

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département de Génie Civil et Hydraulique  
Référence :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الهندسة المدنية و الري  
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention  
Du diplôme de  
Doctorat en sciences  
Option: MATERIAUX DE CONSTRUCTION

PERFORMANCE DES MORTIERS ET BÉTONS A BASE  
DES CIMENTS CONTENANT DU METAKAOLIN ALGERIEN

Présentée par :

**SALHI KAMEL**

Soutenue publiquement le : **24/03/2021**

Devant le jury composé de :

<b>CHEBILI Rachid</b>	<b>Professeur</b>	Président	Université de Biskra
<b>MEZGHICHE bouzidi</b>	<b>Maitre de Conférences 'A'</b>	Rapporteur	Université de Biskra
<b>KRIKER Abdelouahed</b>	<b>Professeur</b>	Examineur	Université d'Ouargla
<b>GUETTALA Salim</b>	<b>Professeur</b>	Examineur	Université de Djelfa
<b>TALLAH Bachir</b>	<b>Maitre de Conférences 'A'</b>	Examineur	Université de Biskra
<b>MERDAS Abdelghani</b>	<b>Maitre de Conférences 'A'</b>	Examineur	Université de Sétif

## ***Remerciements***

Tout d'abord, je voudrais remercier ma famille pour leur soutien et leurs encouragements pour poursuivre la thèse.

Avant de présenter ce travail, je désire exprimer ma gratitude ainsi que ma profonde reconnaissance à Monsieur MEZGHICHE bouzidi, maître de conférence à l'université de Biskra, pour toute la confiance qu'il m'a témoignée. Ses conseils m'ont été particulièrement précieux pour l'élaboration de ce travail sous sa bienveillante direction.

Je voudrais également adresser mes vifs remerciements au président de jury. Monsieur CHEBILI Rachid, professeur à l'université de Biskra, qui m'a fait l'honneur d'accepter la présidence de jury. Je tiens à lui exprimer ma plus profonde gratitude.

Je tiens aussi à remercier tous les membres du jury, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'être examinateurs :

- Pr. KRIKER Abdelouahed ;
- Pr. GUETTALA Salim
- Dr. TALLAH Bachir
- Dr. MERDAS Abdelghani.

Mes plus sincères remerciements vont aussi à tous ceux qui m'ont épaulé tout le long du déroulement de cette thèse et plus particulièrement l'ensemble des membres du laboratoire de recherche en génie civil (LRGC) et le laboratoire du département de Génie Civil et d'Hydraulique de l'université de Souk ahras que j'ai côtoyé quotidiennement.

Finalement, un remerciement particulier et personnel à l'ensemble de mes enseignants qui ont contribué à ma formation, à tous mes amis et collègues de travail qui ont grandement contribué à faire de mon passage au doctorat une belle expérience.

# Résumé

L'utilisation des métakaolins obtenus à partir du traitement thermique du kaolin présente une solution très prometteuse pour la conception de bétons écologiques à faible empreinte en dioxyde de carbone et à hautes performances. Toutefois, le potentiel de cet ajout cimentaire et son comportement dans un milieu cimentaire sont encore peu étudiés à l'échelle nationale. Les principaux objectifs de cette thèse étaient d'évaluer les performances mécaniques et la durabilité des mortiers et bétons à base de ciment contenant du métakaolin fabriqué à partir de kaolin disponible localement utilisé comme additions minérales. Le métakaolin est une pouzzolane de synthèse, produite par déhydroxylation de l'argile kaolinite à des températures allant de 700 à 900 C °, à laquelle l'eau chimiquement liée est éliminée et la structure cristalline se transforme en un aluminosilicate amorphe déshydroxylé constitué de particules lamellaires. Ce matériau a fait l'objet de nombreuses études de la communauté scientifique en raison de ses effets bénéfiques sur le développement des propriétés mécaniques et sur la durabilité du béton. La première partie, de cette étude a été consacrée à l'impact de ce matériau sur les propriétés physico - mécanique de liant et mortier. Les résultats obtenus ont montré un effet moins perceptible de MK sur la prise de ciment, et une augmentation, significatif de la demande en eau et en superplastifiant pour avoir la même propriété rhéologique que celle du mortier et béton de référence, et une amélioration remarquable des performances mécaniques du mortier et béton. Concernant les questions de durabilité de béton, liées à certains facteurs qui le dégrade, il a fait l'objet de la deuxième partie et a permis de mettre en évidence l'effet positif du MK sur la réduction de retrait de séchage, et l'amélioration de la résistance de béton aux sulfates. En revanche, les résultats d'étude ont montré une augmentation de la profondeur de carbonatation et une résistance moindre à l'acide sulfurique en comparant à celle du béton sans MK. L'étude de la microstructure de béton a permis d'évaluer d'avantage les mécanismes d'actions du métakaolin. Les résultats d'analyses ont permis de mettre en évidence le rôle de l'effet pouzzolanique du métakaolin, et sa contribution à la densification de la structure et l'amélioration des propriétés mécaniques et la durabilité du béton.

**Mots clés :** Métakaolin ; Retrait de séchage ; Propriétés mécaniques ; durabilité ; Additions minérales ; Microstructure.

# Abstract

The use of metakaolins obtained from the thermal treatment of kaolin shows a very promising solution for the design of ecological concretes with a low carbon dioxide footprint and with good performance. However the potential of this supplementary cementitious material and its response in a cementitious medium are little investigated at the national scale. The main objectives of this thesis were to evaluate the mechanical performance and durability of cement-based mortars and concretes containing metakaolin produced of local material used as mineral additions. Metakaolin is a synthetic pozzolan produced by dehydroxylation kaolinite clay at temperatures ranging from 700 to 900C°, at which chemically bound water is removed and the crystalline structure is converted into a dehydroxylated amorphous aluminosilicate consisting of lamellar particles. The scientific community is increasingly studying its beneficial effects on the development of mechanical properties and the durability of concrete. The first part of this study was therefore dedicated to the impact of this material on the physico-mechanical properties of binder and mortar, the results obtained showed a less perceptible effect of MK on the setting of cement, and an increase, significant demand for water and superplasticizer to see the same rheological property as the reference mortar and concrete and a remarkable improvement in the mechanical performance of mortar and concrete. Concerning the issues of the durability of concrete related to the certain factor that degrades it was the subject of the second part and allowed to highlight the positive effect of the MK on the reduction of drying shrinkage, and the improvement of the resistance of sulfate concrete. On the other hand, the study results showed an increase in carbonation depth and a lower resistance to sulfuric acid compared to that of concrete without MK. The study of the microstructure of concrete made it possible to further evaluate the metakaolin's mechanisms of action. The results of analyzes made it possible to demonstrate the role of the pozzolanic effect of metakaolin and their contribution to the densification of the structure and improvement of mechanical properties and durability of concrete.

