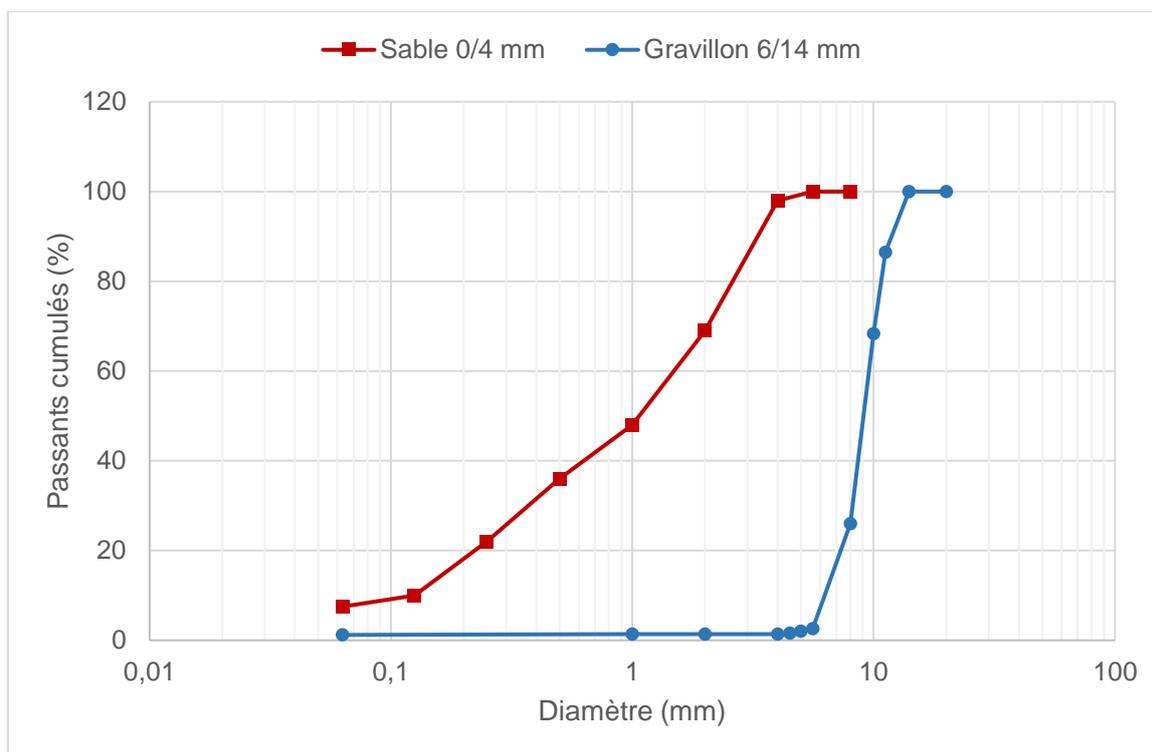


Figure 3.11 Courbes granulométriques du sable 0/4 mm et du gravillon 6/14 mm utilisés

Pour le ciment et les additions minérales, leurs granulométries ont été obtenues par analyse granulométrique laser, telle que présentée dans la partie 2 de ce manuscrit (paragraphe 1.1.1.).

## 2.2. Masse volumique réelle

Les masses volumiques réelles du sable et du gravillon ont été déterminées selon les prescriptions de la norme NF EN 1097-6 (méthode au pycnomètre). Pour le sable, la prise d'essai est d'abord lavée au tamis de 0,063 mm tandis que pour le gravillon, elle est lavée au tamis de 4 mm.

Dans les deux cas, la prise d'essai est immergée dans un pycnomètre rempli d'eau à  $22 \pm 3$  °C. L'air piégé dans l'échantillon est évacué en faisant tourner le pycnomètre en position inclinée. Il est alors placé dans un bain d'eau dont la température est régulée à  $22 \pm 3$  °C pendant  $24 \pm 0,5$  h.

En sortie du bain, le pycnomètre est rempli d'eau à débordement. Un couvercle muni d'un trait de jauge est placé sur le pycnomètre et de l'eau est ajoutée jusqu'à atteindre ce trait. Une première pesée  $M_2$  est alors effectuée.

Le pycnomètre est ensuite vidé sur un plateau. Il est de nouveau rempli d'eau (dont la température doit être de  $\pm 2$  °C de celle dans laquelle la prise d'essai était immergée) jusqu'au trait de jauge du couvercle. Une seconde pesée  $M_3$  est effectuée.

La prise d'essai imbibée est séchée (à l'aide d'un chiffon humide pour les gravillons et d'un courant d'air chaud pour le sable) jusqu'à ce qu'elle atteigne l'état « saturée et séchée en surface ». Elle est alors pesée pour obtenir une masse  $M_1$ .

Enfin, les granulats sont séchés dans une étuve à  $110 \pm 5$  °C jusqu'à masse constante. Après refroidissement à température ambiante, une dernière masse  $M_4$  est pesée.

La masse volumique réelle  $\rho_{rd}$  des différentes prises d'essai peut alors être calculée, tel que :

$$\rho_{rd} = \rho_w \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)} \quad (\text{Équation 3.29})$$

Avec  $\rho_w$  la masse volumique de l'eau à la température d'essai.

Dans le cadre de cette étude, les masses volumiques réelles mesurées pour le sable 0/4 mm et le gravillon 6/14 mm ont respectivement été de 2 590 kg/m<sup>3</sup> et 2 600 kg/m<sup>3</sup>.

## 2.3. Compacité résiduelle

### 2.3.1. Granulats : essais de la table à secousse (protocole LCPC)

L'essai de la table à secousses, selon le protocole du LCPC, permet de mesurer dans un premier temps la compacité réelle d'un échantillon de sable ou de gravillon. Dans un second, temps, par l'application du modèle, il est possible de déterminer la compacité résiduelle de ces granulats. L'appareil est constitué d'un moule cylindrique de dimensions connues monté sur une table permettant l'application de chocs (figure 3.12). Une masse permettant l'application d'une pression correspondant à 10 kPa est également utilisée pour compacter l'échantillon.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

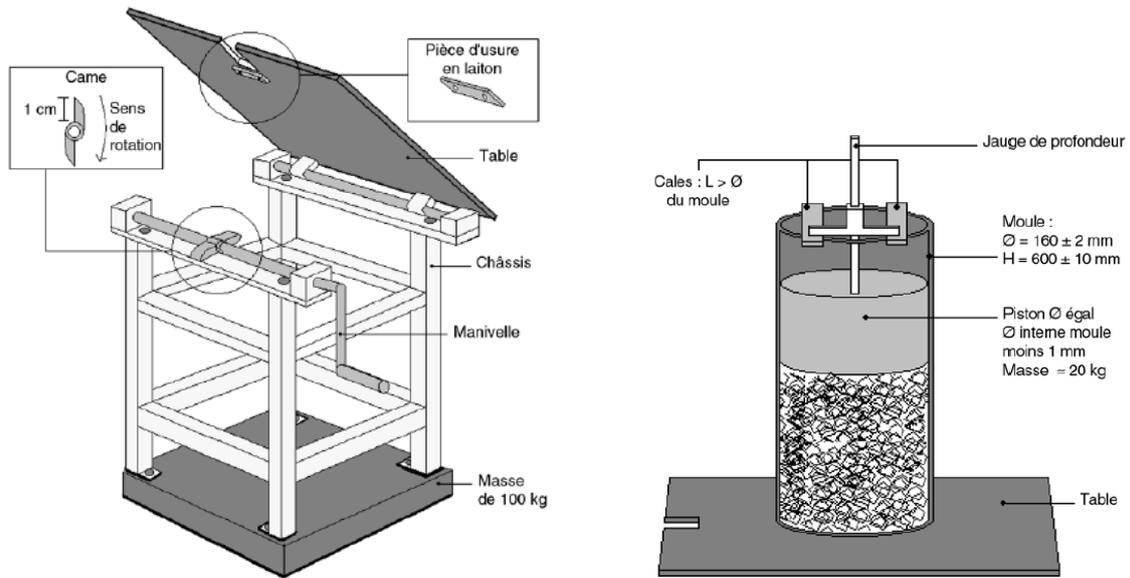


Figure 3.12 Schéma de principe de la table à secousse (LCPC)

Dans un premier temps, la masse est posée au fond du moule vide et deux hauteurs  $H_{V1}$  et  $H_{V2}$  sont mesurées entre le haut de la masse et le haut du moule. La valeur moyenne  $H_V$  de ces deux mesures est retenue.

L'essai consiste à compacter un échantillon de 7 kg de la classe granulaire testée. Cet échantillon est divisé en 3 sous-échantillons de masses égales. Un premier sous-échantillon est placé dans le moule cylindrique puis 20 chocs sont appliqués à l'aide de la table par le biais de la manivelle. L'opération est alors répétée après ajout du second puis du dernier sous-échantillon. Ensuite, la masse est insérée au sein du moule et mise en contact avec l'échantillon de granulat et 40 chocs sont appliqués à nouveau.

Deux hauteurs  $H_{C1}$  et  $H_{C2}$  sont alors mesurées, entre le haut de la masse en contact avec les granulats et la hauteur du moule. La valeur moyenne  $H_C$  est calculée et retenue. Le volume apparent  $V$  occupé par l'échantillon peut alors être calculé à l'aide des formules suivantes :

$$V = S * h$$

$$S = \frac{\pi D^2}{4}$$

$$h = H_V - H_C$$

La compacité est calculée pour chaque échantillon à l'aide de la formule suivante :

$$C = \frac{\rho_a}{\rho_{rd}}$$

Avec  $\rho_{rd}$  la masse volumique réelle, obtenue au préalable selon les prescriptions de la norme NF EN 1097-6 et  $\rho_a$  la masse volumique apparente, tel que :

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

Avec  $M$  la masse de l'échantillon et  $V$  le volume mesuré.

La compacité  $C$  mesurée à l'aide de cet essai correspond à la compacité réelle en milieu fini, c'est-à-dire prenant en compte les effets des parois du moule cylindrique. Pour obtenir la compacité réelle en

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

milieu infini, il faut utiliser la formule développée par Ben-Aïm. Elle consiste à considérer un volume perturbé  $V_p$  situé entre la paroi et une distance de  $d/2$  de la paroi ( $d$  étant le diamètre maximal au sein du mélange). La compacité en milieu fini  $\bar{\alpha}$  peut alors être déterminée à partir de la compacité en milieu infini  $\alpha$ , du volume perturbé  $V_p$  et d'un coefficient  $k_W$  qui dépend de la géométrie des granulats (0,88 pour des grains roulés, 0,73 pour des grains concassés, 0,69 pour des sphères).

$$\bar{\alpha} = [1 - (1 - k_W)V_p]\alpha \quad (\text{Équation 3.30})$$

Dans le cas présent, il s'agit d'inverser le calcul pour déterminer  $\alpha$  à partir de  $\bar{\alpha}$ , qui correspond à  $C$ , calculé précédemment.

En considérant la classe granulaire testée comme un mélange monodisperse (simplification qui sera corrigée par la suite), la formule permettant de calculer l'indice de serrage  $K$  devient :

$$K = \frac{1}{\frac{\beta}{\Phi} - 1} \quad (\text{Équation 3.31})$$

Avec  $\Phi$  correspondant à  $\alpha$  dans la formule de Ben-Aïm. Selon De Larrard, l'indice de serrage pour ce procédé de mise en place correspond à une valeur de 9. Il est donc possible de déterminer la compacité résiduelle  $\beta$  de la classe granulaire à partir de l'équation précédente. Cependant, l'appareillage utilisé dans le cadre de cette étude n'étant pas strictement identique à celui défini par le protocole d'essais, il a été décidé de déterminer expérimentalement son indice de serrage.

#### 2.3.2. Ciment : essai de demande en eau

Pour déterminer la compacité résiduelle du ciment et des additions minérales, il est possible de réaliser un essai de consistance normalisée, tel que présenté à la partie 2, chapitre 3, paragraphe 1.2. En effet, il est considéré que l'état de consistance normalisée à la suite du protocole de malaxage indiqué par la norme NF EN 196-3 correspond à un indice de serrage de 4,8 (Lecomte et al [231], Sedran et al [232]). Une fois la consistance normalisée atteinte, la compacité réelle en milieu infini de la pâte est calculée comme suit :

$$\Phi = \frac{1000}{1000 + \rho_p \frac{M_e}{M_p}} \quad (\text{Équation 3.32})$$

Avec  $\rho_p$  la masse volumique de la poudre,  $M_e$  la masse d'eau ajoutée et  $M_p$  la masse de poudre. Ensuite, comme pour les granulats, la compacité résiduelle est calculée à partir de la formule de l'indice de serrage en considérant la poudre comme un mélange monodisperse.

Afin de déterminer la compacité résiduelle d'une poudre à un dosage en superplastifiant donné, il est nécessaire de réitérer cet essai au dosage à saturation. Une fois la valeur de compacité résiduelle obtenue à ce dosage  $P^*$ , il est possible d'estimer une valeur à n'importe quel dosage  $P$  grâce à la formule suivante :

$$\beta_i = \beta_i^{P=P^*} + \left(1 - \frac{P}{P^*}\right)^2 (\beta_i^{P=0} - \beta_i^{P=P^*}) \quad (\text{Équation 3.33})$$

Il est donc requis dans un premier temps de déterminer ce dosage à saturation.

### 2.3.3. Ciment : dosage à saturation en superplastifiant

Pour déterminer le dosage à saturation en superplastifiant d'une poudre, un essai d'écoulement au cône de Marsh est réalisé. L'essai consiste à réaliser un coulis cimentaire à partir d'un sable normalisé et du ciment à tester. Le coulis est formulé de sorte que le rapport sable sur liant S/L soit de 1,6.

Dans un premier temps, un coulis est formulé pour un dosage en superplastifiant supérieur au dosage à saturation (supérieur à la borne supérieure de dosage conseillé par le fabricant). Une première étape est ainsi de déterminer le rapport E/C permettant d'atteindre un écoulement de l'ordre de 15 à 25 secondes pour ce dosage. Le E/C obtenu est celui retenu pour la détermination du dosage à saturation.

Dans un second temps, le coulis est formulé pour ce rapport E/C et testé en augmentant progressivement le dosage en superplastifiant. Le dosage pour lequel la durée minimale d'écoulement au cône est mesurée correspond au dosage à saturation. Les étapes de fabrication et de test sont les suivantes :

- l'eau d'ajout et 1/3 du superplastifiant sont versés dans la cuve du malaxeur ;
- le mélange est malaxé à vitesse lente pendant 15 secondes ;
- le ciment est introduit dans le bol ( $t_0$ ) et l'ensemble est malaxé pendant 30 secondes ;
- le sable est introduit pendant les 30 secondes suivantes de malaxage ;
- le mélange est malaxé à vitesse rapide pendant 30 secondes ;
- le malaxage est stoppé pendant 30 secondes durant lesquelles les parois du bol sont râclées. le reste du superplastifiant est ajouté ;
- le mélange est malaxé pendant 15 secondes à vitesse lente puis 1 minute et 45 secondes à vitesse rapide ;
- le mélange est versé dans un cône de Marsh avec une buse de sortie de diamètre 12,5 mm. Une quantité de 1 litres de coulis doit être versée ;
- le bouchon de la buse est retiré et le temps d'écoulement d'une quantité de 500 mL de coulis est mesurée. La mesure doit être lancée à  $t_0 + 5$  minutes.

Un exemple de courbe typique obtenue à la suite des essais est présenté à la figure 3.13 (ciment CEM I 52,5 R de l'étude). En représentant le logarithme du temps d'écoulement en fonction du pourcentage de superplastifiant utilisé (en extrait sec), il est possible de déterminer visuellement un changement de pente qui correspond à un dosage à saturation en extrait sec de 0,6 %.

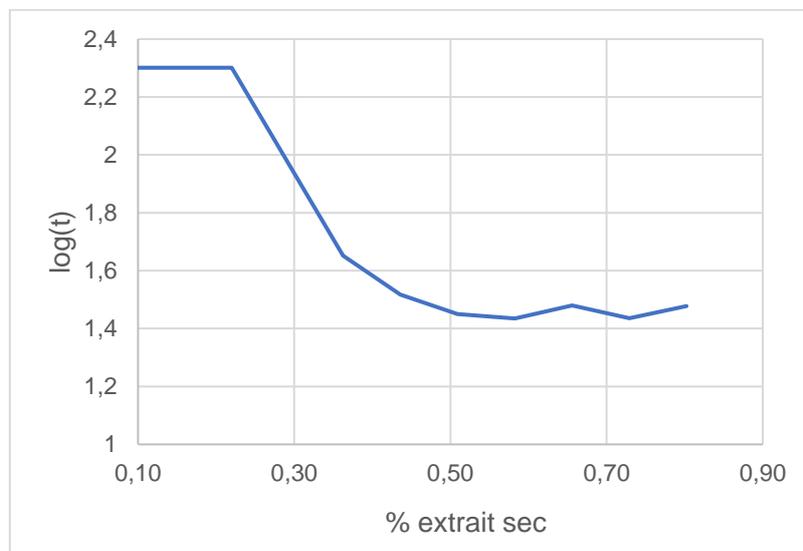


Figure 3.13 Courbe de détermination du dosage à saturation en superplastifiant pour le ciment pur

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

Les dosages à saturation mesurés pour le ciment et les additions minérales de l'étude sont récapitulés au sein du tableau 3.3.

| Constituant   | Ciment | Métakaolin | Addition calcaire 1 | Addition calcaire 2 |
|---------------|--------|------------|---------------------|---------------------|
| % extrait sec | 0,6    | 0,4        | 0,2                 | 0                   |

*Tableau 3.3 Dosages à saturation en superplastifiant mesurée pour les différentes poudres*

### 2.4. Détermination de l'indice de serrage K

Dans le cadre de cette étude, deux appareils ont servi à mettre en place les constituants ou le béton :

- table à secousse (protocole du LCPC) : permet de déterminer la compacité résiduelle des classes granulaires ;
- table vibrante : a servi à mettre en place les différents bétons de l'étude.

La détermination de l'indice de serrage de ces appareils consiste à réaliser des mesures de compacité réelle à l'aide d'un échantillon de compacité résiduelle connue. Pour cela, des billes de verre, parfaitement sphériques et de diamètres identiques sont utilisées. Ainsi, il peut être considéré que leur compacité résiduelle correspond au cas idéal, c'est-à-dire à une valeur de 0,74. Pour l'essai à la table à secousse, des billes de diamètres 8 mm et 0,5 mm ont été utilisées. Pour la table vibrante, les diamètres des billes ont été de 8 mm et 4 mm (les billes de 0,5 mm s'échappant du moule lors de l'application de la vibration). Les masses volumiques des différentes billes utilisées n'étant pas connues, elles ont été mesurées selon le principe de la norme NF EN 1097-6. Les valeurs obtenues sont récapitulées au sein du tableau 3.4.

| Diamètre des billes (mm) | Masse volumique réelle (kg/m <sup>3</sup> ) |
|--------------------------|---|
| 8                        | 2 557,8                                     |
| 4                        | 2 500,1                                     |
| 0,5                      | 2 486,3                                     |

*Tableau 3.4 Caractéristiques des billes de verres utilisées pour la détermination de l'indice de serrage*

#### 2.4.1. Table à secousses LCPC

Pour chaque diamètre de billes, l'essai de la table à secousse a été réalisé sur trois échantillons et trois hauteurs ont été mesurées une fois le compactage terminé. Les compacités obtenues à la suite de ces essais et les indices de serrage calculés sont présentés au sein du tableau 3.5.

| Diamètre des billes (mm) | Mesure | Compacité réelle en milieu fini | Compacité réelle en milieu infini $\Phi$ | Indice de serrage K |
|--------------------------|--------|---------------------------------|--|---------------------|
| 8                        | 1      | 0,606                           | 0,629                                    | 5,64                |
|                          | 2      | 0,605                           | 0,628                                    | 5,58                |
|                          | 3      | 0,605                           | 0,628                                    | 5,58                |
| 0,5                      | 1      | 0,624                           | 0,626                                    | 5,47                |
|                          | 2      | 0,630                           | 0,631                                    | 5,80                |
|                          | 3      | 0,628                           | 0,629                                    | 5,66                |

*Tableau 3.5 Mesures de compacité réalisées sur la table à secousse pour la mesure de son indice de serrage*

À la suite de ces résultats, il a été décidé de définir l'indice de serrage de la table à secousse utilisée à une valeur de 5,6. La différence entre cette valeur et celle définie par F. de Larrard ( $K = 9$ ) provient d'une part de l'appareillage utilisé (intensité des secousses appliquées plus faible du fait de l'usure de la came) mais également de la manière dont est réalisé l'essai (versement des billes au sein du moule, vitesse d'application des secousses). Aussi, les billes de verres, malgré leur sphéricité, présentent

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

probablement une compacité résiduelle  $\beta$  inférieure à 0,74 en réalité. En considérant une valeur plus faible de  $\beta$ , la valeur calculée de K augmente.

### 2.4.2. Table vibrante

La table vibrante utilisée pour la confection des bétons est paramétrable en fréquence et en force. Dans le cadre de cette étude, ces paramètres ont été fixés respectivement à des valeurs de 3 000 Hz et de 1 750 daN, ce qui permet l'application d'une vibration suffisamment puissante pour la mise en place de bétons habituellement de classe S4 (dans le cadre des essais de cette étude).

Un moule cubique de dimensions 10 x 10 x 10 cm a été utilisé pour la réalisation de ces essais. Pour chaque diamètre de bille, trois essais ont été réalisés. Avant l'application de la vibration, le cube a été rempli une première fois de billes. Au cours de la vibration, des billes ont été ajoutées si nécessaire pour compléter le moule. Une fois la vibration (d'une durée de 30 secondes) terminée, quatre hauteurs apparentes des billes ont été mesurées (entre la hauteur du moule et la surface réelle des billes) afin de calculer une hauteur moyenne et la masse de billes ajoutées a été pesée. Les masses volumiques apparentes de billes puis leurs compacités réelles en milieu fini et infini et enfin l'indice de serrage de la table vibrante ont ainsi pu être calculés. Les mesures de compacité et les indices de serrage calculés sont récapitulés au sein du tableau 3.6.

| Diamètre des billes (mm) | Mesure | Compacité réelle en milieu fini | Compacité réelle en milieu infini $\Phi$ | Indice de serrage K |
|--------------------------|--------|---------------------------------|--|---------------------|
| 8                        | 1      | 0,602                           | 0,648                                    | 7,07                |
|                          | 2      | 0,600                           | 0,645                                    | 6,83                |
|                          | 3      | 0,607                           | 0,653                                    | 7,47                |
| 4                        | 1      | 0,627                           | 0,655                                    | 7,75                |
|                          | 2      | 0,622                           | 0,650                                    | 7,23                |
|                          | 3      | 0,630                           | 0,659                                    | 8,14                |

Tableau 3.6 Mesures de compacité réalisées sur la table vibrante pour la mesure de son indice de serrage

Les valeurs obtenues sont assez variables, du fait d'une répétabilité moindre de cet essai par rapport à l'essai de la table à secousses. Il a été décidé de considérer une valeur d'indice de serrage moyenne de 7,4 pour la table vibrante.

### 2.5. Validation du modèle

Afin de vérifier l'adéquation entre le modèle et l'expérimental, des mesures de compacité à la table à secousses ont été réalisées. Des mélanges binaires de sable et de granulats ont été confectionnés en différentes proportions et homogénéisés à l'aide d'un malaxeur planétaire. Afin de s'assurer des proportions massiques pour chaque éprouvette, des masses de sable et de gravillon correspondantes ont été prélevées de sorte à obtenir une éprouvette de 7 kg avant que l'ensemble ne soit malaxé.

Les résultats de compacités réelles et résiduelles obtenues à la suite de ces essais sont présentés au sein du tableau 3.7.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

| Mélange         | Mesure | Compacité réelle en milieu fini | Compacité réelle en milieu infini $\Phi$ | Compacité résiduelle $\beta$ |
|-----------------|--------|---------------------------------|--|------------------------------|
| 100 % G         | 1      | 0,574                           | 0,593                                    | 0,698                        |
|                 | 2      | 0,574                           | 0,593                                    | 0,698                        |
| 80 % G + 20 % S | 1      | 0,662                           | 0,681                                    | 0,802                        |
|                 | 2      | 0,662                           | 0,681                                    | 0,802                        |
| 60 % G + 40 % S | 1      | 0,708                           | 0,724                                    | 0,853                        |
|                 | 2      | 0,726                           | 0,743                                    | 0,875                        |
| 40 % G + 60 % S | 1      | 0,739                           | 0,752                                    | 0,887                        |
|                 | 2      | 0,740                           | 0,754                                    | 0,889                        |
| 20 % G + 80 % S | 1      | 0,734                           | 0,744                                    | 0,877                        |
|                 | 2      | 0,735                           | 0,745                                    | 0,879                        |
| 100 % S         | 1      | 0,696                           | 0,702                                    | 0,828                        |
|                 | 2      | 0,693                           | 0,700                                    | 0,825                        |

*Tableau 3.7 Mesures de compacité réalisées à la table à secousse pour le sable, le gravillon et des mélanges binaires*

Les valeurs de compacités obtenues pour le sable sont beaucoup plus élevées que pour le gravillon. Les valeurs observées dans l'ouvrage de de Larrard sont plus faibles pour ce type de classe granulaire. Dans ses travaux, la plupart des grains utilisés sont de taille unique. Dans le cas des sables et gravillons, les classes granulaires sont constituées d'empilements de grains de différentes tailles, d'où une compacité plus élevée.

Pour utiliser le MEC, à chaque taille de grain doit correspondre une compacité résiduelle qui lui est propre. Il est impossible de déterminer expérimentalement cette compacité car cela nécessiterait d'isoler chaque taille de grain au sein de l'empilement et de réaliser l'essai de la table à secousses. Pour résoudre ce problème, une compacité résiduelle fictive peut être calculée à l'aide du MEC. À partir de la compacité réelle en milieu infini de l'empilement et de l'indice de serrage, un calcul inverse est réalisé afin de déterminer une valeur unique de compacité résiduelle qui est associée à toutes les tailles de grains de l'empilement. Cette méthode permet de plus de caler le modèle par rapport aux constituants utilisés. C'est-à-dire que les valeurs de compacité calculées pour le gravillon et le sable seuls sont forcément identiques à celles mesurées expérimentalement.