**Keywords:** Metakaolin; Drying shrinkage; Mechanical properties; durability; Mineral additions; Microstructure.

## ملخص

يقدم استخدام الميكاكولين الذي تم الحصول عليه من المعالجة الحرارية للكاولين حلاً واعداً للغاية لتصميم خرسانة بيئية ذات بصمة منخفضة من ثاني أكسيد الكربون وبأداء جيد. ومع ذلك ، فإن إمكانيات هذه الإضافية الإسمنتية وسلوكها في بيئة الأسمنت لا تزال قليلة الدراسة على المستوى الوطني .

إن لأهداف الأساسية من هذه الأطروحة هو تقييم الخصائص الميكانيكية وديمومة المونة الأسمنتية و الخرسانة المكونة من الاسمنت المحتوي على مادة الميكاكولين المنتجة من مواد محلية و المستعملة كإضافة معدنية . الميكاكولين و عبارة عن بوزولان صناعي يتم تصنيعه عن طريق عملية المعالجة الحرارية للطين الكاوليني عند درجات حرارة تتراوح بين 700- 900 م° و التي تؤدي إلى نزع الماء المرتبط كيميائياً ببنية المادة و والى تحول البنية البلورية للمادة إلى بنية غير متبلورة مشكلة من جزيئات الوميناسيلكات ذات التركيب صفائحي. هذه المادة حُضبت باهتمام متزايد من قبل الوسط العلمي نظراً لدورها الفعال في تحسين الخصائص الميكانيكية وديمومة الخرسانة لهذا، فإن الجز الأول من هذه الأطروحة خصص لدراسة تأثير إضافة هذه المادة على الخصائص الفيزيوميكانيكية للعجينة الأسمنتية والمونة الأسمنتية النتائج أظهرت تأثيراً ضعيفاً للميكاكولين على زمن اخذ الاسمنت وزيادة معتبرة في كمية الماء و الملدن المتفوق الضرورية للحصول على نفس الخصائص الريولوجية للمونة الأسمنتية و الخرسانة العادية في المقابل أظهرت النتائج تحسن معتبر للخصائص الميكانيكية للمونة الأسمنتية و الخرسانة.

فيما يخص المسائل المتعلقة بديمومة الخرسانة بالنسبة إلى بعض العوامل التي تؤدي إلى تلفها خلصت نتائج الدراسة إلى التأثير الإيجابي للميكاكولين في تقليص الانكماش جفاف والى زيادة مقاومة الخرسانة لبعض الأنواع من السلفات في المقابل أظهرت النتائج زيادة في مستوى كربنة الخرسانة ومقاومة أقل للأحماض مقارنة بالخرسانة التي لا تحتوي على الميكاكولين . دراسة البنية المجهرية للخرسانة مكنت من التعرف أكثر على آلية عمل الميكاكولين نتائج التحاليل اطهرت التأثير الإيجابي للتفاعل البوزلاني للميكاكولين في تقليص نسبة هيدروكسيد الكالسيوم و دور ذلك في تعزيز البنية المجهرية للخرسانة و الذي كان له الأثر المهم في تحسين الخصائص الميكانيكية وديمومة الخرسانة.

**كلمات مفتاحية :** الميكاكولين ; انكماش الجفاف ; خصائص ميكانيكية ; ديمومة ; إضافات معدنية ; البنية المجهرية .

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>i</b>
<b>Résumé</b>	<b>ii</b>
<b>Abstract</b>	<b>iii</b>
<b>ملخص</b>	<b>iv</b>
<b>Table des matières</b>	<b>v</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>ix</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>xi</b>
<b>Liste des abréviations</b>	<b>xix</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
 <b>CHAPITRE 1:</b>	
<b>REVUE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
<b>1.1.Introduction</b> .....	<b>4</b>
<b>1.2.Caractéristiques des metakaolin.</b> .....	<b>4</b>
2.1.Définition .....	<b>4</b>
2.2.Obtention des métakaolins. ....	<b>5</b>
2.2.1. Produit de base .....	<b>5</b>
2.2.2. Principe .....	<b>6</b>
2.2.3. Procède de calcination .....	<b>9</b>
1.2.3.1. Procède de calcination : Four rotatif ou à lit circulant .....	<b>9</b>
1.2.3.2. Procédé de calcination flash : Four Flash .....	<b>13</b>
2.3.Propriétés physiques, chimiques et minéralogiques de metakaolin. ....	<b>15</b>
2.3.1.Propriétés physiques .....	<b>15</b>
2.3.2.Composition chimique. ....	<b>16</b>
2.3.3.Composition minéralogique. ....	<b>17</b>
<b>1.3.Effet de metakaolin sur l’hydratation de ciment.</b> .....	
3.1.Réaction pouzzolanique .....	<b>18</b>
3.2.Mécanisme de réaction .....	<b>20</b>
3.3.Caractérisation de la réaction pouzzolanique des MK. ....	<b>24</b>
3.4.Influence du metakaolin sur la cinétique et le produit d’hydratation. ....	<b>28</b>
<b>1.4.Effet de metakaolin sur les propriétés physiques et mécaniques des bétons</b>	
4.1. Effet du metakaolin sur les propriétés physiques des bétons. ....	<b>30</b>
4.1.1. Maniabilité. ....	<b>30</b>
4.1.2. Consistance et temps de prise .....	<b>32</b>

4.2. Effet du metakaolin sur les propriétés mécaniques des bétons . . . . .	35
4.2.1. Résistance mécanique en compression. . . . .	35
4.2.2. Résistance mécanique en flexion. . . . .	39
4.2.3. Module d'élasticité . . . . .	41
<b>1.5.Effet de metakaolin sur la durabilité de béton . . . . .</b>	<b>44</b>
5.1. Résistance aux attaques sulfatiques. . . . .	44
5.2. Résistance à l'acide. . . . .	48
5.3. Résistance à la carbonatation. . . . .	50
5.4. Résistance à la corrosion. . . . .	53
5.5. Effet des métakaolins sur les variations dimensionnelles. . . . .	55
5.6. Perméabilité à l'air. . . . .	58
5.7. Évolution de la porosité. . . . .	61
<b>1.6.Conclusion de la partie bibliographique. . . . .</b>	<b>66</b>
 <b>CHAPITRE 2 :</b>	
<b>MATÉRIAUX, PROGRAMME EXPÉRIMENTAL ET ESSAIS UTILISÉS</b>	
<b>2.1 INRODUCTION. . . . .</b>	<b>68</b>
<b>2.2. MATÉRIAUX UTILISÉS . . . . .</b>	<b>69</b>
1.2.1. Sable . . . . .	69
1.2.2. Gravillons . . . . .	70
1.2.3. Ciment . . . . .	71
1.2.4. Metakaolin . . . . .	72
1.2.5. Adjuvants chimiques . . . . .	77
1.2.6. Eau de gâchage . . . . .	77
<b>2.3. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL. . . . .</b>	<b>77</b>
<b>1.3.1 Mélanges. . . . .</b>	<b>78</b>
1.3.1. Formulation des pâtes . . . . .	78
1.3.2. Formulation du mortier. . . . .	80
1.3.3. Formulation du béton . . . . .	82
<b>2.4. CONFECTION DU MELANGES. . . . .</b>	<b>83</b>
<b>2.5. ESSAIS RÉALISÉS . . . . .</b>	<b>85</b>
<b>1.5.1. Essais relatives à la phase I . . . . .</b>	<b>85</b>
1.5.1.1. Mesure de temps de prise et consistance de ciment. . . . .	85
1.5.1.2. Mesure de la consistance du mortier frais. . . . .	86
1.5.1.3. Mesure de la résistance à la traction par flexion. . . . .	87
1.5.1.4. Mesure de la résistance à la compression. . . . .	88
<b>1.5.2. Essais relatives à la phase II. . . . .</b>	<b>89</b>
1.5.2.1. Mesure de l'affaissement au cône d'Abrams. . . . .	89
1.5.2.2. Mesure de la masse volumique apparente. . . . .	90
1.5.2.3. Essais de compression. . . . .	91
1.5.2.4. Résistance de traction par flexion. . . . .	92
1.5.2.5. Mesure du module élastique. . . . .	93
1.5.2.6. Mesure du module élastique dynamique . . . . .	94
1.5.2.7. Auscultation sonique. . . . .	98

<b>1.5.3. Essais relatives à la phase III.</b> . . . . .	99
1.5.3.1. Mesure du retrait et gonflement. . . . .	99
1.5.3.2. Mesure de la Porosité accessible à l'eau. . . . .	101
1.5.3.3. Mesure de la perméabilité à l'air. . . . .	102
1.5.3.4. Mesure de la résistance aux acides . . . . .	103
1.5.3.5. Mesure de la résistance aux sulfates. . . . .	104
1.5.3.6. Résistivité électrique. . . . .	105
1.5.3.7. Mesure de carbonatation. . . . .	107
<b>1.5.4. Essais relatives à la phase IV.</b> . . . . .	108
1.5.4.1. Diffraction des rayons X (DRX) . . . . .	108
1.5.4.2. Observation au microscope électronique a balayage (MEB). . . . .	109
<b>2.6. Conclusion de chapitre 2.</b> . . . . .	111

**CHAPITRE 3 :**

**RÉSULTATS DE PHASE I : ÉTUDE DE PROPERITES PHYSICO -**

**MÉCANIQUE DES LIANTS ET MORTIERS AVEC SANS METAKAOLIN**

3.1.Introduction . . . . .	113
3.2.Effets de metakaolin sur le temps de prise et consistance normale. . . . .	114
3.3.Effets de metakaolin sur la demande en eau et superplastifiant. . . . .	116
3.4. Effets de metakaolin sur la demande en superplastifiant des mortiers à même consistance. . . . .	120
3.5.Effets de metakaolin sur les propriétés mécaniques de la pâte et mortier durci. . . . .	122
3.6.Effets de metakaolin sur la résistance en compression et résistance en traction par flexion de mortier durci. . . . .	125
<b>3.7.Conclusion de chapitre 2.</b> . . . . .	134

**CHAPITRE 4 :**

**RÉSULTATS DE PHASE II : ETUDE DE PROPERIT ES REHOLOGIQUE**

**ET MECANIQUE DU BETON AVEC ET SANS METAKAOLIN**

4.1. Introduction . . . . .	136
4.2. Effets de metakaolin sur les propriétés du béton frais. . . . .	138
4.3. Effets de metakaolin sur les propriétés du béton durci. . . . .	140
3.1.Résistance à la compression. . . . .	140
3.2.Résistance à la flexion. . . . .	142
4.4. Effets de metakaolin sur les propriétés dynamiques. . . . .	145
4.1.Module d'élasticité dynamique longitudinale. . . . .	145
4.2.Module d'élasticité dynamique transversale et vitesse de propagation	147
4.3.Module d'élasticité dynamique de torsion $G_D$ . . . . .	150
4.5. Effets de metakaolin sur le module d'élasticité statique. . . . .	151
<b>4.6. Conclusion de chapitre 4</b> . . . . .	153

**CHAPITRE 5 :**

**RÉSULTATS DE PHASE III : ETUDE DE DURABILITÉ DE MORTIER ET BÉTON SANS ET AVEC DU METAKAOLIN**

5.1. Introduction .....	155
5.2. Variations dimensionnelles.....	156
2.1. Retrait de séchage.....	156
2.2. Gonflement sous l'eau.....	158
5.3 Porosité a l'eau.....	161
5.4. Perméabilité à l'air.....	163
5.5. Résistance aux sulfates.....	166
5.6. Résistance aux acides.....	176
5.7. Résistivité électrique.....	183
5.8. Résistance à la carbonatation.....	186
<b>5.9. Conclusion de chapitre 5.....</b>	<b>189</b>