Par ces calculs, des compacités résiduelles virtuelles de 0,537 et de 0,563 ont été obtenues pour les tailles de grains du sable et du gravillon respectivement. Les compacités obtenues expérimentalement pour les mélanges binaires et celles calculées sont représentées sur la figure 3.14.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

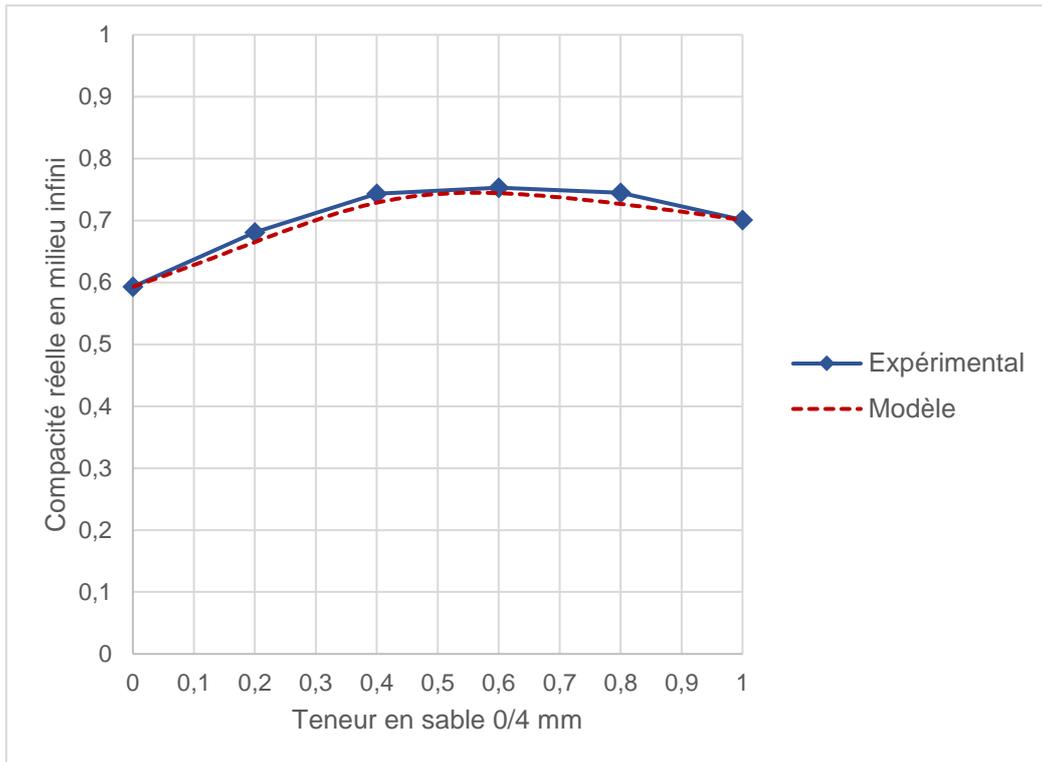


Figure 3.14 Compacités réelles mesurées et calculées en fonction de la teneur en sable au sein du mélange

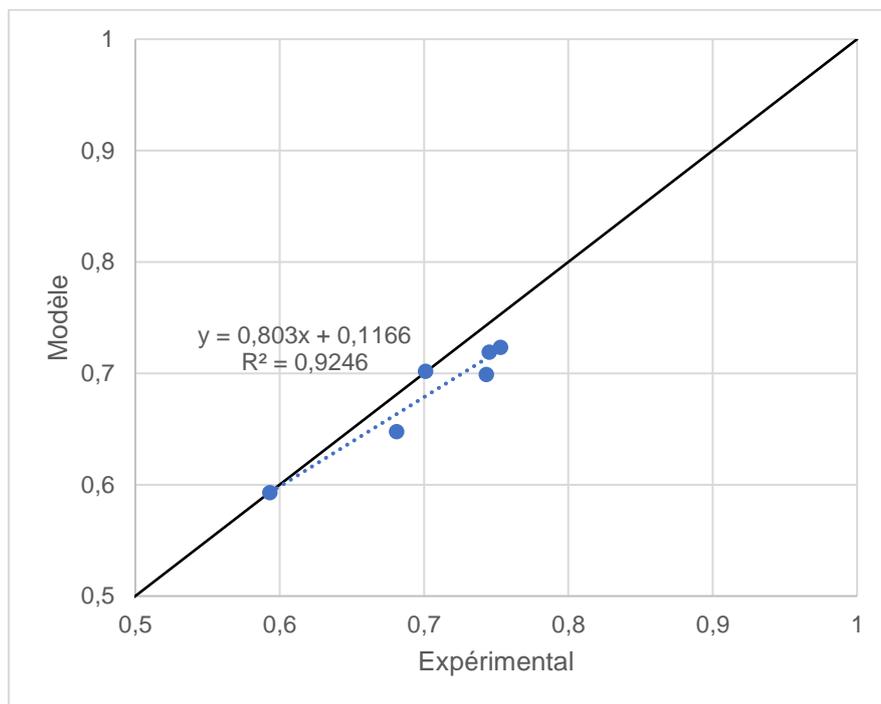


Figure 3.15 Corrélation entre les valeurs de compacité mesurées et calculées à l'aide du MEC

L'écart entre le modèle et l'expérimental est faible. Pour déterminer l'optimum de compacité pour la suite des essais, les calculs ont été réalisés avec un indice de serrage de 7,4 (table vibrante). Il a pu être estimé qu'un mélange de 46 % de gravillon et de 54 % de sable en volume (similaire en masse, du fait de masses volumiques presque identiques) permettrait d'atteindre une compacité réelle en milieu infini de 0,782. Le volume de pâte minimal pouvant être atteint par ce mélange peut être estimé en

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

calculant sa compacité  $g^*$ , qui correspond à la compacité maximale atteignable par l'arrangement aléatoire des grains (indice de serrage de 9 considéré). Pour ce mélange, une compacité  $g^*$  de 0,803 a été calculée, ce qui correspond à un volume de pâte minimal de 197 L/m<sup>3</sup>.

En guise d'information, les résultats qui auraient été obtenus en paramétrant un indice de serrage de 9 pour la table à secousses sont récapitulés au sein du tableau 3.8.

|   | $K_{\text{table}} = 9$      | $K_{\text{table}} = 5,6$ |
|---|-----------------------------|--------------------------|
| Compacité résiduelle du sable                           | 0,779                       | 0,826                    |
| Compacité résiduelle virtuelle des grains du sable      | 0,564                       | 0,537                    |
| Compacité résiduelle du gravillon                       | 0,658                       | 0,698                    |
| Compacité résiduelle virtuelle des grains du gravillon  | 0,597                       | 0,563                    |
| Optimum de composition (K = 7,4)                        | 54 % Sable + 46 % Gravillon |                          |
| Compacité réelle en milieu infini à l'optimum (K = 7,4) | 0,738                       | 0,782                    |

Tableau 3.8 Compacités calculées en prenant en compte un indice de serrage de 9 pour la table à secousses

En termes de proportions volumiques, le mélange obtenu est identique à celui déterminé avec un indice de serrage de 5,6. En revanche, la compacité calculée pour ce mélange pour une mise en place à la table vibrante est inférieure de 0,043. Il est donc essentiel de mesurer l'indice de serrage des différents procédés de mise en place pour paramétrer correctement le modèle.

Pour le ciment et les additions minérales utilisées dans l'étude, les compacités réelles en milieu infini et résiduelles qui ont été déterminées sont récapitulées au sein du tableau 3.9.

| Constituant         | Sans superplastifiant                    |                              | Au dosage à saturation                   |                              |
|---------------------|--|------------------------------|--|------------------------------|
|                     | Compacité réelle en milieu infini $\Phi$ | Compacité résiduelle $\beta$ | Compacité réelle en milieu infini $\Phi$ | Compacité résiduelle $\beta$ |
| Ciment              | 0,499                                    | 0,574                        | 0,550                                    | 0,633                        |
| Métakaolin          | 0,471                                    | 0,542                        | 0,484                                    | 0,556                        |
| Addition calcaire 1 | 0,599                                    | 0,689                        | 0,704                                    | 0,810                        |
| Addition calcaire 2 | 0,665                                    | 0,764                        | -  | -                            |

Tableau 3.9 Compacités mesurées pour le ciment et les additions minérales à l'aide de l'essai de consistance à la sonde de Vicat

### 3. Conclusion

À l'aide du MEC, il a été possible de déterminer un mélange binaire optimal permettant de maximiser la compacité du squelette granulaire. En théorie, il devrait être possible d'approcher un volume minimal de pâte de  $200 \text{ L/m}^3$ . En réalité, d'un point de vue pratique, il ne sera pas possible d'atteindre cette limite. Le béton obtenu présenterait en effet une maniabilité inadaptée pour une mise en place à l'aide de la table vibrante utilisée.

Les essais requis pour utiliser le modèle sont relativement simples à mettre en œuvre. Dans le cas où l'utilisateur serait dans l'incapacité de les réaliser, il est possible d'utiliser les données fournies au sein des Fiches Techniques Produits des constituants (analyses granulométriques et masses volumiques réelles).

La détermination de l'indice de serrage des procédés de mise en place n'est pas absolument nécessaire pour estimer les proportions en granulats du mélange optimisé. Il est donc possible de se référer aux valeurs données en exemple au sein du tableau 3.1. En revanche, la compacité réelle du squelette granulaire formulé ne peut être déterminée précisément que si l'indice de serrage est connu.



## Chapitre 3 : Réduction du volume de pâte

Grâce aux modélisations réalisées via le MEC, un squelette granulaire de compacité optimisée ( $g^* = 0,803$ ) a pu être formulé. À partir de ce squelette, il a été décidé de formuler des bétons pour des volumes de pâtes dégressifs, de 300 à 200 L/m<sup>3</sup>, ce paramètre ayant un effet direct sur l’empreinte carbone du béton. Selon les données de la littérature et les estimations du modèle, cette diminution est supposée entraîner une amélioration progressive jusqu’à une valeur seuil des propriétés mécaniques obtenues. À l’inverse, des problématiques liées à la rhéologie sont attendues. L’objectif de ce chapitre est de déterminer la faisabilité technique de bétons à volume de pâte réduit et les opportunités qui en découlent en termes d’empreinte carbone.

Dans un premier temps, des essais ont été réalisés pour un squelette non optimisé et un liant uniquement constitué de ciment Portland. Des essais ont ensuite été réalisés pour un squelette optimisé. Il s’agissait de comparer les propriétés obtenues afin d’évaluer l’influence de la compacité.

Dans un second temps, la réduction du volume de pâte a été associée à l’utilisation de liants ternaires similaires à ceux présentés dans la Partie 2. Des formulations de béton à empreinte carbone davantage réduite ont ainsi pu être développées.

Les paragraphes qui suivent présentent les résultats expérimentaux observés. Une comparaison entre les propriétés mesurées et celles prédites par le MEC est également faite. Enfin, une étude économique et environnementale, permettant de juger de la pertinence de ces solutions est présentée.

### 1. Squelette granulaire non optimisé

La première série de bétons réalisés a consisté en la fabrication de 6 formules pour des volumes de pâtes dégressifs. En théorie, les bétons ont été formulés de sorte que le volume de pâte varie de 300 L/m<sup>3</sup> à 200 L/m<sup>3</sup> par pas de 20 litres. Les volumes de pâtes obtenus pour les compositions réelles diffèrent légèrement. Ceci est dû au fait que la quantité de superplastifiant ajoutée au mélange a dû être ajustée lors des fabrications et que le volume de pâte réel est ajusté avec les teneurs en air occlus mesurées. L’ensemble des compositions réelles de cette première série est présenté au tableau 3.10.

| Composition (kg/m <sup>3</sup> )     | No300 | No280 | No260 | No240 | No220 | No200 |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Sable 0/4 mm                         | 757   | 783   | 800   | 823   | 838   | 865   |
| Gravillon 6/14 mm                    | 1 058 | 1 091 | 1 114 | 1 145 | 1 167 | 1 204 |
| CEM I 52,5 R                         | 388   | 364   | 336   | 310   | 283   | 259   |
| Superplastifiant                     | 1,5   | 2,2   | 2,3   | 3,1   | 3,6   | 7,5   |
| Eau efficace                         | 176   | 165   | 153   | 142   | 129   | 121   |
| Rapport $E_{eff}/L_{Tot}$            | 0,45  | 0,45  | 0,45  | 0,45  | 0,45  | 0,47  |
| Volume de pâte (L)                   | 305   | 284   | 267   | 249   | 231   | 209   |
| <b>Propriétés à l’état frais</b>     |       |       |       |       |       |       |
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> ) | 2 405 | 2 434 | 2 434 | 2 453 | 2 451 | 2 486 |
| Air occlus (%)                       | 0,5   | 0,4   | 0,8   | 0,9   | 1,1   | 0,4   |
| Affaissement (cm)                    | 21    | 24    | 21    | 21,5  | 19,5  | 22    |
| Écoulement au cône inversé (s)       | 2     | 3     | 4     | 6     | 10    | 4     |

Tableau 3.10 Compositions réelles des bétons réalisés pour un squelette granulaire non optimisé

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

Ces bétons sont constitués de 58 % de gravillons et 42 % de sable, ce qui permet d'atteindre une compacité  $g^*$  de 0,787 selon le MEC. Ils ont été formulés de sorte à présenter des propriétés à l'état frais similaires à celles des bétons de la partie 2 en sortie de malaxeur. Un affaissement de classe minimale S4 (16 à 21 cm) a donc été visé.

Il peut être observé que la quantité d'adjuvant ajoutée pour No200 est bien supérieure aux autres formulations. Ce dosage est supérieur au dosage à saturation du ciment mesuré précédemment. Cependant, l'essai au cône de Marsh est réalisé sur coulis cimentaires. À l'échelle du béton, une certaine quantité de fines est ajoutée au mélange via l'utilisation des granulats et le superplastifiant peut également interagir avec ces éléments fins.

Malgré l'atteinte d'un affaissement de classe S5 pour No200, le dosage requis en superplastifiant dénote une difficulté particulière pour la mise en place de ce béton. Pour ce squelette granulaire, il semblerait donc qu'il faille effectivement se limiter à un volume de pâte de 230 litres pour assurer une mise en place satisfaisante sans vibration. Comme le montrent les photos de la figure 3.16, le béton No200 semble manquer de pâte, les granulats étant apparents et peu enrobés.



Figure 3.16 À gauche : affaissement au cône d'Abrams du béton No300. À droite : Béton No200 après essai d'écoulement au cône inversé

Les mesures d'écoulement au cône inversé indiquent que la viscosité des mélanges augmente progressivement avec la réduction du volume de pâte. Ceci est en accord avec la littérature et dû à la réduction progressive de l'écartement des grains au sein de l'empilement. Les contacts sont plus nombreux et les forces de friction entre les grains sont plus importantes, ce qui provoque une augmentation de la viscosité. La durée d'écoulement mesurée pour No200 est plus faible que pour No220 mais ce résultat est faussé. En effet, les granulats n'étant plus correctement enrobés de pâte, le mélange ne s'apparente plus à une suspension et l'ensemble est moins visqueux.

Concernant la teneur en air occlus, celle-ci augmente progressivement avec la réduction du volume de pâte. Ceci peut être dû à l'augmentation progressive de la teneur en adjuvant. Aussi, la proportion en granulats étant plus élevée, l'air entraîné au sein du béton frais peut potentiellement s'évacuer plus difficilement. La valeur d'air occlus obtenue pour No200 est plus faible mais, encore une fois, l'état de ce béton ne permet pas de statuer sur ce résultat.

## 2. Squelette granulaire optimisé

Le squelette granulaire optimisé selon le MEC est constitué de 54 % de sable et de 46 % de gravillon. Il correspond à une compacité réelle en milieu infini de 0,782. Les formulations des 6 bétons réalisés à partir de ce squelette sont récapitulées au sein du tableau 3.11.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

| Composition (kg/m <sup>3</sup> )     | Op300 | Op280 | Op260 | Op240 | Op220 | Op200 |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Sable 0/4 mm                         | 975   | 1 008 | 1 024 | 1 054 | 1 078 | 1 106 |
| Gravillon 6/14 mm                    | 837   | 866   | 880   | 905   | 926   | 949   |
| CEM I 52,5 R                         | 389   | 365   | 335   | 309   | 283   | 257   |
| Superplastifiant                     | 0,8   | 2,2   | 3,3   | 4,0   | 10,4  | 10,4  |
| Eau efficace                         | 175   | 165   | 153   | 142   | 134   | 122   |
| Rapport $E_{eff}/L_{Tot}$            | 0,45  | 0,45  | 0,46  | 0,46  | 0,47  | 0,48  |
| Volume de pâte (L)                   | 306   | 286   | 273   | 251   | 232   | 211   |
| <b>Propriétés à l'état frais</b>     |       |       |       |       |       |       |
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> ) | 2 406 | 2 436 | 2 424 | 2 444 | 2 458 | 2 472 |
| Air occlus (%)                       | 0,7   | 0,6   | 1,5   | 1     | 0,5   | 0,4   |
| Affaissement (cm)                    | 23    | 24,5  | 22,5  | 23    | 23,5  | 23,5  |
| Écoulement au cône inverse (s)       | 1     | 2     | 2     | 14    | 9     | 15    |

Tableau 3.11 Compositions réelles des bétons réalisés avec un squelette granulaire optimisé

Pour les bétons de cette série, les dosages en adjuvant sont plus élevés, notamment pour les bétons Op220 et Op200. Pour ces deux dernières formulations, il est très probable qu'il y'ait eu un surdosage en superplastifiant et qu'un affaissement de classe S4 aurait pu être atteint pour des dosages plus faibles. De ce fait, les rapport  $E_{eff}/L_{Tot}$  sont plus élevés. Le cliché d'Op200 présenté en figure 3.17 montre que les granulats sont plus enrobés que pour No200. L'utilisation d'un squelette granulaire de compacité plus élevée, même faiblement, permet donc vraisemblablement d'atteindre des volumes de pâte plus faibles.



Figure 3.17 À gauche : Affaissement du béton Op300. À droite : Béton Op200 après essai d'écoulement au cône inversé

Les mesures d'écoulement au cône inversé montrent une augmentation rapide de la viscosité à partir d'un volume de pâte de 250 L/m<sup>3</sup>. De la même manière que pour la série de bétons non optimisés, la réduction progressive de l'écartement entre les grains entraîne une augmentation de la viscosité. Aussi, le béton optimisé présente une teneur en sable et donc en éléments fins plus importante. La concentration solide de la pâte est donc plus élevée. Cette augmentation de la viscosité n'a pas que des côtés négatifs. Les bétons obtenus sont davantage cohésifs et le risque de ségrégation est amoindri. De plus, malgré cette viscosité, les mesures d'affaissement montrent que leur mise en place nécessite une simple vibration.

### 3. Résistance à la compression

La résistance à la compression de l'ensemble des bétons a été testée sur cubes 10 x 10 x 10 cm à 24 heures et 28 jours. Les résultats sont récapitulés au sein du tableau 3.12 et présentés à la figure 3.18.

| Non optimisé (MPa) | No300 | No280 | No260 | No240 | No220 | No200 |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 24 heures          | 32,9  | 33    | 34,1  | 38,9  | 38,9  | 38,9  |
| 28 jours           | 77,9  | 73,8  | 77,0  | 82,6  | 81,1  | 85,5  |
| Optimisé (MPa)     | Op300 | Op280 | Op260 | Op240 | Op220 | Op200 |
| 24 heures          | 37,2  | 33,9  | 42,7  | 40,6  | 37,1  | 32,3  |
| 28 jours           | 81,9  | 79,7  | 82    | 85,3  | 82,4  | 84,9  |

Tableau 3.12 Mesures de résistances à la compression réalisées pour les deux séries de béton No et Op

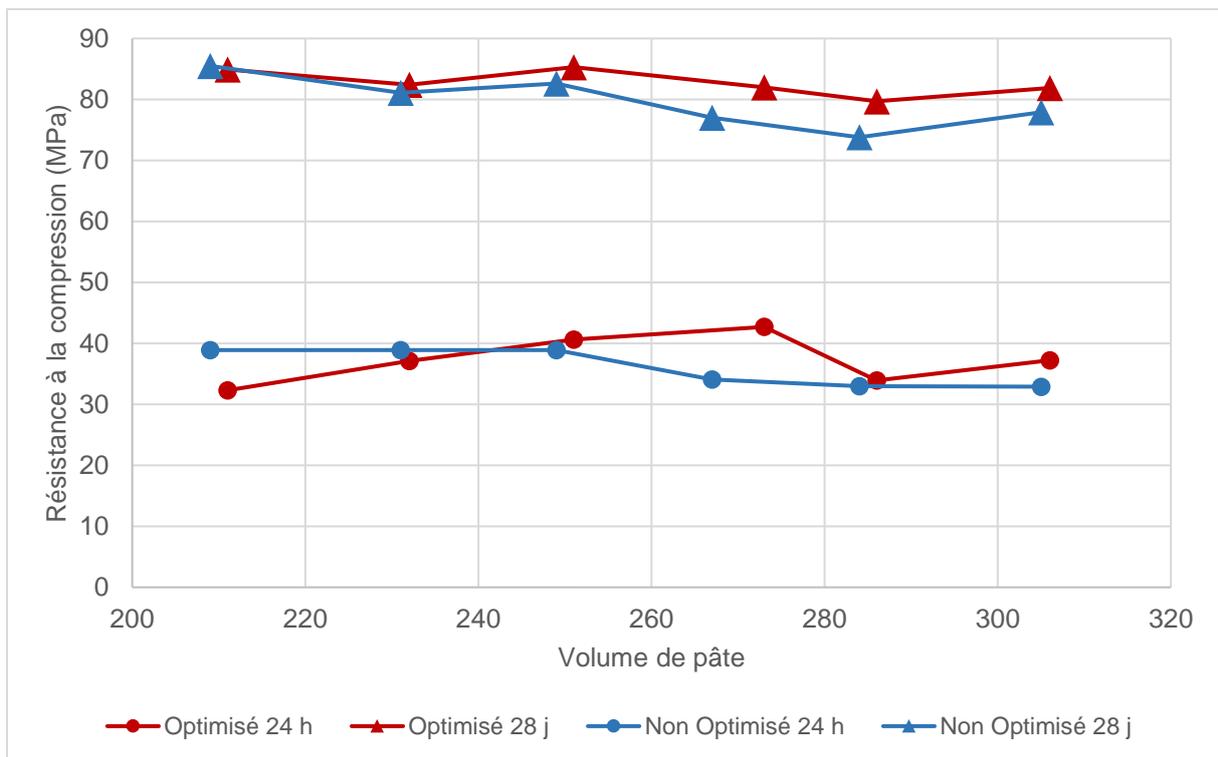


Figure 3.18 Résistances à la compression mesurées en fonction du volume de pâte pour les deux séries de béton, à 24 heures et 28 jours

À 24 heures, pour la série de bétons non optimisés, la réduction du volume de pâte permet une amélioration jusqu'à une valeur seuil de la résistance à la compression. Le squelette optimisé présente des résistances plus faibles pour des volumes de pâte inférieurs à 250 L/m<sup>3</sup>. Ceci peut être dû au dosage excessif en superplastifiant qui peut entraîner un effet retardateur. De plus, du fait de ce surdosage, les rapports E/C de Op220 et Op200 sont supérieurs à 0,45. Globalement, la réduction du volume de pâte ne permet pas une augmentation importante des résistances mécaniques dans ce cas. Cependant, le maintien d'un certain niveau de résistance indique qu'un gain conséquent en teneur en ciment et donc en coût et empreinte carbone du béton peut être réalisé.

À 28 jours, les résistances obtenues pour le squelette optimisé sont systématiquement similaires ou supérieures à celles du squelette non optimisé. Il peut être imaginé de plus que si le rapport E/L des bétons Op220 et Op200 avait été maintenu à 0,45, les résistances atteintes auraient été plus importantes. Il est possible d'estimer les compacités réelles des bétons formulés en calculant les volumes réels de solide (à partir des masses de constituants et de leurs masses volumiques réelles

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

respectives) par mètre cube de béton frais. Des compacités de 0,82, 0,84 et 0,87 ont ainsi été calculées pour Op/No300, Op/No260 et Op/No200 respectivement. Pour les différents volumes de pâtes testés, les compacités mesurées sont systématiquement proches voire identiques pour les deux squelettes granulaires.

Finalement, par le choix réalisé dans les squelettes granulaires et la proximité de leurs compacités  $g^*$ , l'effet de l'augmentation de la compacité sur la résistance à la compression n'a pas pu être démontré. Aussi la matrice cimentaire étant de résistance élevée, il est possible que le mode de rupture de ces bétons soit lié à l'effet plafond des granulats. Ainsi, l'effet de la réduction de l'EMP sur la résistance ne peut pas non plus être observé, la rupture du béton dépendant potentiellement de la résistance intrinsèque des granulats.

Néanmoins, il a pu être observé qu'une réduction importante du volume de pâte et donc de la teneur en clinker pouvait être réalisé tout en maintenant des propriétés rhéologiques et mécaniques similaires. Optimiser davantage la compacité du squelette granulaire en ayant recours à une troisième classe de grains peut potentiellement permettre d'atteindre un  $g^*$  plus élevé et donc de réduire encore le volume de pâte.

### 4. Prédications du modèle

Les formulations de bétons réalisées ont été insérées dans le MEC afin de réaliser les calculs de prédictions des différentes propriétés aux états frais et durcis. Les résultats obtenus vont être comparés avec les résultats expérimentaux dans les paragraphes suivants.

#### 4.1. Viscosité

Les valeurs de viscosité plastique calculées à l'aide du MEC sont comparées aux mesures d'écoulement au sein de la figure 3.19.