**CHAPITRE 6:**

**RÉSULTATS DE PHASE IV : ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DE BETON AVEC ET SANS ETAKAOLIN**

6.1. Introduction.....	191
6.2. Observations microscopiques.....	192
6.3. Diffraction des rayons X.....	196
<b>6.4. Conclusion de chapitre 6.....</b>	<b>202</b>

<b>Conclusion Générales et perspectives.....</b>	<b>204</b>
--	------------

<b>Bibliographie.....</b>	<b>208</b>
---------------------------	------------

---

# Liste des tableaux

## CHAPITRE 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 : Exemples de valeurs de masses volumiques de métakaolins issues de la littérature. ....	13
1.2 : Exemples de valeurs de surface spécifique de métakaolins issues de la littérature. ....	16
1.3 : Composition chimique typique du métakaolin. ....	16
1.4 : Exigences en composition chimique de metakaolin, d'après (ASTM C 618 -12a) [34] ..	17
1.5 : Analyse minéralogique des des kaolins (%) [37]. ....	17
1.6 : Phases minéralogique des métakaolins (% masse), d'après Janotka et al. [38]. ....	18
1.7 : Réactivité pouzzolanique de différentes pouzzolanes [27] .....	19
1.8 : Hydrates stables en fonction du rapport CH/AS <sub>2</sub> [47] .....	23
1.9 : Hydrates stables en fonction du temps [177] .....	23
1.10 : Propriétés des ciments métakaolin [59]. ....	34
1.11 : Propriétés du mortier et du béton frais contenant du métakaolin [63] .....	35
1.12 : Résistance à la compression des bétons - métakaolin [64]. ....	38
1.13 : Valeurs du module de rupture et de la ténacité pour les bétons MK [69]. ....	40
1.14 : Valeurs du module d'élasticité statique bétons pour (E /L = 0.40) [55]. ....	43
1.15 : Valeurs de perméabilité au gaz du béton pour différentes teneurs de MK [90]. ...	60
1.16 : Diamètre moyen des pores et porosité totale des pâtes de ciment avec et sans metakaolin [48]. ....	64

## CHAPITRE 2: ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

2.1 : Les caractéristiques physiques du sable. ....	69
2.2 : Les caractéristiques physiques des gravillons. ....	70
2.3 : Les analyses chimiques et physiques du ciment. ....	71
2.4 : Composition minéralogique potentielle de ciment utilise d'après la formule de Bogue [101] .....	71
2.5 : Composition chimique par fluorescence X de kaolin et du metakaolin. ....	72
2.6 : La composition chimique de superplastifiant utilise .....	77
2.7 : Compositions des pates relatives aux essais de résistances mécaniques. ....	79

---

2.8 : Compositions des pates relatives aux essais microstructurale (DRX) .....	80
2.9 : Compositions des mortiers relatifs aux essais rhéologiques. ....	81
2.10 : Compositions des mortiers relatifs aux essais de résistances mécaniques. ....	81
2.11 : Compositions des bétons relatifs aux essais de résistances mécaniques et durabilité.....	82

### **CHAPITRE 3: ANALYSE DES RÉSULTATS DE LA PHASE I**

3.1 : Temps de début et de fin de prise pour différents types des liants étudiés. ....	115
--	-----

### **CHAPITRE 4: ANALYSE DES RÉSULTATS DE LA PHASE II**

4.1 : Demande en superplastifiant, et densité de béton frais. ....	139
4.2 : Résistance a la traction par flexion et la résistance à la compression à 90 et 180 jours, en fonction de taux substitution du ciment par metakaolin .....	144
4.3 : Classe de vitesse de propagation d’ultrason de béton selon Whitehurst [135] ..	149
4.4 : Module d’élasticité estimé par différents codes. ....	153

### **CHAPITRE 5: ANALYSE DES RÉSULTATS DE LA PHASE III**

5.1 : Classe de perméabilité de béton selon Cather et al. [153]; Figg [117] .....	165
5.2 : Classes de durabilité avec les limites indicatives de la résistivité électrique (AFGC, 2004) [158] .....	185

---

# Liste des figures

## CHAPITRE 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

<b>1.1</b> : Structure de la kaolinite $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , d'après Christelle BICH [28] . . . . .	7
<b>1.2</b> : Photo micrographie électronique à balayage de la kaolinite d'après Mitchell, [30]. . . . .	7
<b>1.3</b> : Spectres d'analyses thermiques gravimétrique (TG) et différentielle de la kaolin (ATD) [33] . . . . .	8
<b>1.4</b> : Photo schématisé le fonctionnement d'un four rotatif (a), photo de four rotatif (b) [171].	10
<b>1.5</b> : Photo de four à plateaux (type Herreshoff) [172]. . . . .	11
<b>1.6</b> : Four flash de l'entreprise Malet d'après Salvador S. [100] . . . . .	12
<b>1.7</b> : Distribution granulométriques [81]. . . . .	14
<b>1.8</b> : Photo observations au microscope électronique à balayage de la structure en plaquettes des métakaolins[174] . . . . .	15
<b>1.9</b> : Synoptique des réactions d'hydratation d'une pâte ciment/metakaolin [18] . . . . .	20
<b>1.10</b> : Évolution de la teneur en portlandite en fonction du temps pour des pâtes de ciment substitué avec différentes ultrafines à différentes teneurs, d'après Poon et al. [48]. . . . .	25
<b>1.11</b> : Changement de la teneur en CH par rapport au temps de durcissement, tel que mesuré par TGA, pour le mortier métakaolin (a) et pâte (b), d'après Wild et Khatib [35] . . . . .	26
<b>1.12</b> : Evolution de la teneur en portlandite en fonction du temps d'après Firias et Cabrera [49]	27
<b>1.13</b> : Analyses thermiques différentielles d'une pâte durcie contenant 20 % de métakaolin en substitution du ciment à 1, 28 et 109 jours, d'après. Sha et al. [52]. . . . .	28
<b>1.14</b> : Effet de taux de remplacement en de ciment par du métakaolin ou de la fumée de silice sur l'affaissement, d'après Kim et al. [58] . . . . .	31
<b>1.15</b> : Effet du contenu de MK sur temps de prise initiale et finale temps de prise des mélanges de mortier, d'après Khaleel et Abdul Razak [60] . . . . .	34
<b>1.16</b> : Évolution de la résistance à la compression des mortiers de ciment, d'après Li et Ding [68]. . . . .	38
<b>1.17</b> : Évolution de la résistance à la traction par fendage de béton en fonction (%) de MK et l'âge, d'après Kim et al [58]. . . . .	40
<b>1.18</b> : Évolution de la résistance à la flexion d'une poutre en béton en fonction (%) MK d'après Qian et al [54] . . . . .	41
<b>1.19</b> : Évolution du module d'élasticité en fonction de la durée de cure pour des bétons de ciment intégrant différents taux de métakaolins, d'après Khatib et al. [71]. . . . .	43