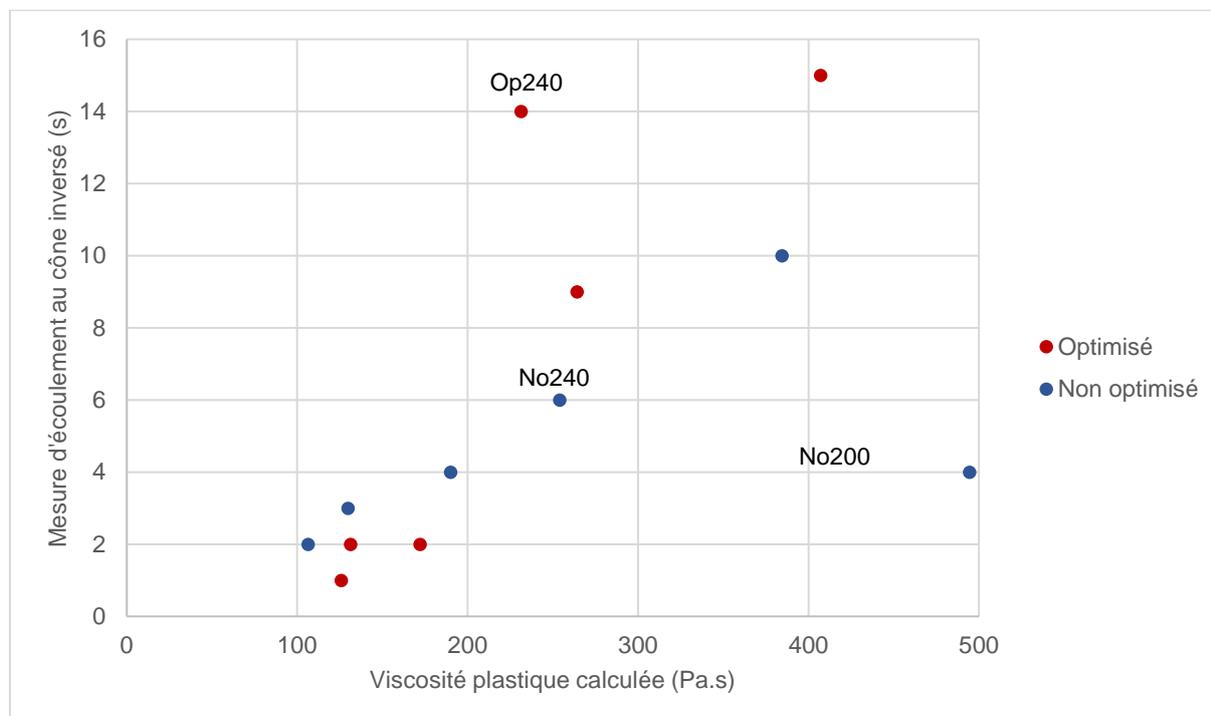


Figure 3.19 Comparaison entre les mesures d'écoulement au cône inversé et la viscosité plastique estimée par le MEC

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

La mesure d'écoulement au cône inversé n'est bien entendu pas une mesure précise de la viscosité plastique. Sans prise en compte des valeurs aberrantes, une relation semble exister entre le temps d'écoulement  $t$  et la viscosité plastique calculée  $\mu$ , tel que  $t = 1,33e^{0,0053\mu}$  (coefficient  $R^2 = 0,86$ ). Un point par série de béton est aberrant. Pour les bétons non optimisés, ce point correspond à la formule No200. Comme montré précédemment, cette formule ne contient pas suffisamment de pâte pour remplir l'empilement de grains. Étant donné que ce mélange n'est pas une suspension, le manque de pâte empêche le béton d'adhérer aux parois du cône d'Abrams. Celui-ci s'écoule ainsi rapidement au travers du cône, à la manière d'un empilement sec.

Concernant la série optimisée, il s'agit de la formule Op240. Par rapport à No240, qui présente une viscosité plastique calculée similaire, le dosage en adjuvant est supérieur ( $4 \text{ kg/m}^3$  contre  $3 \text{ kg/m}^3$ ). La pâte obtenue est donc potentiellement plus visqueuse. Vis-à-vis du modèle, la viscosité plastique dépend de la concentration solide au sein du béton. L'effet de l'adjuvant est donc comptabilisé au travers de son effet sur la compacité résiduelle du ciment. Étant donné que pour No240 et Op240, le dosage en adjuvant dépasse le dosage à saturation du ciment, l'effet du surdosage ne peut pas être pris en compte dans le calcul.

Certaines formulations sortent des domaines de composition pour lesquels les modèles de calculs ont été définis (empiriquement). Il semble donc normal que certaines prédictions ne soient pas tout à fait exactes. Il faudrait recalibrer le modèle à partir des constituants utilisés dans le cadre de cette étude pour affiner les calculs réalisés. Bien que la mesure d'écoulement au cône inversé soit un essai qualitatif, une relation entre la durée mesurée et la viscosité plastique estimée pourrait être obtenue (à partir d'un jeu de données plus conséquent). L'estimation de la durée d'écoulement par le MEC pourrait permettre de donner une signification plus pratique de la valeur de viscosité calculée.

#### 4.2. Affaissement au cône d'Abrams

La comparaison entre les mesures d'affaissement et les valeurs calculées par le MEC est présentée à la figure 3.20.

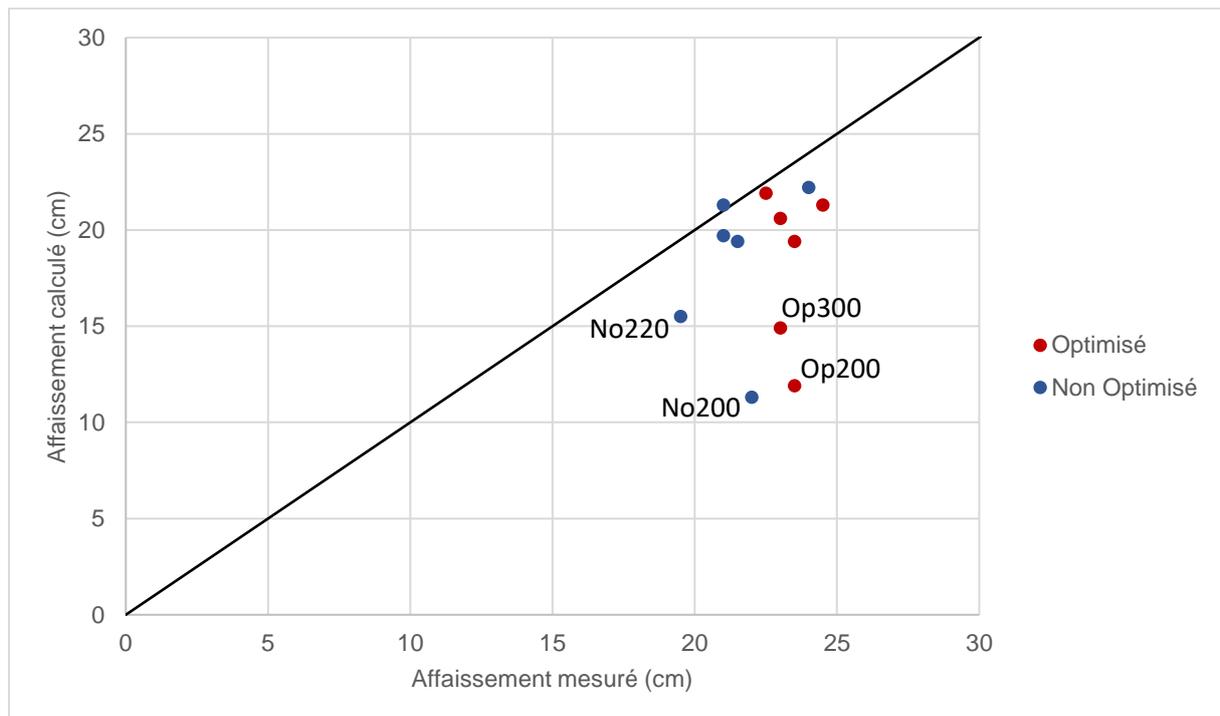


Figure 3.20 Comparaison entre les valeurs d'affaissement mesurées et calculées par le MEC

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

La majorité des points obtenus par le calcul sont assez proches de l'expérimental, avec un pourcentage d'erreur moyen de 9 % (sans prise en compte de No200, No220, Op300 et Op200). Malgré cette erreur, la classe d'affaissement du béton frais peut donc être prédite de manière suffisamment précise. Quatre valeurs calculées sont éloignées des valeurs mesurées, en les sous-estimant d'une voire de deux classes d'affaissement (S3 et S2).

Encore une fois les écarts observés entre l'expérimental et le calcul ont pour origine l'utilisation des équations telles que définies dans la littérature. Le modèle ne peut donc pas correctement représenter l'effet de l'adjuvant utilisé. C'est ce qui est observé pour le mélange Op300 dont le dosage en adjuvant est faible. Pour les mélanges No220, No200 et Op200, le modèle considère que l'écartement des grains n'est pas suffisant malgré la forte teneur en adjuvant pour fluidifier le mélange. Il apparaît donc que l'effet du superplastifiant est probablement sous-estimé ici.

Globalement, comme pour la viscosité plastique, les prédictions du modèle permettent malgré tout d'approcher les mesures expérimentales. Une calibration du modèle permettrait d'améliorer les prédictions réalisées.

#### 4.3. Résistance à la compression

Des valeurs de résistance à la compression ont été calculées et comparées aux valeurs mesurées à 28 jours. Le modèle utilisé permet de calculer la résistance obtenue sur des éprouvettes cylindriques de dimensions 16 x 32 cm. Les résultats ayant été mesurés sur des cubes 10 x 10 x 10 cm, ils ont été convertis en résultats obtenus pour des cylindres 16 x 32 cm à l'aide de l'équation suivante (norme NF EN 206 + A2/CN) :

$$R_{cyl} = 0,9 \cdot R_{cub} \quad (\text{Équation 3.34})$$

Les résistances à la compression ont été calculées en prenant en compte l'air occlus mesuré (figure 3.21). Les calculs ont été réalisés à l'aide de la formule 3.28 prenant en compte l'EMP et le coefficient  $K_g$  calculé.

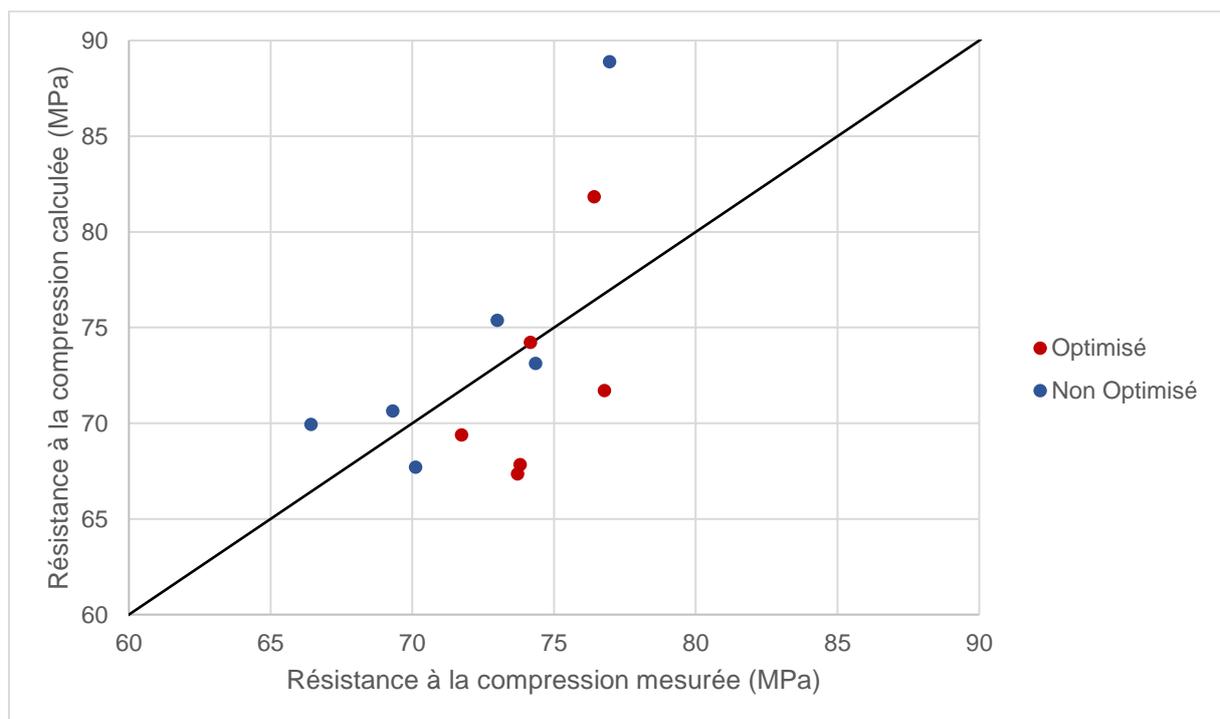


Figure 3.21 Comparaison des résistances à la compression à 28 jours mesurées et calculées par le MEC. Air occlus mesuré

Les résistances à la compression ont été prédites avec une erreur moyenne de 5 % (6 % pour la série optimisée et 5 % pour la série non optimisée). Globalement, le MEC est un outil permettant une prédiction relativement précise des propriétés d'usage des bétons formulés. Les difficultés principales rencontrées sont en lien avec les propriétés rhéologiques. Les erreurs d'estimations peuvent être réduites par une calibration propre aux constituants utilisés.

## 5. Empreinte carbone et coûts

De la même manière que pour les bétons de la partie 2, une évaluation environnementale et économique a été réalisée. Les mêmes hypothèses de calcul ont été utilisées pour les constituants. En termes de transports, seules les distances de l'hypothèse 3 ont été prises en compte. Les empreintes carbonées calculées pour les deux séries de bétons sont présentées à la figure 3.22.

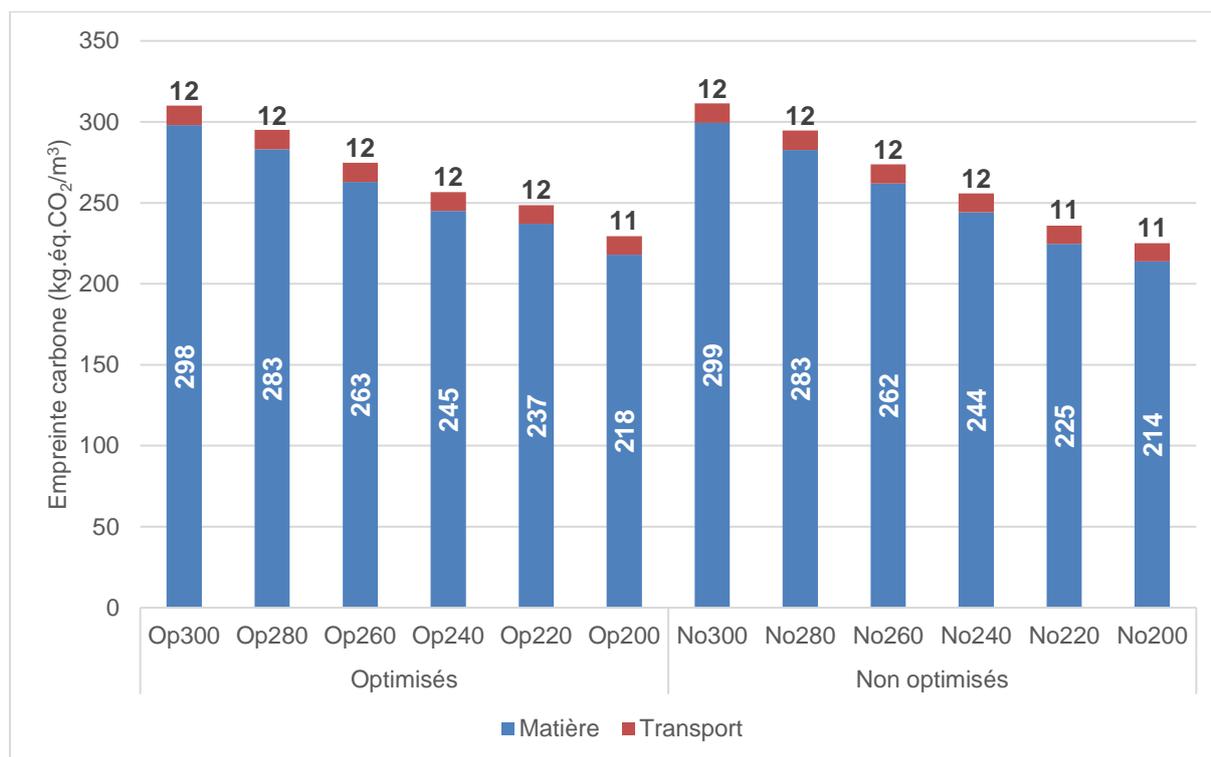


Figure 3.22 Empreintes carbonées calculées pour les séries de bétons de squelettes granulaires optimisés et non optimisés

Pour les deux séries de bétons, la diminution du volume de pâte entraîne naturellement une réduction progressive de l'empreinte carbone. Les bétons Op220 et Op200 présentent des empreintes matière supérieures à celles No220 et No200, du fait du surdosage en superplastifiant. Globalement, il peut être observé qu'une réduction importante de l'empreinte carbone peut être réalisée grâce à la réduction du volume de pâte, tout en maintenant des performances mécaniques constantes. Des réductions de 50 L/m<sup>3</sup> et de 100 L/m<sup>3</sup> du volume de pâte permettent de diminuer respectivement d'environ 20 % et 30 % l'empreinte carbone du béton.

Les empreintes carbonées calculées peuvent encore être considérées ici élevées. Cependant, il faut garder à l'esprit que les bétons réalisés atteignent des résistances à la compression proches de 80 MPa à 28 jours pour un rapport E/L de 0,45. Ainsi, il peut être envisagé de produire des bétons à faible volume de pâte pour des rapports E/L plus élevés. Cela permettrait d'améliorer les propriétés rhéologiques, de diminuer davantage l'empreinte carbone (concentration plus faible en ciment pour un même volume de pâte) tout en conservant des propriétés mécaniques élevées.

## PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACTITÉ

En termes de coûts relatifs, les données sont représentées à la figure 3.23. Les coûts relatifs sont calculés pour chaque série en fonction du béton à base de 300 L/m<sup>3</sup> de pâte.

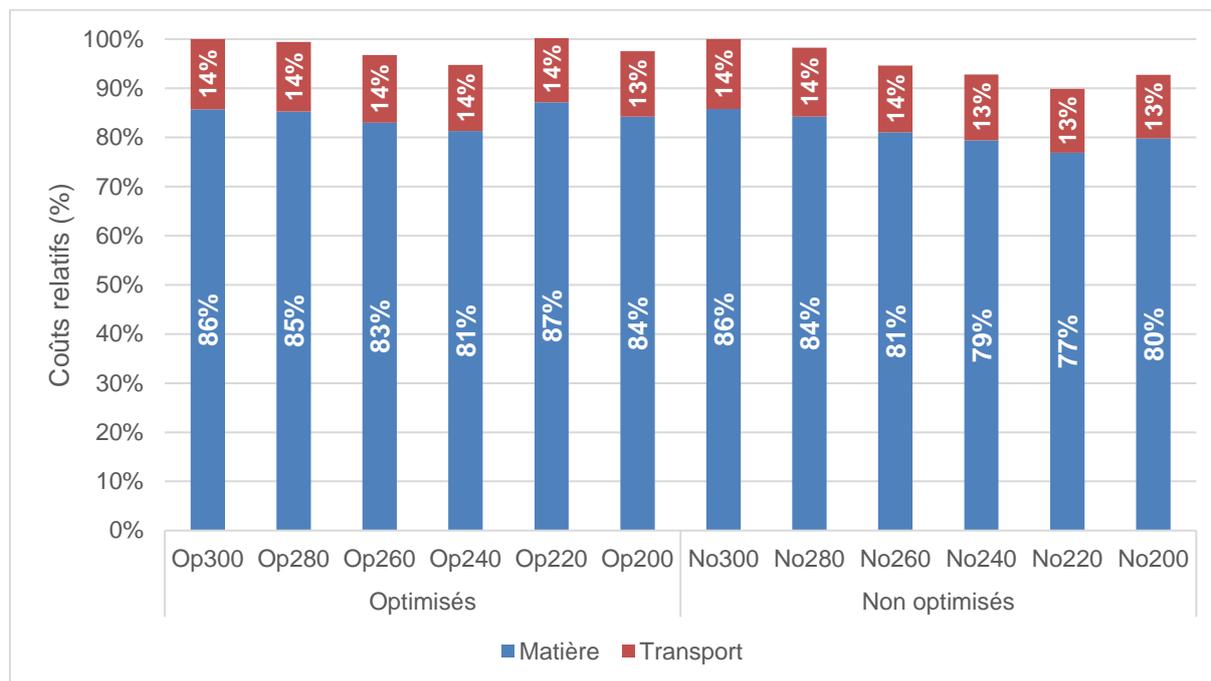


Figure 3.23 Coûts estimés pour les séries de bétons optimisés et non optimisés

Réduire progressivement le volume de pâte permet dans le cas présenté de réduire jusqu'à 10 % le coût global de production. De même que pour l'empreinte carbone, les béton Op220 et Op200 présentent des surcoûts liés au surdosage en superplastifiant.

Finalement, en termes d'empreinte carbone, les solutions approchant le volume de pâte minimal sont les plus intéressantes. Cependant, les difficultés rhéologiques et les surcoûts liés à l'emploi d'adjuvants les empêchent d'être considérées comme les plus pertinentes. Par l'analyse de l'ensemble des propriétés obtenues, l'utilisation d'un squelette de compacité optimisée et la réduction du volume de pâte jusqu'à une teneur de 250 L/m<sup>3</sup> semble pertinentes (formule Op240). En deçà de ce volume de pâte, la mise en place du béton frais peut devenir délicate. Cette composition permet d'atteindre des résistances supérieures à 24 heures et 28 jours pour un dosage en adjuvant modéré. Elle permet une réduction de 18 % de l'empreinte carbone pour une réduction de 5 % des coûts de production. Sa viscosité est supérieure à celle de No240, ce qui peut représenter une problématique. Néanmoins, dans l'optique d'une application aux liants ternaires, le gain en résistance à la compression par l'optimisation de la compacité peut avoir son importance.

## 6. Application aux liants ternaires

Par la mise en commun de la substitution du ciment et de la réduction du volume de pâte, une tentative de réduction maximale de l'empreinte carbone a été entreprise. Les différents résultats obtenus précédemment ont permis de dresser les axes suivants de réduction de cette empreinte :

- réduire la teneur en clinker pour une quantité de liant et un E/L constants ;
- augmenter le rapport E/L pour un volume de pâte constant, sous réserve de maintenir des performances mécaniques et de durabilité suffisantes ;
- inversement, réduire le volume de pâte pour un rapport E/L constant.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

En termes de performances à l'état frais et à l'état durci, les principaux points d'attention ont été les suivants :

- réduire la teneur en clinker entraîne une réduction des performances mécaniques ;
- réduire le rapport E/L permet d'augmenter les performances mécaniques mais entraîne des problématiques de maniabilité ;
- réduire le volume de pâte permet de maintenir voire d'améliorer les performances mécaniques mais réduit également la maniabilité.

L'enjeu de la formulation des bétons de cette partie de l'étude est de trouver l'équilibre entre ces différents paramètres. Dans un premier temps, les bétons bas carbone présentés dans la Partie 2 ont été formulés pour atteindre un volume de pâte de 250 L/m<sup>3</sup> (contre environ 300 L/m<sup>3</sup> initialement). Afin d'améliorer les propriétés rhéologiques, le E/L a été augmenté de 0,30 à 0,35.

Ensuite, un béton à base d'un liant ternaire constitué d'une teneur plus élevée en ciment Portland mais pour un volume de pâte plus faible a été formulé. Enfin, une dernière formulation a été réalisée, dans une tentative de représenter l'optimum technico-environnemental. Ces quatre compositions sont récapitulées au sein du tableau 3.13.

| Composition (kg/m <sup>3</sup> )           | 30C20Mk50L <sub>f</sub> | 40C30L30L <sub>f</sub> | 50C30Mk20L <sub>f</sub> | 40C20Mk40L <sub>f</sub> |
|--|-------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Sable 0/4 mm                               | 1 051                   | 1 062                  | 1 046                   | 1 042                   |
| Gravillon 6/14 mm                          | 897                     | 904                    | 899                     | 895                     |
| CEM I 52,5 R                               | 101                     | 137                    | 164                     | 125                     |
| Métakaolin flash                           | 68                      |                        | 91                      | 64                      |
| Addition calcaire 1                        |                         | 104                    |                         |                         |
| Addition calcaire 2                        | 167                     | 102                    | 62                      | 128                     |
| Superplastifiant                           | 6,7                     | 3,4                    | 6,3                     | 3,1                     |
| Eau efficace                               | 120                     | 120                    | 130                     | 127                     |
| Rapport E <sub>eff</sub> /L <sub>Tot</sub> | 0,36                    | 0,35                   | 0,41                    | 0,40                    |
| Volume de pâte (L)                         | 251                     | 246                    | 254                     | 256                     |
| <b>Propriétés à l'état frais</b>           |                         |                        |                         |                         |
| Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )       | 2 438                   | 2 461                  | 2 426                   | 2 411                   |
| Air occlus (%)                             | 1                       | 0,7                    | 1,2                     | 1,7                     |
| Affaissement (cm)                          | 24                      | 24                     | 23                      | 21,5                    |
| Écoulement au cône inversé (s)             | 17                      | 10                     | 47                      | 12                      |

*Tableau 3.13 Compositions réelles des bétons à base de liants ternaires et à volumes de pâte réduits*

Les deux premiers bétons ont été traités thermiquement à une température de 40 °C pendant 8 heures. Les deux derniers n'ont pas suivi de traitement thermique.

En termes de propriétés rhéologiques, les bétons obtenus atteignent tous un affaissement de classe S5. Leurs viscosités en sortie de malaxeur sont supérieures à celles des bétons formulés dans la partie 2. La réduction du volume de pâte entraîne une diminution de l'écartement entre les granulats au sein du mélange, ce qui accroît les probabilités de contact et l'intensité des forces de frottement. Le béton 50C30Mk20L<sub>f</sub> présente la viscosité la plus importante, du fait de sa teneur plus élevée en ciment et en métakaolin et son faible rapport E/L. Son caractère collant peut donc être problématique pour certains procédés industriels. Cependant, sa classe d'affaissement indique un seuil de cisaillement faible, permettant une mise en place par une simple vibration.

Les bétons 40C30L30L<sub>f</sub> et 40C20Mk40L<sub>f</sub> présentent des viscosités similaires. Lorsque du métakaolin est utilisé ou lorsque le volume de pâte est élevé, il peut être pertinent de ne pas dépasser une certaine réduction de la teneur en eau afin de ne pas complexifier la maniabilité du béton obtenu. Globalement,

excepté pour le béton 50C30Mk20L<sub>f</sub>, les propriétés rhéologiques obtenues ne représentent pas une problématique insurmontable en sortie du malaxeur. Leur maintien au cours du temps devrait néanmoins être évalué, sur une durée de l'ordre de 30 minutes pour un usage en préfabrication.

### 6.1. Résistances à la compression

La résistance à la compression des différents bétons a été mesurée sur cubes 10 x 10 x 10 cm. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 3.24.

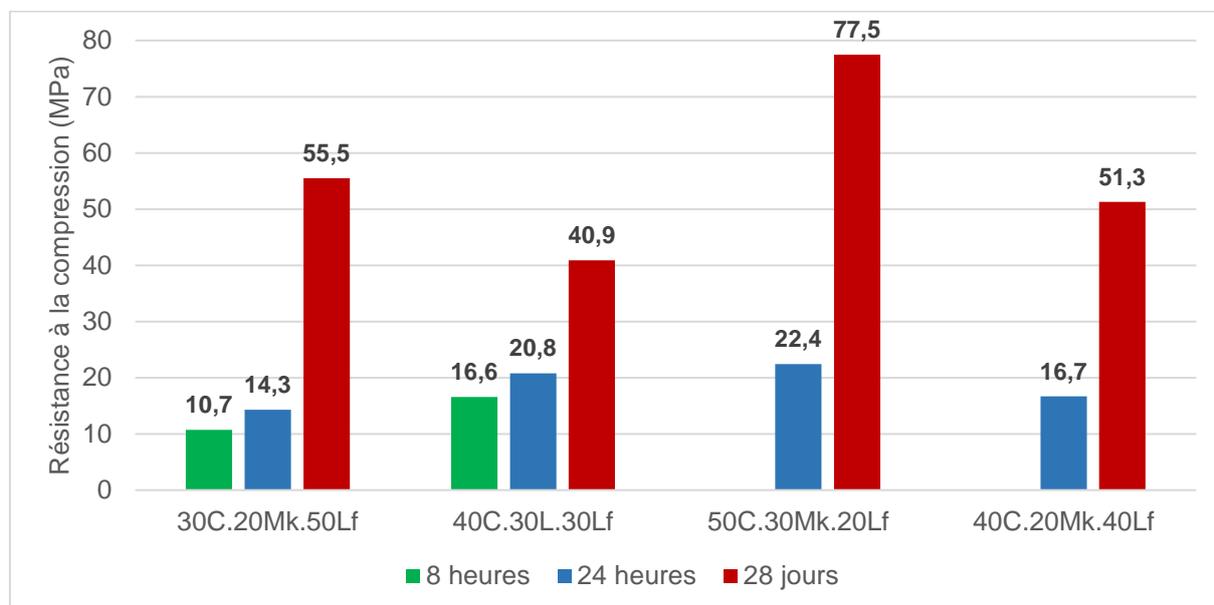


Figure 3.24 Résistances à la compression mesurées pour les bétons à base de liants ternaires et volumes de pâte réduits

Du fait de teneurs en eaux plus élevées que pour les bétons présentés dans la partie 2, les résistances obtenues sont inférieures aux différentes échéances. Le béton 30C20Mk50L<sub>f</sub> respecte cependant le cahier des charges établi au jeune âge. Il présente une résistance à 28 jours permettant de le qualifier C40/50. Le béton 40C20Mk40L<sub>f</sub> a une résistance plus élevée au jeune âge du fait d'une teneur en ciment supérieure de 10 % malgré un E/L de 0,4. Cependant sa résistance est inférieure à 28 jours, ce qui démontre encore une fois que la réduction de la teneur en eau permet de compenser en grande partie l'effet de dilution à âge tardif.

La formule 40C30L30L<sub>f</sub> présente des résistances similaires à celles de B<sub>LL</sub> à toutes les échéances. L'augmentation de la teneur en ciment de 5 % par rapport à B<sub>LL</sub> a permis de compenser l'augmentation du rapport E/L de 0,30 à 0,35. Enfin, la formule 50C30Mk20L<sub>f</sub> présente des performances bien supérieures aux autres bétons, grâce à sa teneur en ciment plus élevée et à la réaction pouzzolanique du métakaolin.

Les performances rhéologiques et mécaniques de ces différentes formules leur permettent de répondre en partie au cahier des charges établi au sein de la partie 2. Leurs performances peuvent encore être optimisées, au travers d'ajustements de la teneur en ciment et de la teneur en eau par exemple. Elles permettent en revanche une diminution considérable de l'empreinte carbone. Ainsi, bien que le cahier des charges, défini initialement pour une application aux MCI ne soit pas entièrement respecté, ces solutions peuvent présenter un réel intérêt pour des applications nécessitant des performances mécaniques moindres.

## 6.2. Empreinte carbone et coûts

Les hypothèses retenues pour les empreintes carbone et les coûts des constituants, transports et traitement thermique sont identiques à celles présentées dans la partie 2. De la même manière que pour les deux séries de bétons précédentes, les distances de transport retenues sont celles de l'hypothèse 3. Les bétons Op300 et Op250 ont servi de références pour situer les empreintes carbonées des 4 bétons à base de liants ternaires. Les empreintes carbonées globales calculées sont présentées au tableau 3.14 et détaillées à la figure 3.25.

| Composition  | Op300 | Op240 | 30C20Mk50L <sub>f</sub> | 40C30L30L <sub>f</sub> | 50C30Mk20L <sub>f</sub> | 40C20Mk40L <sub>f</sub> |
|--|-------|-------|-------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Empreinte carbone (kg.éq.CO <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> ) | 310   | 257   | 139                     | 151                    | 171                     | 135                     |

Tableau 3.14 Empreintes carbonées totales des bétons à base de liants ternaires et volumes de pâte réduits

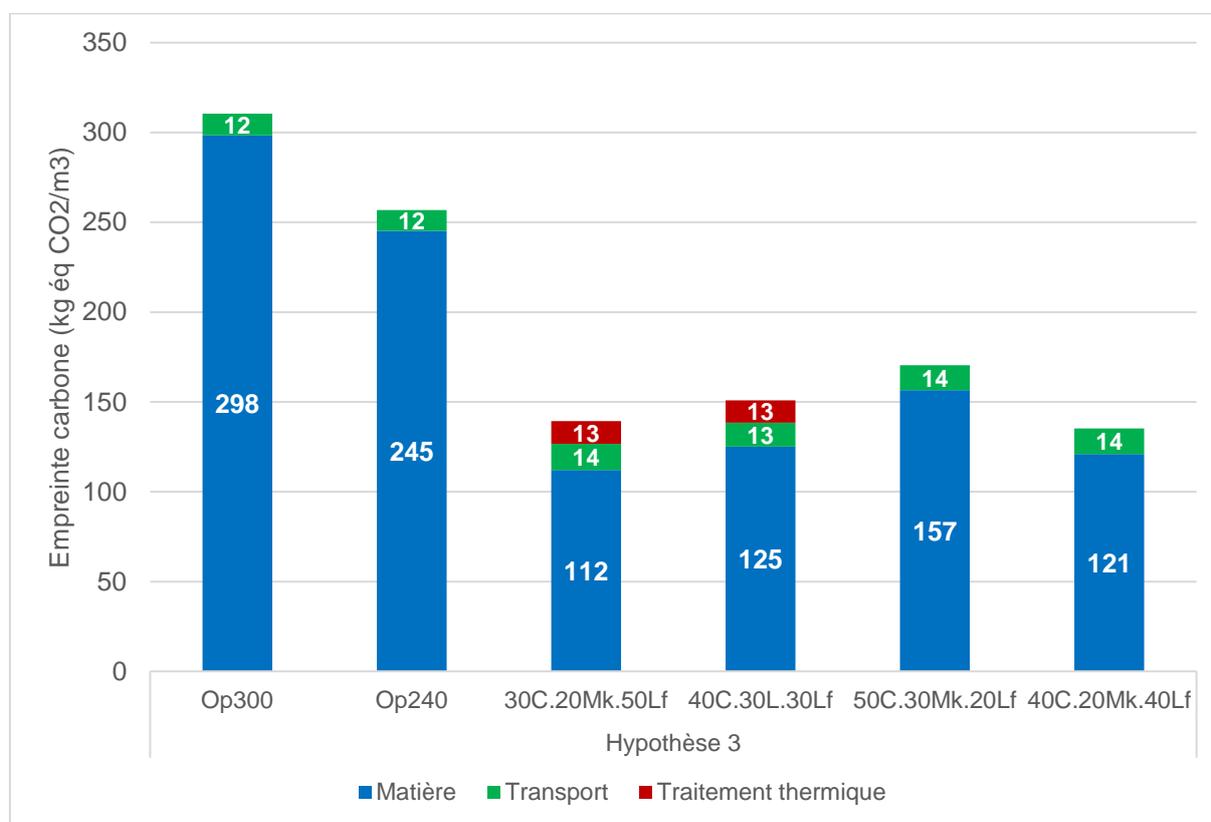


Figure 3.25 Comparaison des empreintes carbone détaillées pour les bétons à base de liants ternaires et volumes de pâte réduits

Il apparaît que par l'association d'une substitution importante de la teneur en clinker et de la réduction du volume de pâte, l'empreinte carbone matière peut fortement être réduite (division par 3 pour 30C20Mk50L<sub>f</sub> par rapport à Op300). Malgré l'addition des impacts liés aux transports et au traitement thermique, il a été possible d'atteindre, pour certains de ces bétons, l'objectif d'une empreinte carbone inférieure à 150 kg.éq.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>.

Tous ces bétons n'ont pas les mêmes performances mécaniques. Dans l'état actuel, il est difficile de réellement comparer ces solutions en termes de performances mécaniques et environnementales. Ainsi, comme présenté lors de l'étude sur mortiers (partie 2), des ratios carbonés ont été calculés pour

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

l'ensemble des bétons de l'étude aux échéances de 24 heures et 28 jours. Des diagrammes ont ainsi pu être tracés pour observer plus facilement l'impact des différents leviers de formulation sur les performances de ces bétons. Les diagrammes correspondant aux échéances de 24 heures et 28 jours sont présentés aux figures 3.26 et 3.27 respectivement.

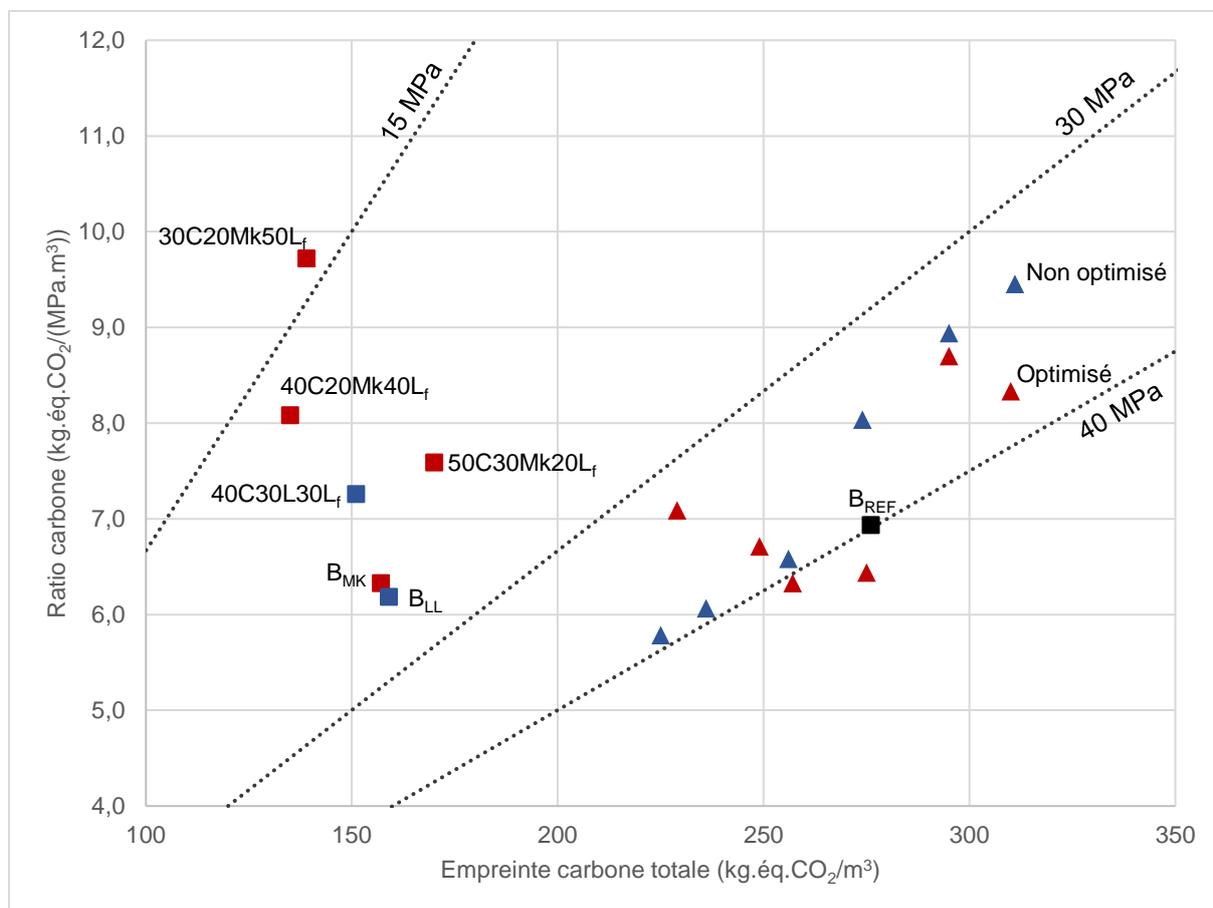


Figure 3.26 Ratios carbone à 24 heures des différents bétons réalisés au laboratoire au cours de l'étude

Au jeune âge, la réduction du volume de pâte pour le squelette non optimisé par le MEC semble plus intéressante que pour le squelette optimisé. Les problèmes liés à l'adjuvantation de ces bétons ne permettent pas entièrement de statuer sur ce fait. En effet, le surdosage entraîne une augmentation de l'empreinte carbone ainsi qu'un retard dans le développement des résistances, ce qui entraîne un accroissement du ratio carbone.

Pour les bétons à base de liants ternaires, ceux de la partie 2 présentent des ratios carbones inférieurs à ceux à faible volume de pâte. Ceci est dû principalement à l'augmentation du rapport E/L pour ces derniers, qui fut requise pour permettre une maniabilité la moins affectée possible. Bien que les empreintes carbone totales obtenues pour les bétons à faible volume de pâte soient plus intéressantes que les bétons de la partie 2, la diminution des résistances mécaniques peut représenter une problématique au jeune âge. La réduction du volume de pâte implique donc de favoriser des formulations avec une teneur en ciment plus élevée, du fait de l'augmentation de la teneur en eau.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACITÉ

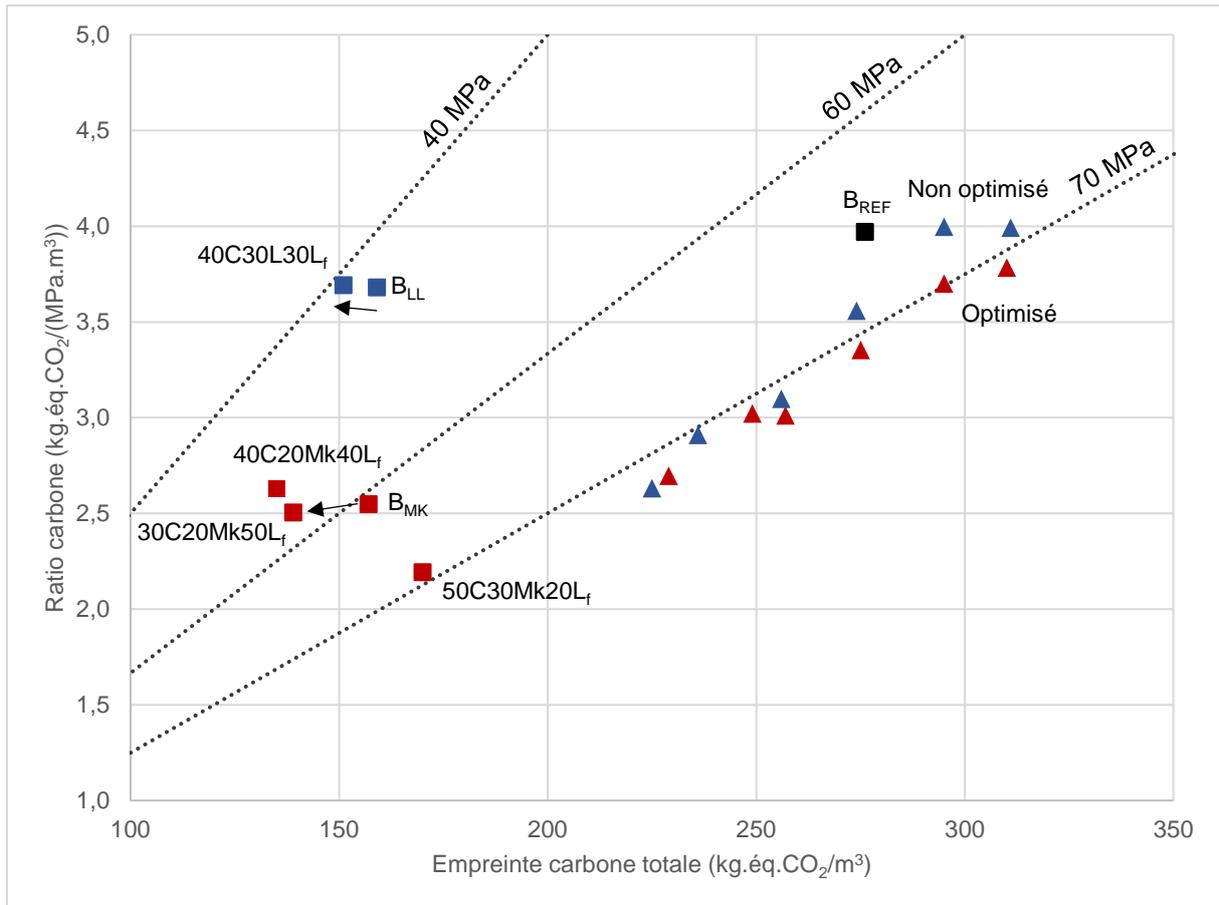


Figure 3.27 Ratios carbone à 28 jours des différents bétons réalisés au laboratoire au cours de l'étude

À 28 jours, les deux séries de bétons présentent cette fois-ci des évolutions plus proches. Ici, l'effet de l'optimisation du squelette granulaire semble plus bénéfique. Elle permet en effet de réduire légèrement le ratio carbone (excepté pour les bétons surdosés en adjuvant). Aussi, les bétons ternaires à faible volume de pâte sont presque équivalents aux bétons de la partie 2 en termes de résistances mécaniques. Pour cette échéance, l'optimisation des trois paramètres teneur en ciment – E/L – volume de pâte apparaît plus clairement. Dans le cas des bétons formulés à base de 30 % de ciment, 20 % de métakaolin et 50 % addition calcaire Lf, cette optimisation a permis une réduction de 22 kg.équ.CO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup> pour une résistance à la compression légèrement inférieure.

### PARTIE 3 : OPTIMISATION DE LA COMPACTITÉ

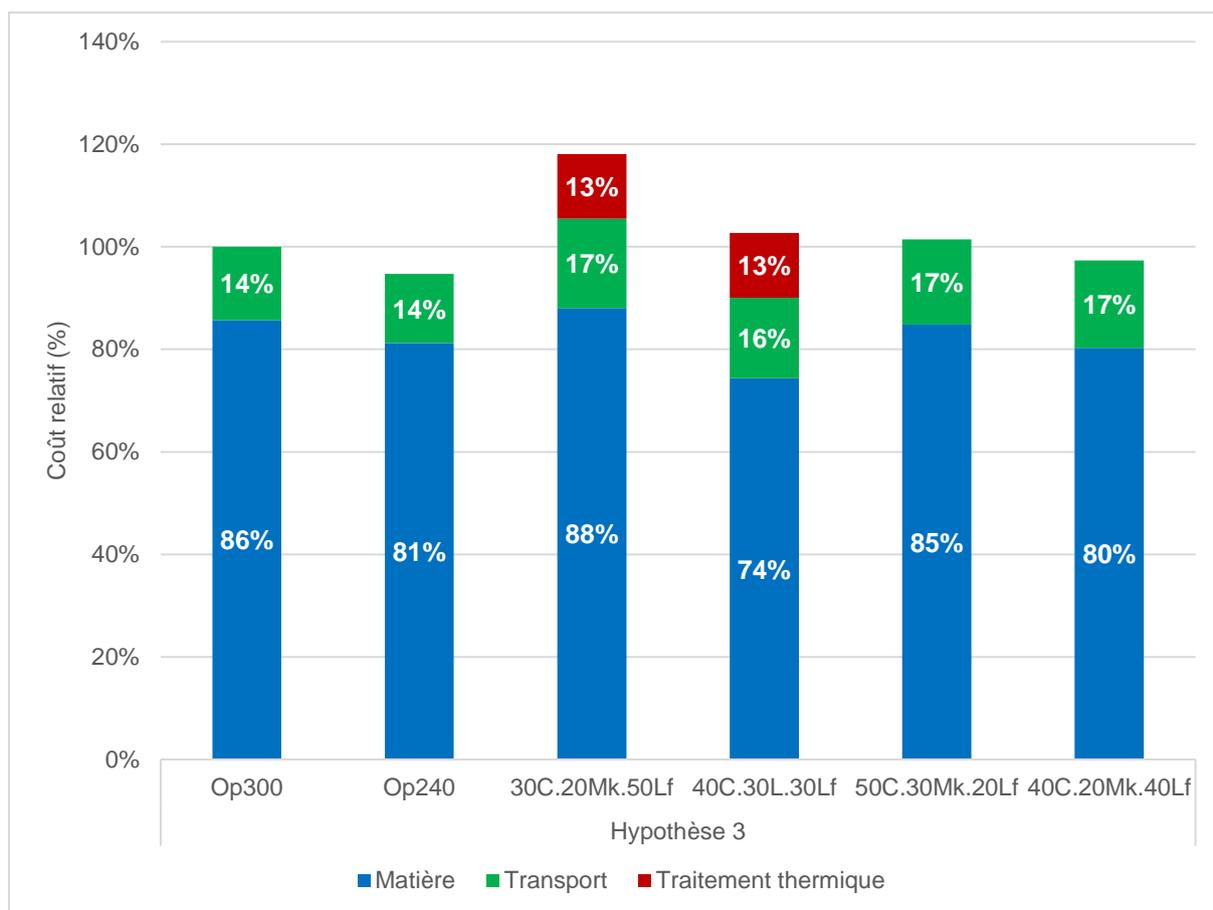


Figure 3.28 Coûts relatifs estimés pour les différents bétons réalisés au laboratoire au cours de l'étude

Concernant les coûts de production de ces bétons, il peut être observé que pour les bétons optimisés, une réduction de 50 L/m<sup>3</sup> du volume de pâte permet une économie de 5 % environ. Contrairement à ce qui avait été observé dans la partie 2, les bétons ternaires à base de métakaolin et sans traitement thermique présentent des coûts proches de celui de la référence (de -3 % à + 2 %). Un surcoût est systématiquement observé avec l'application d'un traitement thermique pour les bétons testés. Il est compensé en partie par la réduction du volume de pâte. Il peut donc être judicieux de favoriser une formulation dont la teneur en ciment est intermédiaire lorsque le volume de pâte est réduit. En effet, cela permet d'atteindre des résistances suffisantes au jeune âge sans avoir recours à un traitement thermique.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

# Conclusion générale

## Apports de l'étude

Les travaux réalisés au cours de cette thèse ont permis d'aboutir à la formulation de bétons à faible empreinte carbone ( $< 150 \text{ kg.}\dot{\text{e}}\text{q.}\text{CO}_2/\text{m}^3$ ) destinés à la réalisation de produits structuraux réalisés en usine de préfabrication, tels que des murs à coffrage intégré. Un premier axe de recherche s'est porté sur une substitution importante de la teneur en clinker (jusqu'à 70 %) au sein du liant par des additions minérales (métakaolin et additions calcaires). Pour pallier l'effet de dilution et ses conséquences notamment sur la résistance mécanique au jeune âge, des leviers matériau (réduction de la teneur en eau et adjuvantation) et procédé (traitement thermique) ont été appliqués.

Les systèmes ternaires à base de clinker, métakaolin et addition calcaire permettent d'atteindre des performances quasiment équivalentes à celles d'un ciment Portland en termes de résistances mécaniques et de durabilité. Ces propriétés sont majoritairement dues à la réaction pouzzolanique précoce du métakaolin utilisé. En effet, l'étude microstructurale à l'échelle de la pâte cimentaire a montré que la porosité de ces systèmes était réduite (en volume et en taille de pores) dès 7 jours d'hydratation et se poursuivait jusqu'à 28 jours. Il a également pu être mis en évidence que cette évolution était en lien avec la réduction de la teneur en portlandite au sein du liant, caractéristique de la réaction pouzzolanique. Pour ce type de liant, un béton de classe de résistance C45/55 répondant aux critères de durabilité (approche performantielle) des classes de durabilité XC4 et XS3e a été obtenu.

Les mélanges à base de clinker et d'additions calcaires atteignent des performances moindres à 28 jours. La faible teneur en clinker et le caractère inerte de ces additions entraînent une faible évolution des propriétés de la matrice cimentaire dès 14 jours. De ce fait, un béton de classe de résistance C30/37 et de classe de durabilité XC2 a été obtenu. Bien que moins performante en durabilité, cette formulation pourrait respecter le cahier des charges de nombreuses applications.