<b>1.20</b> : Expansion des barres de mortier avec MK en fonction de temps d'exposition au sulfate de sodium pour (a) ciment portland faible C3A (b) ciments intermédiaire C3A d'après [19].....	45
<b>1.21</b> : Effet comparaison d'expansion de mortiers contenant différentes teneurs en pouzzolanes MK = métakaolins, CV = cendres volantes, d'après Bai et al. [21] . . . . .	46
<b>1.22</b> : Influence des concentrations en solution et des taux de remplacement MK des échantillons de mortier exposés aux solutions sulfate de magnésium sur : (a) Réduction de l'expansion ; (b) réduction de la résistance à la compression. [72] . . . . .	48
<b>1.23</b> : Résistance de bétons sans et avec métakaolins (10 %) dans des Solutions acides acétique (AA) et acide minéral (AM) à pH 4,5, d'après Kostuch et al [50] . . . . .	50
<b>1.24</b> : Profondeur de carbonatation de béton durci en fonction de (%) remplacement de ciment par metakaolin : MK, d'après Kim et al. [58] . . . . .	52
<b>1.25</b> : Potentiels de corrosion des échantillons de mortier immergés dans une solution de NaCl à 3,5%. , d'après Batis et al. [23] . . . . .	54
<b>1.26</b> : Diagrammes de retrait de séchage en fonction du temps de séchage des bétons témoin et avec MK ayant des rapports E/C de 0,35 et 0,55 , d'après Guneyisi et al. [85] .	56
<b>1.27</b> : Influence de la teneur en métakaolin sur le retrait endogène (MK : Métakaolins, OPC : Ciment Portland Ordinaire). d'après Brooks et al [88] . . . . .	58
<b>1.28</b> : Évolutions du coefficient de la perméabilité au gaz apparent du béton pour différentes teneurs de MK et Fumée de silice : SF , d'après Guneyisi et al. [85] . . . . .	60
<b>1.29</b> : Évolutions du coefficient de la perméabilité au gaz du béton pour différentes teneurs de MK d'après Badogiannis et al. [89]. . . . .	61
<b>1.30</b> : Influence de proportion de ciment remplacé par argile calciné sur la porosité totale d'après Gonçalves et al. [70]. . . . .	64
<b>1.31</b> : Evolution du volume poreux en fonction du temps pour des mélanges intégrant différents taux de métakaolins, d'après Khatib et al [71]. . . . .	65
<b>1.32</b> : Evolution du diamètre de pore critique en fonction de la durée de cure pour des pâtes de ciment intégrant différents taux de métakaolins d'après Khatib et al [94] . . . . .	65

**CHAPITRE2 : MATÉRIAUX, PROGRAMME EXPERIMENTALE  
ET ESSAIS UTILISÉS**

<b>2.1</b> : La courbe granulométrique du sable.....	69
<b>2.2</b> : Les courbes granulométriques des gravillons. . . . .	70
<b>2.3</b> : Spectre de diffraction des rayons X du ciment. . . . .	72
<b>2.4</b> : Carte de situation géographique du gisement de kaolin de Tamazight [102]. . . . .	73

---

<b>2.5 : Four électrique model Nabertherm utilise pour le traitement thermique (calcination) de Kaolin (université de Biskra) . . . . .</b>	<b>73</b>
<b>2.6 : Evolution de la température en fonction du temps a l'intérieur du four électrique lors de traitement thermique (calcination) de kaolin. . . . .</b>	<b>74</b>
<b>2.7 : Photo de kaolin (a) et de Metakaolin (b). . . . .</b>	<b>74</b>
<b>2.8 : Spectre de diffraction des rayons X du kaolin. . . . .</b>	<b>75</b>
<b>2.9 : Spectre de diffraction des rayons X du metakaolin. . . . .</b>	<b>75</b>
<b>2.10 : Observation au MEB des particules fines présentes dans le MK (a), et analyse EDS de muscovite (b).. . . . .</b>	<b>76</b>
<b>2.11 : Les courbes granulométriques. . . . .</b>	<b>82</b>
<b>2.12 : Mesure de temps de prise et consistance de ciment. . . . .</b>	<b>85</b>
<b>2.13 : Mesure de l'étalement pour les mortiers à l'état frais. . . . .</b>	<b>86</b>
<b>2.14 : Schéma du dispositif de charge en flexion pour les éprouvettes de mortiers. . . . .</b>	<b>87</b>
<b>2.15 : Schéma du dispositif de charge en compression pour les éprouvettes de mortiers. . . . .</b>	<b>88</b>
<b>2.16 : Mesure de l'affaissement au cône d'Abrams. . . . .</b>	<b>89</b>
<b>2.17 : Mesure de la masse volumique apparente de béton frais. . . . .</b>	<b>90</b>
<b>2.18 : Presse hydraulique. . . . .</b>	<b>91</b>
<b>2.19 : Eprouvette mise en place dans la presse hydraulique pour déterminer la résistance en traction par flexion 4 points . . . . .</b>	<b>92</b>
<b>2.20 : Eprouvette mise en place dans la presse hydraulique pour la mesure du module élasticité statique. . . . .</b>	<b>93</b>
<b>2.21 : Eprouvette équipée avec des capteurs de déplacement pour la mesure du module d'élasticité.. . . . .</b>	<b>94</b>
<b>2.22 : Montage pour mesurer la fréquence de résonance longitudinale. . . . .</b>	<b>95</b>
<b>2.23 : Montage pour mesurer la fréquence de résonance transversale.. . . . .</b>	<b>96</b>
<b>2.24: Montage pour mesurer la fréquence de résonance de torsion. . . . .</b>	<b>97</b>
<b>2.25 : Montage du dispositif de mesure le temps de propagation des onde ultrasonores. . . . .</b>	<b>99</b>
<b>2.26 : Dispositif de la mesure de retrait et gonflement .. . . . .</b>	<b>100</b>
<b>2.27: Dispositif de la mesure de la porosité du béton(balance hydrostatique). . . . .</b>	<b>101</b>
<b>2.28 : Dispositif expérimentale de mesure de la perméabilité a l'aire.. . . . .</b>	<b>102</b>
<b>2.29 : Conservation des éprouvettes et mesure de masse avant après immersion.. . . . .</b>	<b>103</b>
<b>2.30 : Conservation des éprouvettes et mesure d'allongement.. . . . .</b>	<b>105</b>