La difficulté principale liée aux solutions liantes proposées réside dans leur maniabilité à l'état frais. D'une part, la faible teneur en eau de ces mélanges leur confère une viscosité élevée. Cette viscosité peut potentiellement complexifier la mise en place de ces bétons au sein des moules, notamment en présence d'armatures. D'autre part, la nécessité d'une telle réduction rend ces formulations sensibles aux variations de composition. Leur application en contexte industriel requiert donc une maîtrise accrue de la teneur en eau du béton frais, ce qui nécessite par exemple des contrôles réguliers de celle des granulats. Néanmoins, les outils dont disposent les industriels de la préfabrication sont adaptés pour répondre à ces problématiques (tables vibrantes paramétrables, sondes hygrométriques au sein des silos). Aussi, une adjuvantation adaptée a permis le maintien d'un affaissement de classe S4 (16 à 21 cm) pendant une durée de 30 minutes à 1 heure.

Un second axe de recherche a consisté à optimiser la compacité du squelette granulaire afin de réduire le volume de pâte requis. La recherche d'un optimum de compacité peut permettre d'atteindre des volumes de pâte plus faibles. Cette diminution peut être réalisée tout en maintenant voire en améliorant les performances mécaniques mesurées. L'atteinte du volume de pâte minimal ne semble cependant pas pertinente du fait des limites imposées par les exigences de maniabilité (augmentation de la viscosité notamment). Les essais réalisés pour ce volet de l'étude ne permettent pas de statuer complètement sur l'effet de la compacité, du fait des squelettes granulaires choisis et des performances de la matrice cimentaire. Des essais supplémentaires permettant de comparer des

## CONCLUSION GÉNÉRALE

compacités plus éloignées (par exemple : un squelette à 2 coupures contre un squelette à 3 coupures) permettraient de mieux mesurer l'influence de ce paramètre.

Le Modèle d'Empilement Compressible a permis de déterminer avec précision la composition du squelette granulaire de compacité maximale. Ce modèle peut être aisément utilisé pour un nombre limité d'essais de caractérisations des constituants. Les propriétés obtenues à l'état frais ont été estimées en première approche à l'aide des équations établies dans la littérature. En utilisant ces équations « génériques », il est possible d'estimer l'ordre de grandeur de ces propriétés et de comparées différentes formulations de béton en amont de leur fabrication. Une prédiction plus précise nécessite une calibration des coefficients empiriques du modèle en fonction des constituants utilisés et notamment du couple ciment-superplastifiant.

L'application de la réduction du volume de pâte aux liants ternaires développés a permis d'atteindre l'objectif d'empreinte carbone visé (réduction d'environ 50 % par rapport au béton  $B_{REF}$ ). La plus grande viscosité des bétons peut être compensée par une adjuvantation optimisée. Dans tous les cas, les bétons développés se sont avérés compatibles avec les process industriels actuels. L'Industrie du Béton dispose de ce fait d'un réel atout pour poursuivre la décarbonation du secteur de la construction et atteindre les objectifs fixés par la réglementation RE2020. Pour rappel, utiliser en premier lieu ces éléments de procédés pour améliorer les performances intrinsèques du matériau peut permettre la réduction du volume de béton requis par la réduction des sections du produits final. Sans modifier la composition des liants actuels, une réduction de l'empreinte carbone à l'échelle du produit (prise en compte de l'unité fonctionnelle) peut donc déjà être réalisée en optimisant les formulations de béton.

### Besoins en recherche

Le lien entre la microstructure des solutions liantes développées et les performances atteintes nécessite d'être davantage étudié. Les réactions d'hydratation de ces systèmes, dont les teneurs en clinker et en eau sont particulièrement faibles, doivent être détaillées. Il serait notamment pertinent de déterminer la quantité de métakaolin ayant réagi au sein du mélange afin d'optimiser sa teneur dans le liant.

L'addition calcaire  $L_f$  a permis une fluidification importante du mélange. Il peut être considéré que la faisabilité technique des bétons développés repose sur son utilisation. Les mécanismes de fluidification liés à cette addition ne sont, à la connaissance de l'auteur, pas entièrement expliqués. Comprendre ces mécanismes et déterminer leur origine permettrait de développer la production de ce type d'addition et d'accroître sa disponibilité sur le territoire français.

La recherche de solutions adjuvantes spécifiques à l'utilisation du métakaolin favoriserait son utilisation en contexte industriel. Des solutions permettant de saturer l'espace entre les feuillettes de métakaolin en amont de l'usage d'un superplastifiant ou à maintenir leur désagglomération au repos faciliteraient l'incorporation de cette addition au sein du béton.

Afin de confirmer la viabilité de ces solutions, des essais de durabilité au plus long terme doivent également être réalisés. Des essais visant à caractériser la résistance de ces bétons aux cycles de gel-dégel ainsi qu'aux attaques sulfatiques complèteraient les résultats de cette étude. Aussi, mesurer leur carbonatation naturelle sur le long terme peut être pertinent. Cela permettrait notamment de valider ou d'affiner les calculs d'ACV relatifs à la recarbonatation de ces solutions.

L'effet de la réduction du volume de pâte sur les performances de durabilité de ces bétons doit également être mesuré. Son influence sur d'autres propriétés telles que le retrait, le fluage et le module d'élasticité doit également être vérifiée afin de valider notamment l'applicabilité des calculs

## CONCLUSION GÉNÉRALE

liés au dimensionnement des structures via l'Eurocode (de même concernant l'utilisation des solutions liantes). La formulation de squelettes granulaires de compacité plus élevées, à partir d'un nombre plus important de coupures (systèmes ternaires voire quaternaires) permettrait potentiellement d'atteindre des volumes de pâtes davantage réduits.

Pour multiplier les solutions à plus faible empreinte carbone, des travaux similaires pourraient être réalisés sur l'incorporation d'autres additions minérales telles que les pouzzolanes naturelles. L'intérêt pourrait également être porté sur des constituants non normés à ce jour (cendres de biomasse, cendres de papeteries, verre broyé, entre autres). Des solutions liantes sans clinker ont été développées récemment par l'emploi notamment de laitiers de haut fourneau activés par des alcalins. Sous réserve de validation technique de ces solutions, une multitude d'opportunités se présentent à l'Industrie du Béton pour permettre la décarbonation du secteur.

Cependant, il est impératif de mieux comprendre ces nouveaux bétons et de multiplier les retours d'expérience liés à leur caractérisation. Sans quoi, l'évolution potentielle du contexte normatif pour les y intégrer sera impossible. Aujourd'hui, les résultats expérimentaux des études relatives à l'emploi de ces nouveaux matériaux sont analysés par des Groupes d'Experts Solutions Bas Carbone (GE SBC) rassemblant les différents acteurs de la filière béton. Leur mission est de déterminer les adaptations possibles des normes actuelles (NF EN 206/CN notamment) afin de favoriser le recours à des liants à plus faible empreinte carbone. Le Cerib propose notamment dans ce contexte le recours à une nouvelle approche : « la 3<sup>ème</sup> voie ». Elle constituerait un intermédiaire entre l'approche prescriptive et l'approche performantielle, en termes de compositions liantes autorisées et de caractérisations expérimentales requises.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## Références bibliographiques

- [1] S. Arrhenius, «On the Influence of Carbonic Acid in the Air upon the Temperature of the Ground,» *The London, Eidinburh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, pp. 237-276, 1896.
- [2] Nations Unies, «Rapport de la conférence des Nations Unies sur l'environnement,» Publication des Nations Unies, New-York, 1973.
- [3] Secrétariat de la Convention de Vienne pour la protection de la couche d'ozone, et du Protocole de Montréal relatif à des substances qui appauvrissent la couche d'ozone, «La Convention de Vienne pour la protection de la couche d'ozone,» ONUN, Kenya, 2001.
- [4] P. Jackson, «De Stockholm à Kyoto : Un Bref Historique Du Changement Climatique,» [En ligne]. Available: <https://www.un.org/fr/chronicle/article/de-stockholm-kyoto-un-bref-historique-du-changement-climatique>.
- [5] UNFCCC, «L'Accord de Paris,» [En ligne]. Available: <https://unfccc.int/fr/processus-et-reunions/l-accord-de-paris/l-accord-de-paris>.
- [6] Groupe d'experts intergouvernemental sur l'évolution du climat, «Seconde évaluation du GIEC : Changement de climat 1995,» 1995.
- [7] IPCC, «Global Warming of 1.5°C. An IPCC Special Report on the impacts of global warming of 1.5°C above pre-industrial levels and related global greenhouse gas emission pathways in the context of strengthening the global response to the threat of climate change,» 2018.
- [8] Ministère de la Transition Ecologique et Solidaire, «Construction et performance environnementale du bâtiment,» 2022.
- [9] Global Alliance for Buildings and Construction ; International Energy Agency ; United Nations Environment Program, «2019 global status report for buildings and construction: Towards a zero-emission, efficient and resilient buildings and construction sector,» 2019.
- [10] SNBPE, «Bétons et empreinte carbone des bâtiments : Guide de recommandations et d'aide à la prescription à l'attention des maîtres d'ouvrage et maîtres d'oeuvre,» *Solutions béton*, p. 3, 2017.
- [11] SFIC, «Inventaire du Cycle de Vie : Ciment courant Français CEM I,» 2023.
- [12] Argeco Développement, «Fiche DIOGEN : Métakaolin Flash Rose (NF P 18 513),» 2018.
- [13] CCA Europe, «Dry ground calcium carbonate (GCC-Dry) Fine - Sector EPD,» 2021.
- [14] Union Nationale des Producteurs de Granulats, «Module d'information environnementale de la production de granulats à partir de roches massives,» 2017.
- [15] European Federation of Concrete Admixtures Associations a.i.s.b.i., «Concrete admixtures: Plasticizers and Superplasticizers,» Institut Bauen und Umwelt E.V. (IBU), 2015.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [16] Groupe de travail Bilan GES de l'Astee, «Eau de réseau,» ADEME, [En ligne]. Available: [https://bilans-ges.ademe.fr/documentation/UPLOAD\\_DOC\\_FR/index.htm?eau\\_de\\_reseau.htm](https://bilans-ges.ademe.fr/documentation/UPLOAD_DOC_FR/index.htm?eau_de_reseau.htm). [Accès le 2022].
- [17] S. Le Thierry, P. Rougeau et F. Jacquemot, «Ressources mnérales pour les liants des bétons décarbonés : disponibilité, perspectives d'évolution et innovations,» Cerib, Epernon, 2022.
- [18] SNBPE, «RE2020 : Concevoir les logements avec des solutions en béton,» *Solutions béton*, p. 11, 2021.
- [19] Comité Européen de Normalisation, «NF EN 197-1 : Ciment - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants,» Association Française de Normalisation (AFNOR), La Plaine Saint-Denis, 2011.
- [20] Comité de Normalisation Européen, «NF EN 197-5 - Ciment - Partie 5 : Ciment Portland composé CEM II/C-M et Ciment composé CEM VI,» Association Française de Normalisation (AFNOR), La Plaine Saint-Denis, 2021.
- [21] SFIC, InfoCiments, Mars 2023. [En ligne]. Available: <https://www.infociments.fr/>.
- [22] K. L. S. V. M. J. E. M. G. UN Environment, «Eco-efficient cements : Potential economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry,» *Cement and Concrete Research*, pp. 2-26, 2018.
- [23] Comité Européen de Normalisation, «NF P 18-508 - Additions pour béton hydraulique - Additions calcaires - Spécifications et critères de conformité,» Association Française de Normalisation (AFNOR), Paris, 1995.
- [24] N. Charles, Colin, S. et G. Lefebvre, «Carbonates calciques et magnésiens - Mémento - Rapport final,» brgm, 2017.
- [25] SOLANCIS, «Extraction,» [En ligne]. Available: <http://www.solancis.com/fr/carrieres/extraction>.
- [26] Comité Européen de Normalisation, «EN 12620 Granulats pour béton,» CEN-CENELEC Management Centre, Bruxelles, 2017.
- [27] Comité Européen de Normalisation, «NF EN 206/CN - Béton - Spécification, performance, production et conformité - Complément national à la norme NF EN 206,» Association Française de Normalisation (AFNOR), La Plaine Saint-Denis, 2014.
- [28] J. E. Lamar, «Uses of limestone and dolomite,» Authority of State of Illinois, Champaign, 1961.
- [29] I. Kevin D. et D. Kenneth E., «A Review of Limestone Additions to Portland Cement and Concrete,» *Cement & Concrete Composites*, pp. 165-170, 1991.
- [30] Commission de Normalisation des Ciments, «NF P 15-301 - Liants hydrauliques - Ciments courants - Composition, spécifications et critères de conformité,» Association Française de Normalisation (AFNOR), Paris, 1994.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [31] Comité Européen de Normalisation, «NF EN 197-1 - Ciment - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants,» Association Française de Normalisation (AFNOR), Paris, 2011.
- [32] E. Guazzelli, «Rhéologie des fluides complexes,» 2001.
- [33] F. De Larrard, Concrete Mixture-Proportioning - A Scientific Approach, vol. 9, M. C. T. Series, Éd., Londres: E & FN SPON, 1999.
- [34] F. Cussigh, T. Sedran et L. Izoret, Le grand livre des bétons, C. Regnaut, Éd., Paris: Éditions du Moniteur, 2014, pp. 227-228.
- [35] A. Bresson, «Influence de la minéralogie sur le comportement des mortiers de ciment au jeune âge,» Faculté des Sciences et de Génie - Université Laval, Québec, 2006.
- [36] X. Zhang et J. Han, «The effect of ultra-fine admixture on the rheological property of cement paste,» *Cement and concrete research*, pp. 827-830, 2000.
- [37] H. Vikan et H. Justnes, «Rheology of cementitious paste with silica fume or limestone,» *Cement and concrete research*, pp. 1512-1517, 2007.
- [38] O. Burgos-Montes, M. Alonso et F. Puertas, «Viscosity and water demand of limestone- and fly ash-blended cement pastes in the presence of superplasticisers,» *Construction and Building Materials*, vol. 48, pp. 417-423, 2013.
- [39] C. Varhen, I. Dilonardo, R. C. de Oliveira Romano, R. G. Pileggi et A. D. de Figueiredo, «Effect of the substitution of cement by limestone filler on the rheological behaviour and shrinkage of microconcretes,» *Construction and Building Materials*, vol. 125, pp. 375-386, 2016.
- [40] A. Yahia, M. Tanimura et Y. Shimoyama, «Rheological properties of highly flowable mortar containing limestone filler-effect of powder content and W/C ratio,» *Cement and concrete research*, pp. 532-539, 2005.
- [41] D. P. Bentz, C. F. Ferraris, S. Z. Jones, D. Lootens et F. Zunino, «Limestone and silica powder replacements for cement: Early-age performance,» *Cement and Concrete Composites*, n° 178, pp. 43-56, 2017.
- [42] M. Benaïcha, A. Belcaïd, A. H. Alaoui, O. Jalbaud et Y. Burtschell, «Effects of limestone filler and silica fume on rheology and strength of self-compacting concrete,» *Structural Concrete*, pp. 1-8, 2019.
- [43] M. Nehdi, S. Mindess et P.-C. Aïtcin, «Rheology of high-performance concrete: Effect of ultrafine particles,» *Cement and Concrete Research*, vol. 28, n° 15, pp. 687-697, 1998.
- [44] O. Esping, «Effect of limestone filler BET(H<sub>2</sub>O)-area on the fresh and hardened properties of self-compacting concrete,» *Cement and Concrete Research*, 38 938-944.
- [45] E. Costa, F. Cardoso et V. John, «Influence of high contents of limestone fines on rheological behaviour and bond strength of cement-based mortars,» *Construction and Building Materials*, vol. 156, pp. 1114-1126, 2017.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [46] D. Wang, C. Shi, N. Farzadnia, Z. Shi, H. Jia et Z. Ou, «A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures,» *Construction and Building Materials*, pp. 659-672, 2018.
- [47] G. Schutter, «Effect of limestone filler as mineral addition in self-compacting concrete,» chez *36th Conference on our World in Concrete & Structures*, Singapour, 2011.
- [48] E. Berodier et K. Scrivener, «Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H,» *Journal of The American Ceramic Society*, pp. 3764-3773, 2014.
- [49] K. Vance, M. Aguayo, T. Oey, G. Sant et N. Neithalath, «Hydration and strength development in ternary portland cement blends containing limestone and fly ash or metakaolin,» *Cement and Concrete Composites*, pp. 93-103, 2013.
- [50] P. Thongsanitgarn, W. Wongkeo, A. Chaipanich et C. S. Poon, «Heat of hydration of Portland high-calcium fly ash cement incorporating limestone powder: Effect of limestone particle size,» *Construction and Building Materials*, n° 166, pp. 410-417, 2014.
- [51] T. Oey, A. Kumar, J. W. Bullard, N. Neithalath et G. Sant, «The Filler Effect: The Influence of Filler Content and Surface Area on Cementitious Reaction Rates,» *Journal of The American Ceramic Society*, pp. 1978-1990, 2013.
- [52] V. Bonavetti, V. Rahhal et E. Irassar, «Studies on the carboaluminate formation in limestone filler-blended cements,» *Cement and concrete research*, n° 131, pp. 853-859, 2001.
- [53] C. Vernet et G. Noworyta, «Mechanisms of limestone reactions in the system (C3A-CaSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O-CH-CaCO<sub>3</sub>-H): Competition between calcium monocarbo- and monosulfo-aluminate hydrates formation,» chez *9th International Congress on the Chemistry of Cement - Volume IV - Chemistry of hydration of cements and cementitious systems*, New Delhi, 1992.
- [54] D. Bentz, «Modeling the influence of limestone filler on cement hydration using CEMHYD3D,» *Cement and Concrete Composites*, n° 128, pp. 124-129, 2006.
- [55] S. Krishnan, A. C. Emmanuel et S. Bishnoi, «Hydration and phase assemblage of ternary cements with calcined clay and limestone,» *Construction and Building Materials*, vol. 222, pp. 64-72, 2019.
- [56] G. Kakali, S. Tsvilis, E. Aggeli et M. Bati, «Hydration products of C3A, C3S and Portland cement in the presence of CaCO<sub>3</sub>,» *Cement and Concrete Research*, pp. 1073-1077, 2000.
- [57] G. D. Moon, S. Oh, S. H. Jung et Y. C. Choi, «Effects of the fineness of limestone powder and cement on the hydration and strength development of PLC concrete,» *Construction and Building Materials*, n° 1135, pp. 129-136, 2017.
- [58] P. Hawkins, P. Tennis et R. Detwiler, *The Use of Limestone in Portland Cement: A State-of-the-Art Review*, vol. EB227, Skokie, Illinois: Portland Cement Association, 2005, p. 44.
- [59] Y. Briki, M. Zajac, M. Ben Haha et K. Scrivener, «Impact of limestone fineness on cement hydration at early age,» *Cement and Concrete Research*, vol. 147, n° 1106515, 2021.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [60] M. Nehdi, S. Mindess et P.-C. Aïtcin, «Optimization of high strength limestone filler cement mortars,» *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n° %16, pp. 883-893, 1996.
- [61] P. Lawrence, M. Cyr et E. Ringot, «Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength,» *Cement and Concrete Research*, vol. 35, pp. 1092-1105, 2005.
- [62] A. M. Ramezani pour et R. D. Hooton, «A study on hydration, compressive strength, and porosity of Portland-limestone cement mixes containing SCMs,» *Cement & Concrete Composites*, n° %151, pp. 1-13, 2014.
- [63] D. Jiang, X. Li, Y. Lv, M. Zhou, W. Jiang, Z. Liu et C. Li, «Utilization of limestone powder and fly ash in blended cement: Rheology, strength and hydration characteristics,» *Construction and Building Materials*, vol. 232, n° %1117228, 2020.
- [64] M. Valcuende, E. Marco, C. Parra et P. Serna, «Influence of limestone filler and viscosity-modifying admixture on the shrinkage of self-compacting concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 42, pp. 583-592, 2012.
- [65] I. Ahmad, D. Shen, K. A. Khan, A. Jan, M. Khubaib, T. Ahmad et H. Nasir, «Effectiveness of Limestone Powder in Controlling the Shrinkage Behavior of Cement Based System: a Review,» *Springer Nature B.V.*, vol. 14, pp. 359-371, 2021.
- [66] P.-C. Aïtcin, A. Neville et P. Acker, «Les différents types de retrait du béton,» *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 215, pp. 41-51, 1998.
- [67] M. Bouasker, P. Mounanga, P. Turcry, A. Loukili et A. Khelidj, «Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, n° %11, pp. 13-22, 2008.
- [68] A. Itim, K. Ezziane et E.-H. Kadri, «Compressive strength and shrinkage of mortar containing various amounts of mineral additions,» *Construction and Building Materials*, vol. 25, pp. 3603-3609, 2011.
- [69] J. Khatib, R. Ramadan, H. Ghanem et A. ElKordi, «Effect of using limestone fines on the chemical shrinkage of pastes and mortars,» *Environmental Science and Pollution Research*, 2022.
- [70] S.-H. Kang, Y. Jeong, K. H. Tan et J. Moon, «High-volume use of limestone in ultra-high performance fiber-reinforced concrete for reducing cement content and autogenous shrinkage,» *Construction and Building Materials*, vol. 213, pp. 292-305, 2019.
- [71] A. Alrifai, S. Aggoun, A. Kadri, S. Kenai et E.-h. Kadri, «Paste and mortar studies on the influence of mix design parameters on autogenous shrinkage of self-compacting concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 47, pp. 969-976, 2013.
- [72] P. Silva et J. Brito, «Experimental study of the mechanical properties and shrinkage of self-compacting concrete with binary and ternary mixes of fly ash and limestone filler,» *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 21, n° %14, pp. 430-453, 2017.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [73] J.-P. Ollivier et J.-M. Torrenti, La durabilité des bétons - Chapitre 3 : La structure poreuse des bétons et les propriétés de transfert, J. Ollivier et A. Vichot, Éd.s., Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, 2008, pp. 51-134.
- [74] D. Bentz et E. Garboczi, «Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model,» *Cement and Concrete Research*, vol. 21, pp. 325-344, 1991.
- [75] E. Irassar, «Sulfate attack on cementitious materials containing limestone filler - A review,» *Cement and Concrete Research*, vol. 39, pp. 241-254, 2009.
- [76] P. da Silva et J. de Brito, «Experimental study of the porosity and microstructure of self-compacting concrete (SCC) with binary and ternary mixes of fly ash and limestone filler,» *Construction and Building Materials*, vol. 86, pp. 101-112, 2015.
- [77] Z. Shi, M. Geiker, K. De Weerd, B. Lothenbrach, J. Kaufmann, W. Kunther, S. Ferreiro, D. Herfort et J. Skibsted, «Durability of Portland Cement Blends Including Calcined Clay and Limestone: Interactions with Sulfate, Chloride and Carbonate Ions,» chez *1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [78] D. Panesar, M. Aqel, D. Rhead et H. Schell, «Effect of cement type and limestone particle size on the durability of steam cured self-consolidating concrete,» *Cement & Concrete Composites*, 2017.
- [79] Z. Zhang, Q. Wang et H. Chen, «Properties of high-volume limestone powder concrete under standard curing and steam-curing conditions,» *Powder Technology*, vol. 301, pp. 16-25, 2016.
- [80] M. Gbozee, K. Zheng, F. He et X. Zeng, «The influence of aluminum from metakaolin on chemical binding of chloride ions in hydrated cement pastes,» *Applied Clay Science*, vol. 158, pp. 186-194, 2018.
- [81] P. R. da Silva et J. de Brito, «Experimental study on chloride migration coefficients of SCC with binary and ternary mixtures of fly ash and limestone filler,» chez *UKIERI Concrete Congress - Innovations in Concrete Construction*.
- [82] H. R. Shadkam, S. Dadsetan, M. Tadayon, L. F. Sanchez et J. A. Zakeri, «An investigation of the effects of limestone powder and Viscosity Modifying Agent in durability related parameters of self-consolidating concrete (SCC),» *Construction and Building Materials*, vol. 156, pp. 152-160, 2017.
- [83] A. Ramezani-pour, E. Ghasvand, I. Nickseresht, F. Moodi et M. Kamel, «Engineering Properties and Durability Of Concretes Containing Limestone Cements,» chez *Second International Conference on Sustainable Construction Materials and Technologies*, Ancona, 2010.
- [84] M. S. Meddah, M. C. Lmbachiya et R. K. Dhir, «Potential use of binary and composite limestone cements in concrete production,» *Construction and Building Materials*, vol. 58, pp. 193-205, 2014.
- [85] A. A. Elgalhud, R. K. Dhir et G. S. Ghataora, «Carbonation resistance of concrete: limestone addition effect,» *Magazine of Concrete Research*, vol. 69, n° 12, pp. 84-106, 2017.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [86] F. Lollini et E. : B. L. Redaelli, «Effects of portland cement replacement with limestone on the properties of hardened concrete,» *Cement and Concrete Composites*, 2013.
- [87] A. Leeman, P. Nygaard, J. Kaufmann et R. Loser, «Relation between carbonation resistance, mix design and exposure of mortar and concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 62, pp. 33-43, 2015.
- [88] N. Charles, S. Colin, T. Gutierrez et G. Lefebvre, «Kaolin et argiles kaoliniques - Memento - Rapport final,» brgm, 2018.
- [89] J. Lemaitre, A. J. Léonard et B. Delmon, «Le mécanisme de la transformation thermique de la métakaolinite,» *Bulletin de Minéralogie - Cristalochimie des argiles kaoliniques et applications*, vol. 105, n° 15, pp. 501-507, 1982.
- [90] M. Murat et A. Bachiarrini, «Corrélation entre l'état d'amorphisation et l'hydraulicité du métakaolin,» *Bulletin de Minéralogie - Cristalochimie des argiles kaoliniques et applications*, vol. 105, n° 15, 1982.
- [91] F. Cassagnabère, P. Diederich, M. Mouret, G. Escadeillas et M. Lachemi, «Impact of metakaolin characteristics on the rheological properties of mortar in the fresh state,» *Cement & Concrete Composites*, vol. 37, pp. 95-107, 2013.
- [92] E. Garcia-Diaz, «Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : correlations avec les caractéristiques mineralo-gitologiques des kaolinites,» Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne - Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995.
- [93] C. Perlot et P. Rougeau, Intérêt des métakaolins dans les bétons, Les Éditions du Cerib, 2007.
- [94] M. Cyr, «Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires,» 1999.
- [95] P. Diederich, R. Bücher, M. Mouret, M. Cyr et G. Escadeillas, «Utilisation de métakaolins flash pour la formulation de bétons autoplaçants,» chez *Quatorzième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton (RF)<sup>2</sup>B*, Sherbrooke, 2013.
- [96] A. Hassan, M. Lachemi et K. Hossain, «Effect of Metakaolin on the Rheology of Self-Consolidating Concrete,» chez *SCC2010*, Montréal, 2010.
- [97] I. P. Sfikas, E. G. Badogiannis et K. G. Trezos, «Rheology and mechanical characteristics of self-compacting concrete mixtures containing metakaolin,» *Construction and Building Materials*, vol. 64, pp. 121-129, 2014.
- [98] M. Antoni, L. Baquerizo et T. Matschei, «Investigation of Ternary Mixes Made of Clinker Limestone and Slag or Metakaolin: Importance of Reactive Alumina and Silica Content,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [99] B. Zaribaf, B. Uzal et K. Kurtis, «Compatibility of Superplasticizers with Limestone-Metakaolin Blended Cementitious System,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [100] F. Nazarios Santos, S. R. Gomes de Sousa, A. J. Faria Bombard et S. Lopes Vieira, «Rheological study of cement paste with metakaolin and/or limestone filler using Mixture Design of Experiments,» *Construction and Building Materials*, vol. 143, pp. 92-103, 2017.
- [101] C. F. Ferraris, K. H. Obla et R. Hill, «The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 245-255, 2001.
- [102] F. Cassagnabère, P. Diederich, M. Mouret, G. Escadeillas et M. Lachemi, «Impact of metakaolin characteristics on the rheological properties of mortar in the fresh state,» *Cement & Concrete Composites*, vol. 37, pp. 95-107, 2013.
- [103] M. Cyr, C. Legrand et M. Mouret, «Study of the shear thickening effect of superplasticizers on the rheological behaviour of cement pastes containing or not mineral additives,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 1477-1483, 2000.
- [104] F. Cassagnabère, M. Mouret et E. Escadeillas, «Early hydration of clinker-slag-metakaolin combination in steam curing conditions, relation with mechanical properties,» *Cement and Concrete Research*, vol. 39, pp. 1164-1173, 2009.
- [105] S. Hollanders, R. Adriaens, J. Skibsted, Ö. Cizer et J. Elsen, «Pozzolanic reactivity of pure calcined clays,» *Applied Clay Science*, Vols. %1 sur %2132-133, pp. 552-560, 2016.
- [106] R. Fernandez, F. Martirena et K. L. Scrivener, «The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite,» *Cement and Concrete Research*, vol. 41, pp. 113-122, 2011.
- [107] F. Cassagnabère, M. Mouret, G. Escadeillas, P. Broilliard et A. Bertrand, «Metakaolin, a solution for the precast industry to limit the clinker content in concrete: Mechanical aspects,» *Construction and Building Materials*, vol. 24, pp. 1109-1118, 2010.
- [108] V. Baroghel-Bouny, «Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances,» Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Français, 1994.
- [109] W. Kunther, Z. Dai et J. Skibsted, «Thermodynamic modeling of hydrated white Portland cement-metakaolin-limestone blends utilizing hydration kinetics from <sup>29</sup>Si MAS NMR spectroscopy,» *Cement and Concrete Research*, vol. 86, pp. 29-41, 2016.
- [110] M. F. Rojas et M. S. de Rojas, «The effect of high curing temperature on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement matrices at 60 °C,» *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 643-649, 2003.
- [111] M. Frias et J. Cabrera, «Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin-cement pastes,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 561-569, 2000.
- [112] R. Bucher, P. Diederich, G. Escadeillas et M. Cyr, «Service life of metakaolin-based concrete exposed to carbonation - Comparison with blended cement containing fly ash, blast furnace slag and limestone filler,» *Cement and Concrete Research*, vol. 99, n° %1<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.04.013>, pp. 18-28, 2017.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [113] A. Chatterjee, «Pozzolanicity of Calcined Clay,» chez *1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [114] A. Alujas, R. Almenares, S. Betancourt et C. Leyva, «Pozzolanic Reactivity of Low Grade Kaolinitic Clays: Influence of Mineralogical Composition,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [115] R. Pierkes, S. E. Schulze et J. Rockert, «Optimization of Cements with Calcined Clays as Supplementary Cementitious Materials,» chez *1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [116] E. Rozière, G. Medjigbodo, K. Charrier, L. Izoret et A. Loukili, «Hydration, shrinkage, and durability of ternary binders containing Portland cement, limestone filler and metakaolin,» *Construction and Building Materials*, vol. 183, pp. 114-126, 2018.
- [117] M. F. Rojas et J. Cabrera, «The effect of temperature on the hydration rate and stability of the hydration phases of metakaolin-lime-water systems,» *Cement and Concrete Research*, vol. 32, pp. 133-138, 2022.
- [118] C. Poon, S. Kou et L. Lam, «Compressive strength, chloride diffusivity and pore structure of high performance metakaolin and silica fume concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 20, pp. 858-865, 2006.
- [119] S. Cornac, C. Oms-Multon, G. Escadeillas et P. de Caro, «Influence d'éco-produits réducteurs de retrait sur les caractéristiques des mortiers,» chez *24ème Rencontres Universitaires de Génie Civil*, La Grande Motte, Juin 2006.
- [120] A. Tironi, C. C. Castellano, V. Bonavetti, M. A. Trezza, A. N. Scian et E. F. Irassar, «Blended Cements Elaborated with Kaolinitic Calcined Clays,» chez *International Congress of Science and Technology of Metallurgy and Materials, SAM - CONAMET 2013*, 2015.
- [121] G. Jiang, Z. Rong et W. Sun, «Effects of metakaolin on mechanical properties, pore structure and hydration heat of mortars at 0.17 w/b ratio,» *Construction and Building Materials*, vol. 93, pp. 564-572, 2015.
- [122] S. Dubey, R. Chandak et R. Yadav, «Experimental Study of Concrete with Metakaolin as Partial Replacement of OPC,» *International Journal of Advanced Engineering Research and Science (IJAERS)*, vol. 2, n° 16, pp. 38-40, 2015.
- [123] G. Puerta-Falla, M. Balonis, G. Le Saout, N. Neithalath et G. Sant, «The Influence of Metakaolin on Limestone Reactivity in Cementitious Materials,» *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, vol. 10, pp. 11-19, 2015.
- [124] A. Tironi, M. A. Trezza, A. N. Scian et E. F. Irassar, «Incorporation of calcined clays in mortars: porous structure and compressive strength,» chez *11th International Congress on Metallurgy & Materials SAM/CONAMET 2011*, 2012.
- [125] J. Brooks et M. Megat Johari, «Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, pp. 495-502, 2001.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [126] S. Wild, J. Khatib et L. J. Roose, «Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of Portland cement-metakaolin pastes,» *Advances in Cement Research*, vol. 10, n° 13, pp. 109-119, 1998.
- [127] J. Jinuthia, S. Wild, B. Sabir et J. Bai, «Self-compensating autogenous shrinkage in Portland cement-metakaolin-fly ash pastes,» *Advances in Cement Research*, vol. 12, n° 11, pp. 35-43, 2000.
- [128] J.-T. Ding et Z. Li, «Effects of Metakaolin and Silica Fume on Properties of Concrete,» *ACI Materials Journal*, vol. 99, n° 14, pp. 393-398, 2002.
- [129] K. Mermerdas, E. Güneyisi, M. Gesoglu et T. Özturan, «Experimental evaluation and modeling of drying shrinkage behavior of metakaolin and calcined kaolin blended concretes,» *Construction and Building Materials*, vol. 43, pp. 337-347, 2013.
- [130] L. Courard, A. Darimon, M. Schouterden, f. Ferauche, X. Willem et R. Degeimbre, «Durability of mortars modified with metakaolin,» *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 1473-1479, 2003.
- [131] C. Poon, L. Lam, S. Kou, Y. Wong et R. Wong, «Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high performance cement pastes,» *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 1301-1306, 2001.
- [132] F. Massazza et G. Oberti, «Durability of Pozzolanic Cements and Italian Experience in Mass Concrete,» *ACI Special Publication*, vol. 126, 1991.
- [133] E. Badogiannis, E. Aggeli, V. Papadakis et S. Tsivilis, «Evaluation of chloride penetration resistance of metakaolin concrete by means of a diffusion-binding model and of the k-value concept,» *Cement and Concrete Composites*, 2015.
- [134] Y. Guo, T. Zhang, W. Tian, J. Wei et Q. Yu, «Physically and chemically bound chlorides in hydrated cement pastes: a comparison study of the effects of silica fume and metakaolin,» *Journal of Materials Science*, vol. 54, pp. 2152-2169, 2019.
- [135] P. Duan, Z. Shui, W. Chen, Shen et Chunhua, «Influence of metakaolin on pore structure-related properties and thermodynamic stability of hydrate phases of concrete in seawater environment,» *Construction and Building Materials*, vol. 36, pp. 947-953, 2012.
- [136] A. Boddy, R. Hooton et K. Gruber, «Long-term testing of the chloride penetration resistance of concrete containing high-reactivity metakaolin,» *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 759-765, 2001.
- [137] H. S. Al-alaily et A. A. Hassan, «Time-dependence of chloride diffusion for concrete containing metakaolin,» *Journal of Building Engineering*, vol. 7, pp. 159-169, 2016.
- [138] A. Ramezani pour et H. Bahrami Jovein, «Influence of metakaolin as supplementary cementing material on strength and durability of concretes,» *Construction and Building Materials*, vol. 30, pp. 470-479, 2012.
- [139] P. Mikhailenko, F. Cassagnabère, A. Emam et M. Lachemi, «Influence of physico-chemical characteristics on the carbonation of cement paste at high replacement rates of metakaolin,» *Construction and Building Materials*, vol. 158, pp. 164-172, 2018.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [140] S. Chinchon-Paya, C. Andrade et S. Chinchon, «Indicator of carbonation front in concrete as substitute to phenolphthalein,» *Cement and Concrete Research*, vol. 82, pp. 87-91, 2016.
- [141] T. R. Muzenda, P. Hou, S. Kawashima, T. Sui et X. Chng, «The role of limestone and calcined clay on the rheological properties of LC3,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 107, n° %1103516, 2020.
- [142] H. Ez-zaki, J. M. Marangu, M. Bellotto, M. C. Dalconi, G. Artioli et L. Valentini, «A Fresh View on Limestone Calcined Clay Cement (LC3) Pastes,» *Materials*, vol. 14, n° %13037, 2021.
- [143] K. Vance, A. Kumar, G. Sant et N. Neithalath, «The rheological properties of ternary binders containing Portland cement, limestone, and metakaolin or fly ash,» *Cement and Concrete Research*, vol. 52, pp. 196-207, 2013.
- [144] S. Ferreiro, D. Herfort et J. Damtoft, «Effect of raw clay type, fineness, water-to-cement ratio and fly ash addition on workability and strength performance of calcined clay - Limestone Portland cements,» *Cement and Concrete Research*, vol. 101, pp. 1-12, 2017.
- [145] F. Avet et K. Scrivener, «Study of Concrete Made of Limestone Calcined Clay Cements (LC3),» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2020.
- [146] N. Nair, K. M. Haneefa, M. Santhanam et G. Ravindra, «A study on fresh properties of limestone calcined clay blended cementitious systems,» *Construction and Building Materials*, vol. 254, n° %1119326, 2020.
- [147] P. Hou, T. R. Muzenda, Q. Li, H. Chen, S. Kawashima, T. Sui, H. Yong, N. Xie et X. Cheng, «Mechanisms dominating thixotropy in limestone calcined clay cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 140, n° %1106316, 2021.
- [148] A. Parashar et S. Bishnoi, «Hydration behaviour of limestone-calcined clay and limestone-slag blends in ternary cement,» *RILEM Technical Letters*, vol. 6, pp. 17-24, 2021.
- [149] Y. Dhandapani et M. Santhanam, «Assessment of pore structure evolution in the limestone calcined clay cementitious system and its implications for performance,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 84, pp. 36-47, 2017.
- [150] Z. Dai, W. Kunther, S. Ferreiro, D. Herfort et J. Skibsted, «Phase Assemblages in Hydrated Portland Cement, Calcined Clay and Limestone Blends From Solid-State  $^{27}\text{Al}$  and  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR, XRD, and Thermodynamic Modeling,» chez *1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [151] F. Avet et K. Scrivener, «Investigation of the calcined kaolinite content on the hydration of Limestone Calcined Clay Cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 107, pp. 124-135, 2018.
- [152] M. Antoni, J. Rossen, F. Martirena et K. Scrivener, «Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone,» *Cement and Concrete Research*, vol. 42, pp. 1579-1589, 2012.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [153] F. Avet, E. Boehm-Courjault et K. Scrivener, «Investigation of C-A-S-H composition, morphology and density in Limestone Calcined Clay Cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 115, pp. 70-79, 2019.
- [154] Y. Dhandapani, T. Sakthivel, M. Santhanam, R. Gettu, Pillai et R. G., «Mechanical properties and durability performance of concretes with Limestone Calcined Clay Cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 107, pp. 136-151, 2018.
- [155] D. Nied, C. Stabler et M. Zajac, «Assessing the Synergistic Effect of Limestone and Metakaolin,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [156] H. Du et S. D. Pang, «High-performance concrete incorporating calcined kaolin clay and limestone as cement substitute,» *Construction and Building Materials*, vol. 264, n° 1120152, 2020.
- [157] J. Ston, «Basic creep and autogenous shrinkage of Limestone Calcined Clay Cement (LC3),» École Polytechnique de Lausanne, Lausanne, 2019.
- [158] K. Scrivener, F. Avet, H. Maraghechi, F. Zunino, J. Ston, W. Hanponggun et A. Favier, «Impacting factors and properties of limestone calcined clay cements (LC3),» *Green Materials*, vol. 7, n° 11, pp. 3-14, 2019.
- [159] Q. D. Nguyen, S. Afroz et A. Castel, «Influence of Calcined Clay Reactivity on the Mechanical Properties and Chloride Diffusion Resistance of Limestone Calcined Clay Cement (LC3) Concrete,» *Journal of Marine Science and Engineering*, vol. 8, n° 1301, 2020.
- [160] K. Scrivener, F. Martirena, S. Bishnoi et S. Maity, «Calcined clay limestone cements (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 114, pp. 49-56, 2018.
- [161] H. Maraghechi, F. Avet et K. Scrivener, «Chloride Transport Behavior of LC3 Binders,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2017.
- [162] D. Damidot, S. Stronach, A. Kindness, M. Atkins et P. Glasser, «Thermodynamic investigation of the CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaCO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O closed system at 25°C and the influence of Na<sub>2</sub>O,» *Cement and Concrete Research*, vol. 24, n° 13, pp. 563-572, 1994.
- [163] R. Bucher, M. Cyr et G. Escadeillas, «Carbonation of Blended Binders Containing Metakaolin,» chez *1st International Conference of Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015.
- [164] M. Khan, Q. Nguyen et A. Castel, «Carbonation of Limestone Calcined Clay Cement Concrete,» chez *Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2018.
- [165] F. Avet et K. Scrivener, «Investigation of the calcined kaolinite content on the hydration of Limestone Calcined Clay Cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 107, pp. 124-135, 2018.
- [166] Comité Européen de Normalisation, «NF EN 196-1 : Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances,» AFNOR, La Plaine Saint-Denis, 2016.
- [167] Base de données Ecoinvent, version 3.7.1..

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [168] G. Verbeck, «Structure and Physical Properties of Cement Paste,» 1968.
- [169] B. Vaasudevaa, Y. Dhandapani et M. Santhanam, «Performance evaluation of limestone-calcined clay (LC<sup>2</sup>) combination as a cement substitute in concrete systems subjected to short-term heat curing,» *Construction and Building Materials*, vol. 302, n° 1124121, 2021.
- [170] F. Radjy et C. Richard, «Effect of curing and heat treatment history on the dynamic mechanical response and the pore structure of hardened cement paste,» *Cement and Concrete Research*, vol. 3, n° 11, pp. 7-21, 1973.
- [171] B. L. Damineli, F. M. Kemeid, P. S. Aguiar et V. M. John, «Measuring the eco-efficiency of cement use,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 32, n° 18, pp. 555-562, 2010.
- [172] TA Instruments, «TAM AIR ISOTHERMAL CALORIMETRY».
- [173] AFNOR, «Béton - Essai pour béton durci - Essai de porosité et de masse volumique,» AFNOR, La Plaine Saint-Denis, 2022.
- [174] E. Washburn, «Note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material,» *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, vol. 7, n° 14, pp. 115-116, 1921.
- [175] G. Malvault, «Détermination expérimentale de la distribution de taille de pores d'un milieu poreux par l'injection d'un fluide à seuil ou analyse harmonique,» Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2013.
- [176] B. Sabir, S. Wild et J. Bai, «Metakaolin and calcined clays pozzolans for concrete: a review,» *Cement Concrete Composites*, vol. 23, n° 16, pp. 441-454, 2001.
- [177] D. Roy et G. Idorn, «Hydration, Structure and properties of blast furnace slag cements, mortars and concrete,» *J. Am. Concr. Inst.*, vol. 79, n° 16, pp. 444-457, 1982.
- [178] K. Kendall, A. J. Howard, J. D. Birchall, P. L. Pratt, B. A. Proctor et S. A. Jefferis, «The Relation between Porosity, Microstructure and Strength, and the Approach to Advanced Cement-Based Materials [and Discussion],» *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, vol. 310, pp. 139-153, 1983.
- [179] A. Morandea, M. Thiéry et P. Dangla, «Impact of accelerated carbonation on OPC cement paste blended with fly ash,» *Cement and Concrete Research*, vol. 67, pp. 226-236, 2015.
- [180] V. Papadakis, C. Vayenas et M. Fardis, «Physical and Chemical Characteristics Affecting the Durability of Concrete,» *ACI Materials Journal*, vol. 88, n° 12, pp. 186-196, 1991.
- [181] G. Monfore, «The Electrical Resistivity of concrete,» *Journal of PCA Research and Development laboratories*, pp. 35-48, 1968.
- [182] H. Whittington, J. McCarter et M. Forde, «The conduction of electricity through concrete,» *Magazine of concrete research*, vol. 33, n° 1114, pp. 48-60, 1981.
- [183] S. Feliu, C. Andrade, J. Gonzalez et C. Alonso, «A New Method for In-Situ Measurement of Electrical Resistivity of Reinforced Concrete,» *Materials and Structures*, vol. 29, pp. 362-365, 1996.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [184] J. Bresson, «Recueil sur les consommations d'énergie des procédés de production,» Cerib, 2006.
- [185] M. Petitpain, «Bétons à faible impact environnemental pour l'industrie du béton : accélération du durcissement de bétons à base de liants ternaires,» 2017.
- [186] F. Jacquemot, «Accélération du durcissement des liants à base de laitier de haut fourneau pour les produits préfabriqués en béton,» 2014.
- [187] Batiweb, «<https://www.batiweb.com/produit-btp/premur-rector-le-mur-prefabrique-a-coffrage-integre-345934>,» [En ligne].
- [188] [En ligne]. Available: <https://www.afipeb.org/solution/murs-a-coffrage-isolation-integres-mcii/>.
- [189] Cerib, «Fiche de déclaration environnementale et sanitaire - MCI - Mur à Coffrage Intégré (sans béton de remplissage),» Cerib, Epernon, 2020.
- [190] C. J. Engelsen et H. Justnes, «CO<sub>2</sub>-Binding by Concrete Structure during Life Cycle,» chez *2nd International Congress on Durability of Concrete*, New Delhi, 2014.
- [191] S. Stephant, «Étude de l'influence de l'hydratation des laitiers sur les propriétés de transfert gazeux dans les matériaux cimentaires,» Université de Bourgogne, 2015.
- [192] H. Taylor, «Cement Chemistry,» *Academic Press: London*, 1990.
- [193] X. Chateau, «Particle packing and the rheology of concrete,» chez *Understanding the rheology of concrete*, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, 2012, pp. 117-143.
- [194] P. Nanthagopalan et M. Santhanam, «An empirical approach for the optimisation of aggregate combinations for self-compacting concrete,» *Materials and Structures*, vol. 45, pp. 1167-1179, 2012.
- [195] A. Kwan et S. Ling, «Lowering paste volume of SCC through aggregate proportioning to reduce carbon footprint,» *Construction and Building Materials*, vol. 93, pp. 584-594, 2015.
- [196] B. Damineli, R. Pileggi et V. John, «Influence of packing and dispersion of particles on the cement content of concretes,» *IBRACON de Estruturas e Materials*, vol. 10, n° 105, 2017.
- [197] P. Ghoddousi, A. A. S. Javid et J. Sobhani, «Effects of particle packing density on the stability and rheology of self-consolidating concrete containing mineral admixtures,» *Construction and Building Materials*, vol. 53, pp. 102-109, 2014.
- [198] C. de Melo, P. Gomes et K. Moraes, «A study of packing parameters that influence the fresh properties of self-compacting concrete,» *Cerâmica*, vol. 65, n° 1375.
- [199] C. Hettiarachchi et W. Mamppearachchi, «Effect of surface texture, size ratio and large particle volume fraction on packing density of binary spherical mixtures,» *Granular Matter*, vol. 22, n° 18, 2020.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [200] M. Barrioulet et C. Legrand, «Influence des caractéristiques des granulats sur les actions intergranulaires dans l'écoulement du béton frais,» *Materials and Structures*, vol. 22, pp. 339-343, 1989.
- [201] A. Kwan, V. Wong et W. Fung, «A 3-parameter packing density model for angular rock aggregate particles,» *Powder Technology*, vol. 274, pp. 154-162, 2015.
- [202] M. Barrioulet et C. Legrand, «Etude des frottements intergranulaires dans le béton frais. Idées nouvelles sur l'écoulement du béton frais vibré.,» *Matériaux et Constructions*, vol. 11, n° %163, pp. 191-197, 1978.
- [203] M. Barrioulet et C. Legrand, «Mise en évidence expérimentale des interactions entre pâte interstitielle et granulats dans l'écoulement du béton frais vibré,» *Matériaux et Construction*, vol. 19, n° %1112, pp. 279-278, 1986.
- [204] B. M. Aïssoun, S.-D. Hwang et K. H. Khayat, «Influence of aggregate characteristics on workability of superworkable concrete,» *Materials and Structures*, 2014.
- [205] W. Zuo, J. Liu, Q. Tian, W. Xu, W. She, P. Feng et C. Miao, «Optimum design of low-binder Self-Compacting Concrete based on particle packing theories,» *Construction and Building Materials*, vol. 163, pp. 938-948, 2018.
- [206] P.-L. NG, A. K.-H. Kwan et L. G. Li, «Packing and film thickness theories for the mix design of high-performance concrete,» *Journal of Zhejiang University-SCIENCE A (Applied Physics & Engineering)*, vol. 17, n° %110, pp. 759-781, 2016.
- [207] L. G. Li et A. K. Kwan, «Concrete mix design based on water film thickness and paste film thickness,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 39, pp. 33-42, 2013.
- [208] S. CHU, «Effect of paste volume on fresh and hardened properties of concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 218, pp. 284-294, 2019.
- [209] Y. Jiang, B. Li, J. He et A. Garcia Hernandez, «Properties and microstructure of packing-optimised recycled aggregate concrete with different cement paste or sand contents,» *Construction and Building Materials*, vol. 344, n° %1128178, 2022.
- [210] D. Bondar, S. Nanukuttan, J. L. Provis et M. Soutsos, «Efficient mix design of alkali activated slag concretes based on packing fraction of ingredients and paste thickness,» *Journal of Cleaner Production*, vol. 218, pp. 438-449, 2019.
- [211] N. Su et B. Miao, «A new method for the mix design of medium strength flowing concrete with low cement content,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, pp. 215-222, 2003.
- [212] S. Haruna, B. S. Mohammed, M. Wahab et M. Liew, «Effect of paste aggregate ratio and curing methods on the performance of one-part alkali-activated concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 261, n° %1120024, 2020.
- [213] S. Yousuf, L. Sanchez et S. Shammeh, «The use of particle packing models (PPMs) to design structural low cement concrete as an alternative for construction industry,» *Journal of Building Engineering*, vol. 25, n° %1100815, 2019.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [214] B. Esmailhkanian, K. Khayat, A. Yahia et D. Feys, «Effects of mix design parameters and rheological properties on dynamic stability of self-consolidating concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 54, pp. 21-28, 2014.
- [215] Y. Zaitsev et F. Wittman, «Simulation of crack propagation and failure of concrete,» *Matériaux et Constructions*, vol. 14, n° 183, pp. 357-365, 1981.
- [216] S. Kolas et C. Georgiou, «The effect of paste volume and of water content on the strength and water absorption of concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, pp. 211-216, 2005.
- [217] K. Kishore et R. Tomar, «Understanding the role of interfacial transition zone in cement paste and concrete,» *Materials Today: Proceedings*, 2022.
- [218] K. L. Scrivener, A. K. Crumbie et P. Laugesen, «The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete,» *Interface Science*, vol. 12, pp. 411-421, 2004.
- [219] S. Chu, «Effect of paste volume on fresh and hardened properties of concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 218, pp. 284-294, 2019.
- [220] K. Robaldo, E. Soldado, H. Costa, R. Do Carmo, H. Alves et E. Julio, «Efficiency of cement content and compactness on mechanical performance of low cement concrete designed with packing optimization,» *Construction and Building Materials*, vol. 266, n° 1121077, 2021.
- [221] Y.-Y. Chen, B. L. A. Tuan et C.-L. Hwang, «Effect of paste amount on the properties of self-consolidating concrete containing fly-ash and slag,» *Construction and Building Materials*, vol. 47, pp. 340-346, 2013.
- [222] P.-K. Chang, «An approach to optimizing mix design for properties of high-performance concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 34, pp. 623-629, 2004.
- [223] E. Rozière, S. Granger, P. Turcry et A. Loukili, «Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting concrete,» *Cement and Concrete Composites*, vol. 29, n° 18, pp. 626-636, 2007.
- [224] C. Lontero, N. Soares Klein et W. Mazer, «Study of low-cement concrete mix-design through particle packing techniques,» *Journal of Building Engineering*, vol. 42, n° 1103071, 2021.
- [225] S. Fennis, «Design of Ecological Concrete by Particle Packing Optimization,» Amersfoort, Hollande, 2011.
- [226] J. Gallias, R. Kara-Ali et J. Bigas, «The effect of fine mineral admixtures on water requirement of cement pastes,» *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n° 110, pp. 1543-1549, 2000.
- [227] G. Hermida, «Influence du volume de pâte et de la concentration en ciment sur la performance du béton : vers le développement d'un béton à contenu minimal en pâte,» École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2008.
- [228] T. Sedran, «Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application aux bétons autonivelants,» 1999.
- [229] L. Abdul Lebrun, «Mise au point d'une méthodologie pour la formulation des bétons secs à démoulage immédiat,» École Doctorale Information, Structures, Systèmes, Montpellier, 2015.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [230] F. De Larrard et T. Sedran, «Le logiciel BétonlabPro 3,» *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, pp. 75-85, 2007.
- [231] A. Lecomte, J.-M. Mechling et C. Diliberto, «Indice de serrage des pâtes de consistance normale,» chez *Septième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton (RF)<sup>2</sup>B*, Toulouse, 2006.
- [232] T. Sedran, F. de Larrard et L. Le Guen, «Détermination de la compacité des ciments et additions minérales à la sonde de Vicat,» *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, pp. 155-163, 2007.
- [233] brgm, «Carbonates calciques et magnésiens - Mémento,» 2017.
- [234] I. Soroka et N. Stern, «Calcareous fillers and the compressive strength of portland cement,» *Cement and concrete research*, pp. 367-376, 1975.
- [235] M. Nehdi, «Why some carbonate fillers cause rapide increases of viscosity in dispersed cement-based materials,» *Cement and concrete research*, pp. 1663-1669, 2000.
- [236] Comité Européen de Normalisation, «NF EN 206/CN : Béton - Spécification, performance, production et conformité - Complément national à la norme NF EN 206,» Association Française de Normalisation (AFNOR), La Plaine Saint-Denis, 2014.
- [237] Groupe d'experts AFNOR/P18B/GE CR "Classes de résistance aux expositions", «prFD P18-480 "Béton - Justification de la durabilité des ouvrages en béton par méthode performancielle" - Enquête de commission,» Association Française de Normalisation (AFNOR), La Plaine Saint-Denis, 2021.
- [238] P. Tennis et W. J. Weiss, «State-of-the-art report on use of limestone in cements at levels of up to 15%,» Portland Cement Association, Skokie, 2011.
- [239] A. R. Mohamed, M. Elsalamawy et M. Ragab, «Modeling the influence of limestone addition on cement hydration,» *Alexandria Engineering Journal*, n° %154, pp. 1-5, 2015.
- [240] P. Garin, «Préparation industrielle des argiles kaoliniques par voie sèche,» *Bulletin de Minéralogie - Cristallographie des argiles kaoliniques et applications*, vol. 105, n° %15, pp. 527-533, 1982.
- [241] E. Sakai, S. Hoshimo, Y. Ohba et M. Daimon, «The fluidity of cement paste with various types of inorganic powders,» chez *Proceedings of the 10th International Congress of the Chemistry of Cement*, Amarkai AB, Suède, 1997.
- [242] J. J. Beaudoin, P. Gu, J. Marchand, B. Tamtsia, R. E. Myers et Z. Liu, «Solvent replacement studies of hydrated Portland cement systems: the role of calcium hydroxide,» *Advanced Cement Based Materials*, vol. 8, pp. 56-65, 1998.
- [243] W. Piasta et B. Zarzycki, «The effect of cement paste volume and w:c ratio on shrinkage strain, water absorption and compressive strength of high performance concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 140, pp. 395-402, 2017.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [244] R. Bucher, P. Diederich, G. Escadeillas et M. Cyr, «Service life of metakaolin-based concrete exposed to carbonation - Comparison with blended cement containing fly ash, blast furnace slag and limestone filler,» *Cement and Concrete Research*, vol. 99, pp. 18-29, 2017.
- [245] E. Roziere, G. Medjigbodo, L. Izoret et L. Ahmed, «Mélanges ternaires à base d'argile calcinée : hydratation et durabilité,» chez *Conférence Internationale Francophone NoMaD*, Liège, 2018.
- [246] L. Chen, K. Zheng, T. Xia et G. Long, «Mechanical property, sorptivity and microstructure of steam-cured concrete incorporated with the combination of metakaolin-limestone,» *Case Studies in Construction Materials*, vol. 11, n° 100267, 2019.
- [247] R. G. Pillai, R. Gettu, M. Santhanam, S. Rengaraju, Y. Dhandapani, S. Rathnarajan et A. S. Basavaraj, «Service life and life cycle assessment of reinforced concrete systems with limestone calcined clay cement (LC3),» *Cement and Concrete Research*, vol. 118, pp. 111-119, 2019.
- [248] N. Nair, K. M. Haneefa, M. Santhanam et R. Gettu, «A study on fresh properties of limestone calcined clay blended cementitious systems,» *Construction and Building Materials*, vol. 254, n° 1119326, 2020.
- [249] K. Githachuri et M. G. Alexander, «Durability performance potential and strength of blended Portland cement concrete,» *Cement & Concrete Composites*, vol. 39, pp. 115-121, 2013.
- [250] A. Kwan, J. Chen et Y. Jiang, «Adding limestone fines as cement paste replacement to reduce water permeability and sorptivity of concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 56, pp. 87-93, 2014.
- [251] Y. Jiang, S. Liu, B. Li, J. He et A. Garcia Hernandez, «Effects of aggregate packing optimization and cement paste volume on the properties of natural and recycled aggregate concrete,» *Structural Concrete*, pp. 1-14, 2021.
- [252] D. N. Winslow, M. D. Cohen, D. P. Bentz, K. A. Snyder et E. J. Garboczi, «Percolation and pore structure in mortars and concrete,» *Cement and Concrete Research*, vol. 24, pp. 25-37, 1994.
- [253] A. Kwan, P. Ng et K. Huen, «Effects of fines content on packing density of fine aggregate in concrete,» *Construction and Building Materials*, vol. 61, pp. 270-277, 2014.
- [254] N. A. Soliman et A. Tagnit-Hamou, «Using Particle Packing and Statistical Approach to Optimize Eco-Efficient Ultra-High-Performance Concrete,» *ACI Materials Journal*, n° 1114-M74, pp. 847-855, 2017.
- [255] D. Whiting et D. Stark, «National cooperative highway research program report 258 : Control of air content in concrete,» National Cooperative Highway Research Program, Washington D.C., 1983.