<b>2.31</b> : Principe de l'essai de résistivité électrique selon Ozkan Sengul [121] . . . . .	106
<b>2.32</b> : Montage du dispositif expérimental de mesure de la résistivité électrique . . . . .	107
<b>2.33</b> : Illustration de la méthode d'évolution de la profondeur carbonatée à l'aide d'un indicateur coloré (la phénolphtaléine). . . . .	108
<b>2.34</b> : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives. . . . .	109
<b>2.35</b> : Photo de diffractomètre de type (D8 ADVANCE) de l'université de Biskra. . . . .	109
<b>2.36</b> : Ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau [123] . . . . .	110
<b>2.37</b> : Photo de microscope électronique à balayage de l'université de Biskra. . . . .	111

### **CHAPITRE 3 : RÉSULTATS ET ANALYSE DE PHASE I**

<b>3.1</b> : Variation de l'étalement des mortiers, en fonction du taux de substitution du ciment par du metakaolin. . . . .	117
<b>3.2</b> : photo d'étalement des mortiers étudiés en fonction du taux de substitution du ciment par metakaolin. . . . .	118
<b>3.3</b> : Variation du besoin en eau des mortiers, en fonction du taux de substitution du ciment par metakaolin. . . . .	119
<b>3.4</b> : Demande en adjuvant (SP %) pour des différents mortiers en fonction du teneur de substitution du ciment par metakaolin et rapport (E/L) . . . . .	121
<b>3.5</b> : Évolution de la résistance a la compression de pates de ciment en fonction du temps et de teneur substitution de ciment par du metakaolin $E/(C+MT)=0.40$ . . . . .	124
<b>3.6</b> : Évolution de la résistance a la compression de pates de ciment en fonction du temps et de teneur substitution de ciment par metakaolin $E/(C+MT)=0.30$ . . . . .	124
<b>3.7</b> : Évolution de la résistance a la compression de pates de ciment en fonction du temps et de teneur substitution de ciment par metakaolin $E/(C+MT)=0.25$ . . . . .	125
<b>3.8</b> : Évolution de la résistance a la compression du mortier en fonction du temps, et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin pour $E/(C+MT)=0.60$ . . . . .	129
<b>3.9</b> : Évolution de la résistance a la compression du mortier en fonction du temps, et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin pour $E/(C+MT)=0.50$ . . . . .	129
<b>3.10</b> :Évolution de la résistance a la compression du mortier en fonction du temps et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin pour $E/(C+MT)=0.45$ . . . . .	130
<b>3.11</b> : Évolution de la résistance à la traction par flexion du mortier en fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin ( $E/(C+MT)=0.60$ ). . . . .	133

3.12 : Évolution de la résistance à la traction par flexion en fonction du mortier de temps et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin ( $E/(C+MT) = 0.50$ ). . . . .	133
3.13 : Évolution de la résistance à la traction par flexion du mortier en fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du metakaolin ( $E/(C+MT) = 0.45$ ). . . . .	134

## **CHAPITRE 4: RÉSULTATS ET ANALYSE DE PHASE II**

4.1 : Variation du dosage en superplastifiant en fonction du taux de substitution du ciment par du Metakaolin à même maniabilité. . . . .	139
4.2 : Évolution de la résistance à la compression du béton en fonction du temps et de taux substitution du ciment par du metakaolin. . . . .	141
4.3 : Variation de la résistance a la traction par flexion du béton en fonction du temps et de taux substitution du ciment par de metakaolin. . . . .	143
4.4 : Corrélation entre la résistance à la traction par la flexion et résistance à la compression du béton à 90 et 180 jours. . . . .	144
4.5 : Module d'élasticité dynamique longitudinal (EDL) du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7, 28,56 ,90 et 180 jours). . . . .	146
4.6 : Module d'élasticité dynamique transversal (EDT) du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7.28.56 ,91 et 180 jours).. . . . .	149
4.7 : vitesses de propagation d'ultrason du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK pour âges (28, 90 et 180 jours). . . . .	150
4.8 : Module d'élasticité dynamique de torsion (GD) du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7, 28,56 ,90 et 180 jours). . . . .	151

## **CHAPITRE 5 : RÉSULTATS ET ANALYSE DE PHASE III :**

5.1 : Évolution du retrait de séchage en fonction du (%) de substitution du ciment par du metakaolin en fonction de temps de séchage du mortier. . . . .	158
5.2 : Évolution du gonflement en fonction du (%) de substitution du ciment par du metakaolin du mortier en fonction de temps. . . . .	160
5.3 : Évolution du gain de masse en fonction du (%) de substitution du ciment par du metakaolin du mortier en fonction de temps. . . . .	161
5.4 : Évolution de la porosité du béton pour différentes teneurs de substitutions du ciment par metakaolin et pour différents âges (28,56 ,180 jours). . . . .	163