## ANNEXES – FTP des constituants utilisés

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

CIMENTS



**USINE DU TEIL**

**CEM I 52,5 R CE CP2 NF**

NF EN 197-1 NF P 15-318

SERVICES EXCLUSIFS

Déclaration de Performance  
n°  
**0333-CPR-1201**

Centre de Relation Clientèle :

0 825 888 425

Service 0,15 € / min  
+ prix appel




CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES

|               | DP<br>(min) | Stabilité<br>(mm) | Résistances mécaniques (MPa) |         |          | MV<br>(g/cm3) | SSB<br>(cm²/g) | Demande<br>en eau<br>(%) | L*   |  |  |
|---------------|-------------|-------------------|------------------------------|---------|----------|---------------|----------------|--------------------------|------|--|--|
|               |             |                   | 1 jour                       | 2 jours | 28 jours |               |                |                          |      |  |  |
| Val. moyenne  | 136         | 0,0               | 26,6                         | 40,0    | 71,4     | 3,14          | 4420           | 29,5                     | 63,9 |  |  |
| Val. garantie | ≥ 60        | ≤ 10              |                              | ≥ 28,0  | ≥ 50,0   |               |                |                          |      |  |  |

CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

|                               | Valeur<br>moyenne | Valeur<br>garantie |   | Valeur<br>moyenne |
|-------------------------------|-------------------|--------------------|---|-------------------|
| SO <sub>3</sub> (%)           | 3,4               | ≤ 4,5              | Alcalins équivalents [Na <sub>2</sub> O + 0,658 K <sub>2</sub> O] (%) | 0,2               |
| Chlorures Cl <sup>-</sup> (%) | 0,05              | ≤ 0,10             | Alcalins actifs [suivant la norme NF P 18-454] (%)                    | 0,2               |
| Perte au feu 950°C (%)        | 2,4               | ≤ 5,0              | Vc coefficient de variation des alcalins actifs                       | 0,05              |
| Insolubles (%)                | 0,2               | ≤ 5,0              |   |                   |
| S <sup>-</sup> (%)            | 0,01              | ≤ 0,2              |   |                   |

CONSTITUANTS PRINCIPAUX ET SECONDAIRES :

|                        |     |
|------------------------|-----|
| Clinker                | 95% |
| Constituant secondaire | 5%  |

AUTRES CONSTITUANTS

|  |      |
|--|------|
| Gypse (%)  | 4,8  |
| Agent de mouture - Teneur sous forme d'extrait sec (%) | 0,07 |

DIVERS

Indice de concentration d'activité I (\*):

\*: déterminé selon la méthode d'essai NF EN ISO 18589-3 dans le cadre de l'application du décret n° 2018-434

LIVRAISON EN VRAC









Date de révision : 03/01/2022

Les données figurant sur la présente fiche technique sont la propriété de Lafarge Ciments et ne peuvent être reproduites partiellement ou totalement sans notre autorisation préalable.

Les résultats indiqués ne sont mentionnés qu'à titre purement indicatif, ils sont susceptibles de variation dans les limites des normes applicables et ne sauraient en conséquence engager la responsabilité de Lafarge Ciments. Les résultats de nos autocontrôles périodiques sont disponibles sur demande auprès de votre interlocuteur commercial habituel ou sur notre site internet [www.lafarge-france.fr](http://www.lafarge-france.fr)

Cette fiche reste valable jusqu'au 30/06/2023 sauf si une nouvelle version est éditée.

## argicem<sup>®</sup>

### METAKAOLIN (NF P 18-513) A - F<sub>M</sub> - W<sub>M</sub>

| CARACTERISTIQUES CHIMIQUES   |                        |                 |                |
|--|------------------------|-----------------|----------------|
| Exigences chimiques  | Norme appliquée        | Valeur garantie | Valeur moyenne |
| Silice (SiO <sub>2</sub> ) + Alumine (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) | NF EN 196-2            | > 90,0 %        | 92,45 %        |
| Chlorures  | NF EN 196-2            | < 0,1 %         | 0,002 %        |
| Sulfates   | NF EN 196-2            | < 1,0 %         | 0,20 %         |
| Oxyde de calcium (CaO) libre   | NF EN 451-1            | < 1,0 %         | 0,322 %        |
| Teneur en alcalins totaux (Na <sub>2</sub> O équivalent)               | NF EN 196-2            | -               | 0,251 %        |
| Oxyde de magnésium (MgO)   | NF EN 196-2            | < 4,0 %         | 0,19 %         |
| Perte au feu   | NF EN 196-2            | < 4,0 %         | 1,30 %         |
| Valeur au bleu MB <sub>F</sub>   | NF EN 933-9            | < 10 g/kg       | 7,48 g/kg      |
| Fixation de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH) <sub>2</sub> )              | Essai Chapelle modifié | > 700 mg/g      | 773,9 mg/g     |

Les valeurs moyennes, données à titre indicatif, sont les valeurs des douze derniers mois

| CARACTERISTIQUES PHYSIQUES     |                            |   |                            |
|--------------------------------|----------------------------|---|----------------------------|
| Exigences physiques            | Norme appliquée            | Valeur garantie                                       | Valeur moyenne             |
| Masse volumique des particules | NF EN 196-6<br>NF EN 197-7 | 2500 kg/m <sup>3</sup> ± 200 kg/m <sup>3</sup>        | 2551 kg/m <sup>3</sup>     |
| Finesse                        | NF EN 933-1                | Passant à 0.063 mm ≥ 70 % (Catégorie F <sub>M</sub> ) | 74,6 %                     |
| Indice d'activité à 28 jours   | NF EN 196-1                | > à 100 % (Type A)                                    | i <sub>28</sub> = 101,93 % |
| Demande en eau                 | NF EN 196-3                | ≤ 1,15 (Catégorie W <sub>M</sub> )                    | 1,08                       |
| Temps de début de prise        | NF EN 196-3                | < 25 %  | 3,40 %                     |
| Stabilité                      | NF P 18-513                | Si (CaO) libre < 1%                                   | N.A.                       |
| Surface spécifique BET         | NF ISO 9277                | -   | 15,65 m <sup>2</sup> /g    |

Les valeurs moyennes, données à titre indicatif, sont les valeurs des douze derniers mois

Date de révision : 13/07/2016

La reproduction de tout ou partie de ce document est soumise à l'accord préalable d'argeco DEVELOPPEMENT. Les informations contenues dans ce document peuvent évoluer. Aussi exactes que possibles, elles ne peuvent en aucun cas engager la responsabilité d'argeco DEVELOPPEMENT.



## Fiche technique France

Omya International AG  
 P.O. Box 335  
 CH-4665 Oftringen  
 +41 62 789 29 29  
 +41 62 789 20 77  
 www.omya.com

**Betocarb® HP - FER**

SITE: FERQUES, France (certifié ISO 9001)

DESCRIPTION DU PRODUIT: Addition calcaire de catégorie A-FM selon la norme NF P18-508 pour bétons hydrauliques. Utilisable en tant que filler pour bétons hydrauliques hautes performances (EN 12620+A1).

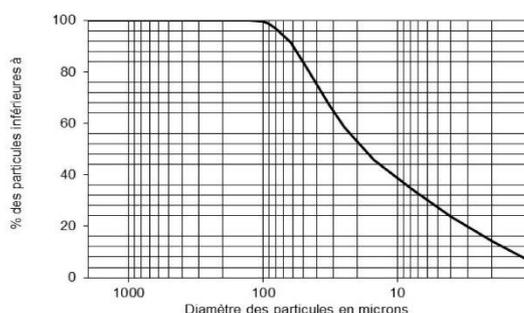
|                               |                            |       |      |
|-------------------------------|----------------------------|-------|------|
| COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE: | CaCO <sub>3</sub>          | 98.3  | %    |
|                               | Carbonates totaux          | 99.5  | %    |
|                               | Chlorures                  | 0.001 | %    |
|                               | Sulfates                   | 0.060 | %    |
|                               | Soufre total               | 0.02  | %    |
|                               | Matières organiques        | 0.02  | %    |
|                               | Essai au bleu de méthylène | 0.8   | g/kg |
|                               | Alcalins équivalents       | 0.03  | %    |
|                               | Silice totale              | 0.4   | %    |
|                               | Réactivité aux alcalins    | NR    |      |

|                                    |                                       |     |                    |
|------------------------------------|---------------------------------------|-----|--------------------|
| CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT: | Granulométrie:                        |     |                    |
|                                    | · Particules < 2 mm                   | 100 | %                  |
|                                    | · Particules < 0.125 mm               | 100 | %                  |
|                                    | · Particules < 0.063 mm               | 93  | %                  |
|                                    | Surface spécifique Blaine (DIN 66126) | 546 | m <sup>2</sup> /kg |

|  |  |      |      |
|--|--|------|------|
| CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT: | Indice d'activité à 28 jours             | 0.76 |      |
|  | Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2) | 0.2  | %    |
|  | Densité (ISO 787-10)                     | 2.7  | g/ml |
|  | Densité apparente tassée (ISO 787-11)    | 1.5  | g/ml |

APPLICATIONS PRINCIPALES: REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000) :

Béton auto-plaçant  
 Béton prêt à l'emploi  
 Eléments préfabriqués  
 Applications spéciales  
 - Béton projeté



CONDITIONNEMENT STANDARD :

- VRAC
- SAC sur palette

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 12.02.2021  
 Product information :  
 11150327\_00\_F  
 version : 5

## Fiche technique



Omya International AG  
 P.O. Box 335  
 CH-4665 Oftringen  
 +41 62 789 29 29  
 +41 62 789 20 77  
 www.omya.com

## Betoflow® D - SL

|   |   |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
|---|---|-------------------|------|---|---------------------|------|---|-------------------------|-------|---|-------------------------|-------|---|--|-------|----|---------------------------------------|------|-------------------|------------------------------|------|------|--|------|---|---------------|-----|---|-------------------------|----|--|
| SITE:   | SALSES, France (certifié ISO 9001, 14001 et OHSAS 18001)  |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| DESCRIPTION DU PRODUIT:   | Addition calcaire de catégorie A-FH selon la norme NF P18-508 pour bétons hydrauliques. Utilisable en tant que filler pour bétons hydrauliques hautes performances (EN 12620+A1). Produit adapté aux bétons de parement et architectoniques (essai LG_007).   |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:   | <table border="0"> <tr><td>CaCO<sub>3</sub></td><td>98.3</td><td>%</td></tr> <tr><td>Carbonates totaux</td><td>98.7</td><td>%</td></tr> <tr><td>Chlorures</td><td>0.001</td><td>%</td></tr> <tr><td>Sulfates</td><td>0.003</td><td>%</td></tr> <tr><td>Soufre total</td><td>0.002</td><td>%</td></tr> <tr><td>Matières organiques</td><td>0.03</td><td>%</td></tr> <tr><td>Essai au bleu de méthylène</td><td>0.4</td><td>g/kg</td></tr> <tr><td>Alcalins équivalents</td><td>0.01</td><td>%</td></tr> <tr><td>Silice totale</td><td>0.1</td><td>%</td></tr> <tr><td>Réactivité aux alcalins</td><td>NR</td><td></td></tr> </table> | CaCO <sub>3</sub> | 98.3 | % | Carbonates totaux   | 98.7 | % | Chlorures               | 0.001 | % | Sulfates                | 0.003 | % | Soufre total                           | 0.002 | %  | Matières organiques                   | 0.03 | %                 | Essai au bleu de méthylène   | 0.4  | g/kg | Alcalins équivalents                     | 0.01 | % | Silice totale | 0.1 | % | Réactivité aux alcalins | NR |  |
| CaCO <sub>3</sub>   | 98.3  | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Carbonates totaux   | 98.7  | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Chlorures   | 0.001   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Sulfates  | 0.003   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Soufre total  | 0.002   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Matières organiques   | 0.03  | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Essai au bleu de méthylène  | 0.4   | g/kg              |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Alcalins équivalents  | 0.01  | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Silice totale   | 0.1   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Réactivité aux alcalins   | NR  |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:  | <table border="0"> <tr><td>Granulométrie:</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>· Particules &lt; 2 mm</td><td>100</td><td>%</td></tr> <tr><td>· Particules &lt; 0.125 mm</td><td>100</td><td>%</td></tr> <tr><td>· Particules &lt; 0.063 mm</td><td>100</td><td>%</td></tr> <tr><td>· Diamètre moyen des particules (d50%)</td><td>3.1</td><td>µm</td></tr> <tr><td>Surface spécifique Blaine (DIN 66126)</td><td>1128</td><td>m<sup>2</sup>/g</td></tr> <tr><td>Indice d'activité à 28 jours</td><td>0.93</td><td></td></tr> <tr><td>Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)</td><td>0.2</td><td>%</td></tr> </table>              | Granulométrie:    |      |   | · Particules < 2 mm | 100  | % | · Particules < 0.125 mm | 100   | % | · Particules < 0.063 mm | 100   | % | · Diamètre moyen des particules (d50%) | 3.1   | µm | Surface spécifique Blaine (DIN 66126) | 1128 | m <sup>2</sup> /g | Indice d'activité à 28 jours | 0.93 |      | Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2) | 0.2  | % |               |     |   |                         |    |  |
| Granulométrie:  |   |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| · Particules < 2 mm   | 100   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| · Particules < 0.125 mm   | 100   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| · Particules < 0.063 mm   | 100   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| · Diamètre moyen des particules (d50%)  | 3.1   | µm                |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Surface spécifique Blaine (DIN 66126)   | 1128  | m <sup>2</sup> /g |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Indice d'activité à 28 jours  | 0.93  |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Taux d'humidité départ usine (ISO 787-2)  | 0.2   | %                 |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:  | Densité (ISO 787-10) 2.7 g/ml   |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| APPLICATIONS PRINCIPALES:   | REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000) :  |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |
| Bétons techniques<br>Béton auto-plaçant<br>Bétons haute performances<br>Bétons ultra hautes performances<br>Bétons architectoniques |   |                   |      |   |                     |      |   |                         |       |   |                         |       |   |  |       |    |                                       |      |                   |                              |      |      |  |      |   |               |     |   |                         |    |  |

CONDITIONNEMENT STANDARD :  
 - VRAC  
 - SAC sur palette  
 - CONTENEUR SOUPLE

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 29.01.2020  
 Product information :  
 S08.03.01\_FR\_CORP/FRSL:  
 106800\_00\_F  
 version : 5

ANNEXES



**GSM LORRAINE CHAMPAGNE**

26 rue des Erables - BP 30099 - 54183 HEILLECOURT  
Tél : 03 83 51 52 70 Fax : 03 83 51 04 14

**Fiche Technique de Produit**

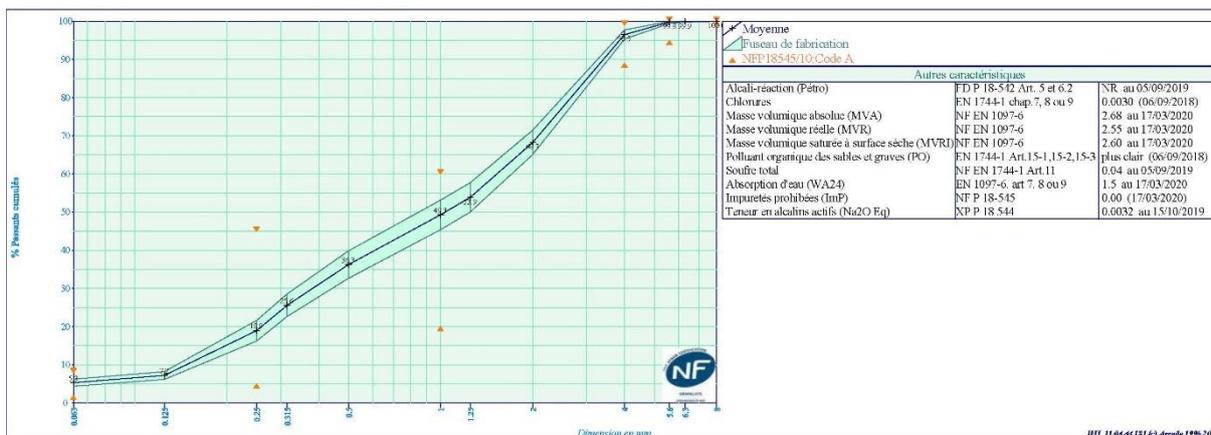
Date de fin de validité au 31/12/2020

Page 1/1, imprimé le mardi 7 juillet 2020

**Producteur :** Carrière de MATIGNICOURT  
**Granulats :** 0/4 MIXTE CORRIGE  
**Péetrographie :** ALLUVIONS SILICO-CALCAIRES + SILICE

| Partie contractuelle |       |  |       |       |     |       |      |   |       |       |     |       |      |           |     |
|----------------------|-------|--|-------|-------|-----|-------|------|---|-------|-------|-----|-------|------|-----------|-----|
| Classe granulaire    |       | Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage |       |       |     |       |      |   |       |       |     |       |      | Catégorie |     |
| 0 4                  |       | Norme NF P 18-545 Article 10                             |       |       |     |       |      |   |       |       |     |       |      | Code A    |     |
|                      | 0.063 | 0.125  | 0.25  | 0.315 | 0.5 | 1     | 1.25 | 2 | 4     | 5.6   | 6.3 | 8     | FM   | MB        | Ab  |
| V.S.S.+U             | 9.0   |  | 49.0  |       |     | 64.0  |      |   | 100.0 | 100.0 |     | 100.0 | 3.65 | 2.0       | 3.0 |
| V.S.S.               | 8.0   |  | 45.0  |       |     | 60.0  |      |   | 99.0  | 100.0 |     | 100.0 | 3.50 | 1.5       | 2.5 |
| V.S.I.               | 2.0   |  | 5.0   |       |     | 20.0  |      |   | 89.0  | 95.0  |     | 100.0 | 2.90 |           |     |
| V.S.I.-U             | 1.0   |  | 1.0   |       |     | 16.0  |      |   | 87.0  | 94.0  |     | 100.0 | 2.75 |           |     |
| Ecart-type max       |       |  | 12.12 |       |     | 12.12 |      |   |       |       |     |       | 0.18 |           |     |

| Partie informative      |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|-------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Résultats de production |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
| du 06/01/20 au 23/06/20 |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
|                         | 0.063      | 0.125      | 0.25       | 0.315      | 0.5        | 1          | 1.25       | 2          | 4          | 5.6        | 6.3        | 8          | FM         | MB         | Ab         |
| Maximum                 | 6.7        | 9.1        | 27.6       | 31.6       | 43.1       | 57.4       | 61.6       | 74.0       | 97.7       | 100.0      | 100.0      | 100.0      | 3.46       | 0.9        | 2.3        |
| Xf+1.25xEcart-types     | 6.3        | 8.3        | 21.6       | 28.6       | 39.8       | 53.1       | 57.7       | 71.5       | 97.8       | 100.0      | 100.0      | 100.0      | 3.36       | 0.8        | 2.3        |
| Moyenne Xf              | 5.3        | 7.2        | 18.9       | 25.6       | 36.3       | 49.3       | 53.9       | 68.3       | 96.5       | 99.8       | 99.9       | 100.0      | 3.23       | 0.7        | 2.2        |
| Xf-1.25xEcart-types     | 4.4        | 6.2        | 16.3       | 22.7       | 32.7       | 45.4       | 50.0       | 65.1       | 95.3       | 99.4       | 99.7       | 100.0      | 3.11       | 0.6        | 2.1        |
| Minimum                 | 3.8        | 5.5        | 14.5       | 19.5       | 29.4       | 43.2       | 48.0       | 62.8       | 92.7       | 98.2       | 99.2       | 100.0      | 2.99       | 0.5        | 2.1        |
| Ecart-type              | 0.76       | 0.83       | 2.15       | 2.34       | 2.87       | 3.09       | 3.07       | 2.55       | 1.00       | 0.31       | 0.16       | 0.00       | 0.100      | 0.10       | 0.10       |
| Nombre de résultats     | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 34         | 32         | 4          |
| Norme                   |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |            |
| Demier                  | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 23/06/2020 | 21/01/2020 |



L'ANMATRICE QUALITE

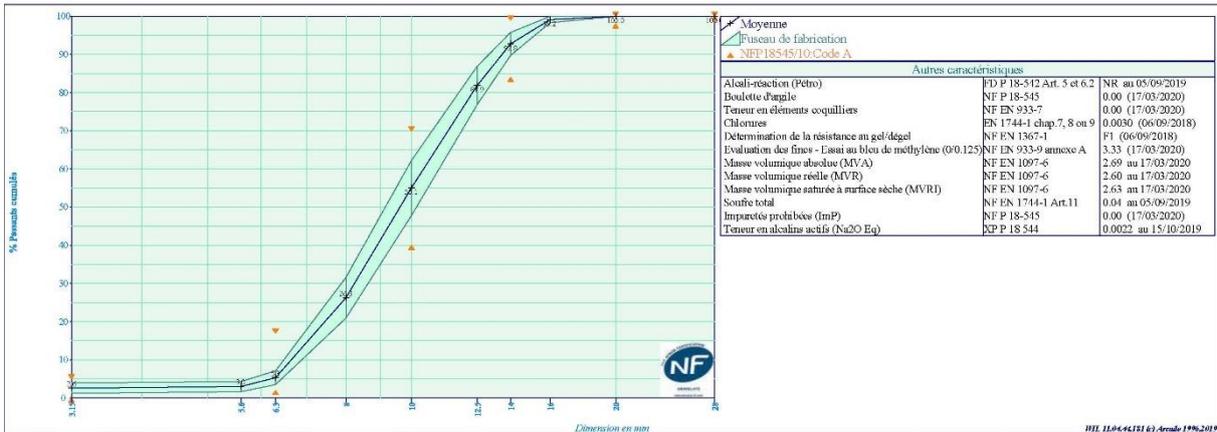
ANNEXES

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | <b>GSM LORRAINE CHAMPAGNE</b><br>26 rue des Erables - BP 30099 - 54183 HEILLECOURT<br>Tél : 03 83 51 52 70 Fax : 03 83 51 04 14 | <b>Fiche Technique de Produit</b><br>Date de fin de validité au 31/12/2020<br>Page 1/1, imprimé le mardi 7 juillet 2020 |
|---|---|---|

**Producteur :** Carrière de MATIGNICOURT  
**Granulats :** 6/14 C NF  
**Péetrographie :** Silico-Calcaire

| Partie contractuelle                                     |      |                              |      |   |      |      |       |    |       |       |      |           |    |      |
|--|------|------------------------------|------|---|------|------|-------|----|-------|-------|------|-----------|----|------|
| Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage |      |                              |      |   |      |      |       |    |       |       |      |           |    |      |
| Classe granulaire  |      | Norme                        |      |   |      |      |       |    |       |       |      | Catégorie |    |      |
| 6.3    14  |      | Norme NF P 18-545 Article 10 |      |   |      |      |       |    |       |       |      | Code A    |    |      |
|  | 3.15 | 5.6                          | 6.3  | 8 | 10   | 12.5 | 14    | 16 | 20    | 28    | f    | FI        | LA | WA24 |
| V.S.S.+U   | 6.0  |                              | 22.0 |   | 82.0 |      | 100.0 |    | 100.0 | 100.0 | 4.60 | 24.0      | 33 | 3.0  |
| V.S.S.   | 5.0  |                              | 17.0 |   | 70.0 |      | 99.0  |    | 100.0 | 100.0 | 4.00 | 20.0      | 30 | 2.5  |
| V.S.I.   | 0.0  |                              | 2.0  |   | 40.0 |      | 84.0  |    | 98.0  | 100.0 |      |           |    |      |
| V.S.I.-U   | 0.0  |                              | 0.0  |   | 28.0 |      | 79.0  |    | 97.0  | 100.0 |      |           |    |      |
| Ecart-type max   |      |                              |      |   | 9.09 |      |       |    |       |       |      |           |    |      |

| Partie informative      |                         |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |                         |                     |
|-------------------------|-------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------------------|---------------------|
| Résultats de production |                         |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             |                         |                     |
|                         | du 07/01/20 au 10/06/20 |            |            |            |            |            |            |            |            |            |             |             | du 01/07/18 au 30/06/20 |                     |
|                         | 3.15                    | 5.6        | 6.3        | 8          | 10         | 12.5       | 14         | 16         | 20         | 28         | f           | FI          | LA                      | WA24                |
| Maximum                 | 4.5                     | 4.7        | 7.1        | 30.1       | 61.4       | 86.2       | 94.9       | 100.0      | 100.0      | 100.0      | 3.60        |             | 27                      | 1.5                 |
| Xf+1.25xEcart-types     | 3.9                     | 4.4        | 7.1        | 31.6       | 62.3       | 86.9       | 95.8       | 100.0      | 100.0      | 100.0      | 3.05        |             | 26                      | 1.5                 |
| Moyenne Xf              | 2.6                     | 3.0        | 5.3        | 26.3       | 55.1       | 81.9       | 92.8       | 99.2       | 100.0      | 100.0      | 1.84        | 9.4         | 24                      | 1.3                 |
| Xf-1.25xEcart-types     | 1.2                     | 1.7        | 3.5        | 20.9       | 47.9       | 76.9       | 89.8       | 98.3       | 100.0      | 100.0      | 0.63        |             | 22                      | 1.2                 |
| Minimum                 | 1.3                     | 1.5        | 2.9        | 18.6       | 44.4       | 73.2       | 87.3       | 97.9       | 100.0      | 100.0      | 0.90        |             | 23                      | 1.2                 |
| Ecart-type              | 1.08                    | 1.08       | 1.43       | 4.28       | 5.79       | 4.03       | 2.42       | 0.66       | 0.00       | 0.00       | 0.970       |             | 2.0                     | 0.10                |
| Nombre de résultats     | 7                       | 7          | 7          | 7          | 7          | 7          | 7          | 7          | 7          | 7          | 7           | 1           | 4                       | 4                   |
| Norme                   |                         |            |            |            |            |            |            |            |            |            | NF EN 933-1 | NF EN 933-3 | NF EN 1097-2            | EN 12693, NF 5-2009 |
| Dernier                 | 10/06/2020              | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020 | 10/06/2020  | 04/03/2020  | 21/01/2020              | 17/03/2020          |



| Autres caractéristiques                                     |                           |                      |
|---|---------------------------|----------------------|
| Alcali-réaction (Péetro)                                    | FD P 18-542 Art. 5 et 6.2 | NR au 05/09/2019     |
| Boulette d'angle  | NF P 18-545               | 0.00 (17/03/2020)    |
| Teneur en éléments coquilliers                              | NF EN 933-7               | 0.00 (17/03/2020)    |
| Chlorures   | EN 1744-1 chap.7, 8 ou 9  | 0.0080 (06/09/2018)  |
| Détermination de la résistance au gel/dégel                 | NF EN 1367-1              | F1 (06/09/2018)      |
| Évaluation des fines - Essai au bleu de méthylène (0/0.125) | NF EN 933-9 annexe A      | 3.33 (17/03/2020)    |
| Masse volumique absolue (MVA)                               | NF EN 1097-6              | 2.69 au 17/03/2020   |
| Masse volumique réelle (MVR)                                | NF EN 1097-6              | 2.60 au 17/03/2020   |
| Masse volumique saturée à surface sèche (MVRf)              | NF EN 1097-6              | 2.63 au 17/03/2020   |
| Soufre total  | NF EN 1714-1 Art.11       | 0.04 au 05/09/2019   |
| Impuretés protéiques (ImP)                                  | NF P 18-545               | 0.00 (17/03/2020)    |
| Teneur en alcalins actifs (Na2O Eq)                         | KP P 18 544               | 0.0022 au 15/10/2019 |

**L'ANIMATRICE QUALITE**





## Société Nouvelle du Littoral

Siège Social & Usine : Z.A. – BP 9 – 11370 LEUCATE (France)

Tél. : 33 (0) 4 68 40 14 05 – Fax : 33 (0) 4 68 40 92 72

Internet : [www.s-n-l.fr](http://www.s-n-l.fr) - e.mail : [contact@s-n-l.fr](mailto:contact@s-n-l.fr) • [s.n.l@wanadoo.fr](mailto:s.n.l@wanadoo.fr)

SABLE NORMALISE CEN CERTIFIE CONFORME –  
EN 196.1 par l'AFNOR et conforme ISO 679

Contrôlé par le Laboratoire d'Essais des Matériaux de la Ville  
de Paris (L.E.M.V.P.)  
4 Avenue du Colonel Henri Rol-Tanguy  
75014 PARIS

### Caractéristiques du sable - Autres que granulométrie et masse sachet

#### Fabrication Sable Normalisé CEN, conforme EN 196-1

|  | Date mesure | Valeur ponctuelle | Valeur min | Valeur max |
|--|-------------|-------------------|------------|------------|
| Masse volumique réelle (Mg/m3) EN 1097-6                       | novembre-11 | 2,64              |            |            |
| Absorption eau (%) EN 1097-6                                   | novembre-11 | 0,2               |            |            |
| Module de finesse (%) EN 12620                                 | novembre-11 |                   | 2,6        | 2,7        |
| Écoulement sable (s) EN 933-6                                  | novembre-11 | 28                |            |            |
| Teneur en eau (%)  | janvier-17  |                   | 0,02       | 0,07       |
|  | février-17  |                   | 0,01       | 0,07       |
|  | mars-17     |                   | 0,03       | 0,07       |
| Teneur en chlorure (ppm)                                       | janvier-17  |                   | < 50       |            |
|  | février-17  |                   | < 50       |            |
|  | mars-17     |                   | < 50       |            |
| Teneur en silice (% SiO <sub>2</sub> )                         | janvier-16  | 98,05             |            |            |
| Teneur alumine (% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) ISO 29581-2 | janvier-16  | 0,54              |            |            |
| Teneur fer (% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) ISO 29581-2     | janvier-16  | 0,07              |            |            |
| Perte au feu 950 °C (EN 196-2)                                 | janvier-16  | 0,16              |            |            |
| teneur P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> % ISO 29581-2             | janvier-16  | 0                 |            |            |



S.N.L. fondée en 1910 – SAS capital 250 000 € - NIF FR 93 976 750 257 – SIRET 976 750 257 00025 APE 0812Z  
Certifiée pour la PREPARATION DU SABLE NORMALISE CEN POUR LA DETERMINATION DES RESISTANCES MECANQUES DES CEMENTS



FR.C3 - MAJ 04/12-

**DESCRIPTION**

Dynamon NRG 4350 est un adjuvant à base de polymères acryliques modifiés, qui convient spécifiquement au secteur de l'industrie de la préfabrication.

**DOMAINE D'APPLICATION**

Dynamon NRG 4350 convient particulièrement à la production de bétons de consistance fluide, notamment les bétons autoplaçants. Grâce à sa fluidité, le béton traité avec Dynamon NRG 4350 est facile à mettre en œuvre et développe d'excellentes résistances mécaniques.

Dynamon NRG 4350 convient plus particulièrement au secteur de l'industrie de la préfabrication ainsi qu'à toutes les applications où une forte réduction d'eau et une forte accélération de la résistance initiale sont requises, quelles que soient les classes de consistance.

Dynamon NRG 4350, par sa formulation spécifique, confèrera au béton un long maintien d'ouvrabilité ainsi qu'une très basse viscosité.

**CARACTÉRISTIQUES TECHNIQUES**

Dynamon NRG 4350 est une solution aqueuse à 36,4 % de polymères actifs, qui améliore la dispersion du ciment.

Dynamon NRG 4350 peut être utilisé pour :

- Réduire la quantité d'eau de gâchage par rapport à un béton non adjuvanté tout en conservant la même ouvrabilité. Ceci permet d'améliorer sensiblement les résistances mécaniques et la durabilité ainsi que de diminuer la perméabilité du béton.
- Améliorer l'ouvrabilité du béton par rapport à un béton non adjuvanté avec le même rapport eau/ciment.
- Diminuer aussi bien la quantité d'eau de gâchage que la quantité de ciment.

**MODE D'EMPLOI**

Dynamon NRG 4350 a un effet dispersif maximal lorsqu'il est ajouté après les autres composants du mélange (ciment, agrégats et au moins 80 % de l'eau de gâchage), mais peut également être introduit dans la bascule à eau.

**COMPATIBILITÉ AVEC D'AUTRES PRODUITS**

Dynamon NRG 4350 est compatible avec d'autres adjuvants utilisés dans la préparation des bétons spéciaux, et notamment avec :

- La gamme **Mapefast**, adjuvants accélérateurs de prise ou durcissement pour l'obtention de résistances mécaniques élevées, y compris par temps froid.
- **Mapeplast SF**, adjuvant en poudre à base de microsilice pour la préparation de bétons de haute qualité offrant une résistance mécanique, une imperméabilité et une durabilité élevées.
- **Viscostar 3K**, agent de cohésion utilisé pour la production de bétons autoplaçants.
- **Expancrete**, agent expansif pour la production de bétons à retrait compensé.
- La gamme **Mapeair**, adjuvants entraîneurs d'air pour la réalisation de bétons résistant aux cycles gel/dégel.
- Cendres volantes, laitiers et fillers calcaires.
- La gamme **Mapecure**, produits de cure permettant de réduire les phénomènes de dessiccation.

**CONSOMMATION**

De 0,2 à 3,0 % du poids du ciment ou du poids des éléments fins pour le béton autoplaçant.

Des dosages différents de ceux préconisés pourront être utilisés dans des applications particulières et dans tous les cas après avoir consulté l'Assistance Technique MAPEI.

**Dynamon**  
**NRG 4350**  
(ex Dynamon NRG 1055)

## DONNÉES TECHNIQUES (valeurs types)

### DONNÉES D'IDENTIFICATION DU PRODUIT

|   |                                |
|---|--------------------------------|
| Consistance :   | liquide                        |
| Couleur :   | ambré                          |
| Masse volumique selon ISO 758 (g/cm <sup>3</sup> ) à + 20°C : | 1,07 ± 0,02                    |
| Extrait sec selon EN 480-8 (%) :                              | 36,4 ± 1,8                     |
| pH selon ISO 4316 :   | 4,5 ± 1,0                      |
| Teneur en chlorures solubles selon EN 480-10 (%) :            | ≤ 0,1 (absence selon EN 934-2) |
| Teneur en Na <sub>2</sub> O selon EN 480-12 (%) :             | ≤ 2                            |

### CONDITIONNEMENT

Bidon de 10 litres, fût de 200 litres, citerne de 1000 litres et vrac.

### STOCKAGE

12 mois en emballage d'origine à l'abri du gel et des rayons du soleil.

### INSTRUCTIONS DE SÉCURITÉ POUR LA PRÉPARATION ET LA MISE EN ŒUVRE

Pour les précautions d'emploi, consulter la dernière version de la Fiche de Données de Sécurité (FDS) disponible sur le site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com)

PRODUIT RÉSERVÉ À UN USAGE PROFESSIONNEL.

### AVERTISSEMENT

Les informations et prescriptions de ce document résultent de notre expérience. Les données techniques correspondent à des valeurs d'essais en laboratoire. Les conditions de mise en œuvre sur chantier pouvant varier, il est conseillé à l'utilisateur de vérifier si le produit est bien adapté à l'emploi prévu dans le cadre des normes en vigueur. L'utilisateur sera par conséquent toujours lui-même responsable de l'utilisation du produit. Les indications données dans cette fiche technique ont une portée internationale.

En conséquence, il y a lieu de vérifier avant chaque application que les travaux prévus rentrent dans le cadre des règles et des normes en vigueur, dans le pays concerné.

Se référer à la dernière mise à jour de la fiche technique disponible sur le site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com)

### MENTION LÉGALE

Le contenu de la présente Fiche de données Techniques (FT) peut être reproduit dans un autre document, mais le document qui en résulte ne peut en aucun cas remplacer ou compléter la FT en vigueur au moment de l'application ou de la mise en œuvre du produit MAPEI. La FT la plus récente peut être téléchargée à partir de notre site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com). MAPEI DÉGAGE TOUTE RESPONSABILITÉ EN CAS DE MODIFICATION DU TEXTE OU DES CONDITIONS D'UTILISATION CONTENUES DANS CETTE FT OU SES DÉRIVÉS.

Toutes les références relatives à ce produit sont disponibles sur demande et sur les sites web [www.mapei.fr](http://www.mapei.fr) et [www.mapei.com](http://www.mapei.com)

La reproduction intégrale ou partielle des textes, des photos et des illustrations de ce document, faite sans l'autorisation de Mapei, est illicite et constitue une contrefaçon.

000-06-2019 F(F)



CONSTRUIRE L'AVENIR



# Mapeplast MS 200

**Additif pour béton inertant  
les argiles des sables  
ou pour l'utilisation de  
granulats recyclés**



#### DESCRIPTION DU PRODUIT

**Mapeplast MS 200** est un additif spécifiquement développé pour formuler des bétons avec des sables concassés « difficiles » à haute teneur en fines argileuses ou non, ou avec des granulats recyclés.

#### DOMAINE D'APPLICATION

**Mapeplast MS 200** s'utilise afin d'atténuer voire supprimer les effets négatifs liés à l'utilisation d'agrégats « difficiles » : forte demande en eau, augmentation du dosage en plastifiants ou superplastifiants, perte de maintien d'ouvrabilité, etc.

Sa capacité à neutraliser les effets négatifs des argiles et des fines du sable et son utilisation en synergie avec un plastifiant ou un superplastifiant de la gamme DYNAMON permettra d'obtenir des bétons avec un bel aspect et ayant un long maintien d'ouvrabilité.

**Mapeplast MS 200** est donc parfaitement adapté pour la production de tout type de béton :

- Bétons plastiques à fluides.
- Bétons autoplaçants.

#### CARACTÉRISTIQUES TECHNIQUES

Le dosage en **Mapeplast MS 200** sera à déterminer en fonction des propriétés minéralogiques des matériaux utilisés et notamment de la nature et de la teneur en argiles des sables utilisés.

Utilisé avec des matériaux avec des coefficients d'absorption élevés, **Mapeplast MS 200** permet de réduire la quantité d'eau d'ajout pour obtenir la consistance cible, et ainsi optimiser les propriétés du béton à l'état frais comme à l'état durci.

L'utilisation de **Mapeplast MS 200** permet :

- l'utilisation d'agrégats dits « difficiles ou argileux » ou de granulats recyclés ;

- de réduire la quantité d'adjuvant utilisée ;
- d'améliorer les résistances mécaniques ;
- d'augmenter le maintien d'ouvrabilité ;
- d'obtenir des bétons de plus grande fluidité.

#### MODE D'EMPLOI

**Mapeplast MS 200** est un produit liquide prêt à l'emploi. Son efficacité est maximale lorsqu'il est ajouté en combinaison avec un adjuvant de la gamme DYNAMON. Il peut être ajouté totalement ou en parti à l'eau de gâchage, ou bien après les autres composants du béton (ciment, agrégats, additions, etc.).

Après l'ajout de **Mapeplast MS 200** il est conseillé de prolonger le délai de malaxage de façon à ce que le produit puisse se disperser de façon homogène dans le béton.

#### COMPATIBILITÉ AVEC D'AUTRES PRODUITS

**Mapeplast MS 200** est compatible avec tous les types de ciments conformes aux exigences chimiques et de composition prévues par la norme EN 197-1.

**Mapeplast MS 200** est par ailleurs compatible avec les produits MAPEI suivants :

- plastifiants ou superplastifiants de la gamme **Dynamon**, **Mapeplast** ou **Chronos** ;
- adjuvants modificateurs de viscosité de la gamme **Viscostar** ;
- adjuvants retardateurs de prise de la gamme **Mapetard** ;
- l'adjuvant en poudre **Mapeplast SF** à base de microsilice pour la production de bétons durables dans le temps (durabilité élevée) ;
- l'agent expansif **Expancrete** pour la production de bétons à retrait contrôlé ;
- les cendres volantes, filler calcaires, laitiers et pouzzolane ;
- les entraîneurs d'air de la gamme **Mapeair** pour la réalisation de béton résistant au gel/dégel.



**Mapeplast  
MS 200**

**DONNÉES TECHNIQUES (valeurs types)**

**DONNÉES D'IDENTIFICATION DU PRODUIT**

|   |                      |
|---|----------------------|
| Aspect :  | liquide              |
| Couleur :                                       | jaune clair          |
| Masse volumique selon (g/cm <sup>3</sup> ) :    | 1,10 ± 0,02 à + 20°C |
| Extrait sec selon EN 480-8 (%) :                | 50,7 ± 2,5           |
| pH selon ISO 4316 :                             | 5,5 ± 1,0            |
| Taux de chlorures (%) :                         | < 0,1                |
| Taux en Na <sub>2</sub> O selon EN 480-12 (%) : | < 2                  |

### **CONSUMMATION**

Les dosages types sont compris entre 0,2 et 2,0 litres pour 100 kg de ciment. Des dosages différents de ceux préconisés doivent être préalablement testés par des essais béton et dans tous les cas, après avoir consulté l'assistance technique MAPEI.

### **INDICATIONS IMPORTANTES**

Le dosage peut varier en fonction de plusieurs paramètres comme la température, la nature des matériaux utilisés, de la formulation du béton. Le dosage établi doit toujours être vérifié avant utilisation à échelle industrielle.

### **CONDITIONNEMENT**

Mapeplast MS 200 est fourni en vrac, en citerne de 1000 litres, en fût de 200 litres et en bidon de 10 litres.

### **STOCKAGE**

Mapeplast MS 200 se conserve 24 mois en emballage d'origine fermé à une température comprise entre + 5°C et + 35°C. Protéger contre le gel. L'exposition aux rayons solaires directs peut provoquer une variation chromatique qui n'altère pas les propriétés du produit.

### **INSTRUCTIONS DE SÉCURITÉ POUR LA PRÉPARATION ET LA MISE EN ŒUVRE**

Pour les précautions d'emploi, consulter la dernière version de la Fiche de Données de Sécurité (FDS) disponible sur le site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com)

PRODUIT RÉSERVÉ À UN USAGE PROFESSIONNEL.

### **AVERTISSEMENT**

Les informations et prescriptions de ce document résultent de notre expérience. Les

données techniques correspondent à des valeurs d'essais en laboratoire. Les conditions de mise en œuvre sur chantier pouvant varier, il est conseillé à l'utilisateur de vérifier si le produit est bien adapté à l'emploi prévu dans le cadre des normes en vigueur. L'utilisateur sera par conséquent toujours lui-même responsable de l'utilisation du produit. Les indications données dans cette fiche technique ont une portée internationale. En conséquence, il y a lieu de vérifier avant chaque application que les travaux prévus rentrent dans le cadre des règles et des normes en vigueur, dans le pays concerné.

Se référer à la dernière mise à jour de la fiche technique disponible sur le site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com)

### **MENTION LÉGALE**

Le contenu de la présente Fiche de données Techniques (FT) peut être reproduit dans un autre document, mais le document qui en résulte ne peut en aucun cas remplacer ou compléter la FT en vigueur au moment de l'application ou de la mise en œuvre du produit MAPEI. La FT la plus récente peut être téléchargée à partir de notre site web [www.mapei.com](http://www.mapei.com).

**MAPEI DÉGAGE TOUTE RESPONSABILITÉ EN CAS DE MODIFICATION DU TEXTE OU DES CONDITIONS D'UTILISATION CONTENUES DANS CETTE FT OU SES DÉRIVÉS.**

Toutes les références relatives à ce produit sont disponibles sur demande et sur les sites [www.mapei.fr](http://www.mapei.fr) et [www.mapei.com](http://www.mapei.com)



## Formulation de bétons décarbonés à base de clinker, métakaolin et d'addition calcaire pour une application aux produits préfabriqués

L'objectif des travaux rapportés dans ce mémoire de thèse est la formulation de solutions à faible empreinte carbone ( $< 150 \text{ kg.éq.CO}_2/\text{m}^3$ ) et industriellement viables. En premier lieu, la substitution d'une forte teneur en clinker (65 % à 70 %) par du métakaolin et des additions calcaires est étudiée. Ensuite, l'optimum de compacité du squelette granulaire (via le Modèle d'Empilement Compressible) a été recherché pour minimiser le volume de pâte requis.

L'application de leviers matériau (faible teneur en eau et adjuvantation) et procédés (traitement thermique) a permis d'approcher les performances d'une référence à base de ciment Portland. Une résistance à la compression supérieure à 14 MPa à 8 heures et des classes de résistance à 28 jours C25/30 et C40/50 ont été atteintes. Via l'approche performantielle, les classes de durabilité XC2 ou XC4, XS3e et XS3m ont pu être validées. Ces solutions décarbonées ont permis la fabrication de prémurs à l'échelle industrielle.

## Formulating low carbon footprint concrete with a mix of clinker, metakaolin and limestone for the precast industry

The aim of the presented research is to formulate industrially viable low carbon footprint concrete ( $< 150 \text{ kg.eq.CO}_2/\text{m}^3$ ). First, high substitution of clinker (65 % to 70 %) by metakaolin and limestone has been investigated to reduce the concrete's carbon footprint. Then, granular packing compacity has been optimized with the Compressible Packing Model to reduce the required paste volume.

High water content reduction (with adapted admixture content) and a thermal treatment have been applied to approach an Ordinary Portland Cement concrete's performances. Compressive strength of superior to 14 MPa at 8 hours and strength classes of C25/30 and C40/50 have been reached. Also, through a performance approach, durability classes XC2 or XC4, XS3e and XS3m have been validated. The developed low carbon solutions were used to produce walls with integrated formwork at the industrial scale.