<b>5.5 :</b> Évolutions de la perméabilité à l'aire du béton pour différentes teneurs de substitution du ciment par MT et pour différents âges (28,56 ,90 jours). . . . .	165
<b>5.6 :</b> Expansion due à l'attaque par le sulfate de magnésium (5% MgSO4). . . . .	167
<b>5.7 :</b> Etats des échantillons après 180 jours exposés au 5% sulfate de magnésium. . . . .	170
<b>5.8 :</b> Expansion due à l'attaque par le sulfate de sodium (5% Na2SO4). . . . .	173
<b>5.9:</b> Etats des échantillons après 180 jours exposés au 5% au sulfate de sodium. . . . .	179
<b>5.10 :</b> Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans (0.5 % H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	179
<b>5.11 :</b> Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans (1 % H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	180
<b>5.12:</b> Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans (3% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	182
<b>5.13:</b> Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique (0,5 % H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	182
<b>5.14:</b> Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique (1 % H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	183
<b>5.15:</b> Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique (3% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) . . . . .	185
<b>5.16:</b> Résistivité électrique du béton en fonction du teneur de substitution de ciment par du metakaolin après 180 jours d'hydratation. . . . .	187
<b>5.17:</b> Profondeurs de carbonatation du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK après 3 années d'exposition à la carbonatation naturelle. . . . .	188

## **CHAPITRE 6 RÉSULTATS ET ANALYSE DE PHASE IV :**

<b>6.1 :</b> Photos de micrographies MEB des échantillons des bétons : (a) béton témoin, (b) : béton incorporant 5% de metakaolin, (C1,2) : béton incorporant 10% de metakaolin, (d1,2) : béton incorporant 15% de metakaolin ;(e) : béton incorporant 20% de MK . . . . .	196
<b>6.2 :</b> Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0) et des pâtes contenant 5% ,10%, 15% et 20 % du metakaolin ( P1 ,P2, P3 ,P4 ) après 3 jours d'hydratation. (1 : CH, 2 : C <sub>3</sub> S, 3: β-C <sub>2</sub> S, 4 :CaCO <sub>3</sub> , 5 : Quartz (SiO <sub>2</sub> ), 6 : CSH) . . . . .	198
<b>6.3 :</b> Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0) et des pâtes contenant 5% ,10%, 15% et 20 % du metakaolin après 7 jours d'hydratation. (1 : CH, 2 : C <sub>3</sub> S, 3: β-C <sub>2</sub> S, 4 :CaCO <sub>3</sub> , 5 : Quartz (SiO <sub>2</sub> ) , 6: CSH ) . . . . .	199
<b>6.4 :</b> Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul et des pâtes contenant 5% ,10%, 15% et 20 % du metakaolin après 28 jours d'hydratation. (1: CH, 2: C <sub>3</sub> S, 3: β-C <sub>2</sub> S , 4:CaCO <sub>3</sub> , 5: Quartz (SiO <sub>2</sub> ) , 6: CSH,7: <i>Ettringite (AFt)</i> , 8: <i>CAH (C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>)</i> ) . . . . .	200

---

<b>6.5</b> : Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0), et des pâtes contenant 5%, 10%, 15% et 20 % du metakaolin après 90 jours d'hydratation. (1: CH, 2: C <sub>3</sub> S, 3: β-C <sub>2</sub> S, 4:CaCO <sub>3</sub> , 5: Quartz (SiO <sub>2</sub> ), 6: CSH 7: Ettringite (AFt), 8: CAH (C <sub>4</sub> AH <sub>13</sub> ) 9: C <sub>2</sub> AS <sub>8</sub> ) . . . . .	201
<b>6.6</b> : Variation de l'intensité du pic principal de la portlandite (CH) en fonction du teneur de substitution de ciment par du metakaolin après 90 jours . . . . .	202

---

## Liste des abréviations

<b>MK</b>	Metakaolin.
<b>K</b>	Kaolin
<b>S.M.C</b>	Addition minérale
<b>FS</b>	Fumée de silice.
<b>PZ</b>	Pouzzolanes naturelles.
<b>CV</b>	Cendre volante
<b>LT</b>	Laitier de haut fourneau.
<b>FC</b>	Filler de calcaire
<b>OPC</b>	Ciment portland
<b>P0</b>	Pâte de ciment témoin
<b>P1</b>	Pâte de ciment composée de 95% CEMI 42.5+ 5% MK
<b>P2</b>	Pâte de ciment composée de 90% CEMI 42.5+ 10% MK
<b>P3</b>	Pâte de ciment composée de 85% CEMI 42.5+ 15% MK
<b>P4</b>	Pâte de ciment composée de 80% CEMI 42.5+ 20% MK
<b>MK0</b>	Mortier témoin
<b>MK5</b>	Mortier incorporant 5% de metakaolin
<b>MK10</b>	Mortier incorporant 10% de metakaolin
<b>MK15</b>	Mortier incorporant 15% de metakaolin
<b>MK20</b>	Mortier incorporant 20% de metakaolin
<b>BT</b>	Béton témoin
<b>BMK5</b>	Béton incorporant 5% de metakaolin
<b>BMK10</b>	Béton incorporant 10% de metakaolin
<b>BMK15</b>	Béton incorporant 15% de metakaolin
<b>BMK20</b>	Béton incorporant 20% de metakaolin
<b>fc</b>	Résistance à la compression
<b>ft</b>	Résistance à la traction par flexion
<b>E</b>	Module d'élasticité statique

<b>E<sub>DL</sub></b>	Module d'élasticité dynamique longitudinale
<b>E<sub>DT</sub></b>	Module d'élasticité dynamique transversal
<b>G<sub>D</sub></b>	Module d'élasticité dynamique torsionale
<b>E/C</b>	Rapport massique Eau sur Ciment.
<b>E/L</b>	Rapport massique Eau sur Liant.
<b>E/(C+MK)</b>	Rapport massique Eau sur ciment + meakaolin
<b>AS<sub>2</sub>/CH</b>	Rapport massique Metakaolin sur Hydroxyde de calcium
<b>C-S-H</b>	Silicate de calcium hydrate
<b>C-H</b>	Hydroxyde de calcium
<b>Aft</b>	Ettringite (C <sub>3</sub> A.3CaSO <sub>4</sub> .32H <sub>2</sub> O)
<b>CaO</b>	Chaux libre
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	Carbonate de calcium
<b>Ca(OH)<sub>2</sub></b>	Portlondite ou Hydroxyde de calcium
<b>CO<sub>2</sub></b>	Dioxyde de carbone
<b>MgSO<sub>4</sub></b>	Sulfate de magnésium
<b>Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	Sulfate de sodium
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	Acide sulfurique
<b>M-S-H</b>	Silicate de magnésium hydraté
<b>NaOH</b>	Hydroxyde de sodium
<b>Mg(OH)<sub>2</sub></b>	brucite
<b>CaSO<sub>4</sub></b>	Sulfate de calcium
<b>F</b>	facteur de formation du matériau
<b>SP</b>	Superplastifiant.
<b>HRWR</b>	Adjuvante haute réducteur d'eau
<b>SP %</b>	Dosage en superplastifiant exprimé en[% de poids de liant].
<b>C<sub>2</sub>S</b>	Silicate bicalcique
<b>C<sub>3</sub>A</b>	Aluminate tricalcique
<b>C<sub>3</sub>S</b>	Silicate tricalcique

---

<b>C<sub>4</sub>AF</b>	Aluminoferrite tetracalcique
<b>ATD</b>	Analyse thermodifferentielle
<b>ATG</b>	Analyse thermogravimetric
<b>MEB</b>	Microscope Electronique à Balayage
<b>DRX</b>	Diffractions de rayon X
<b>EDS</b>	Dispersion d'énergie

# Introduction générale

## 1.1 Mise en contexte et problématique

Le béton à base de ciment Portland restera probablement encore longtemps le matériau de construction de base dans le monde [1]. La diversité de ses applications et ses qualités intrinsèques font que sa demande est en constante augmentation. Il s'agit par définition d'un matériau composite, composé principalement de ciment, de granulats et d'eau ; cependant, la production d'une tonne de ciment, l'ingrédient clé du béton, génère environ une tonne de gaz à effet de serre, ce qui représente 5 à 8 % des émissions totales de dioxyde de carbone dans le monde [2-3]. La plupart de ces émissions proviennent de la décarbonatation du calcaire, nécessaire à la fabrication du clinker Portland, et de l'utilisation de combustibles fossiles pour alimenter le four à ciment, qui produit en plus des gaz carboniques, des oxydes d'azote (NOx) dont les effets sur l'environnement sont très graves. [4-5].

Pour pallier cette problématique environnementale, une des solutions prometteuses est d'utiliser du ciment composé qui réduit la teneur en clinker dans le ciment en le remplaçant par des additions minérales sans nuire la qualité des bétons. Les additions les plus couramment utilisés proviennent de sources naturelles ou de sous-produits d'autres industries tel que le laitier de haut fourneau, les fumées de silice, les cendres volantes, les cendres de balles de riz, etc. [6-8]. Les ajoutes cimentaires sont des matériaux siliceux ou silicoalumineux présentant une phase réactive ou amorphe [9-11] ils peuvent avoir des propriétés hydrauliques c'est-à-dire qu'ils s'hydratent de manière indépendante en contact avec de l'eau. Ils peuvent également présenter des propriétés pouzzolaniques, c'est-à-dire en présence d'eau ; l'addition réagit avec la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  pour former C-S-H [12]. Cette réaction est particulièrement intéressante puisque la portlandite, contribue peu à la résistance de plus une quantité élevée de Portlandite dans les pâtes de ciment, provoquerait une instabilité du béton lorsqu'elle serait exposée à la solution acide ainsi qu'à des températures élevées [6, 13, 14].

Dans ce contexte, depuis quelques années, on s'intéresse de plus en plus à l'utilisation du métakaolin (MK) comme addition dans le béton [15-18]. qui s'avère être l'une des solutions les plus avantageuses d'un point de vue environnemental [90] et économique

(grande ressource et disponible facilement). Le métakaolin est pouzzolane, de synthèse produite par calcination à des températures comprises entre 700 C° et 900 C° et constitué principalement de silice et d'alumine. Des travaux récents ont montré que l'ajout de MK dans le béton a une grande influence sur les propriétés mécaniques et sur la durabilité du béton il a été rapporté que l'utilisation de métakaolin augmenter la résistance de béton particulièrement pendant les premiers âges de l'hydratation [17,18]. En particulier, en ce qui concerne la résistance à l'attaque par les sulfates, les résultats des tests ont montré que l'expansion diminue systématiquement avec l'augmentation de la teneur en MK pour les deux types de ciment à forte et faible teneur en C<sub>3</sub>A [19]. Une autre étude a montré que le métakaolin diminuer non seulement la quantité de chaux libre, mais aussi celle des aluminates disponibles dans la solution interstitielle, combinée à cela, la densification de la matrice de ciment par le métakaolin a entraîné une réduction de sa perméabilité et une augmentation significative de sa diffusivité et la résistance du béton à la migration des ions sulfate [20]. De plus, Bai et al. [21] ont comparé l'expansion de mortiers (E/L= 0,5) contenant différentes fractions de métakaolin et de cendres volantes, immergés dans une solution de sulfates de sodium (concentration en sulfate de 16 g/l) à un an, les mortiers contenant des pouzzolanes ne présentent presque pas de variations dimensionnelles, le mortier qui présente la meilleure résistance est celui qui contient 15% de métakaolin. De plus, l'incorporation de métakaolin dans le béton a un effet très positif sur la résistance à la haute température et à la corrosion [22-23].

## **1.2 Définition et objectifs de recherche**

Ces travaux de thèse ont pour objectif est d'étudier les performances du mortier et béton, à base de ciment contenant du métakaolin, fabriqué à partir de kaolin local connu sous le nom de kaolin de tamaziert qui provient du complexe du kaolin (SOALKA) d'El Milia (wilaya de Jijel). Dans ce projet, nous avons utilisé le métakaolin comme ajout cimentaire. De façon plus précise, les recherches à mener dans le cadre de cette étude porteront sur :

- L'influence de taux d'incorporation du métakaolin sur les propriétés physico-mécaniques de pâte et de mortier, compris le temps de prise, la demande en eau et en adjuvants et performance mécaniques de pâte et mortier durci ;

- L'influence de taux d'incorporation du métakaolin sur les performances mécaniques de béton (résistance à la compression, résistance à la traction par flexion, module d'élasticité dynamique et statique) ;
- L'influence de taux d'incorporation du métakaolin sur la durabilité de mortier et bétons (retrait de séchage, porosité, perméabilité à l'air, résistance aux sulfates et acide, résistivité électrique et carbonatation) ;
- L'influence de taux d'incorporation du métakaolin sur la microstructure du béton et l'évolution des produits d'hydratation de la pâte du ciment durci dans le temps.

### **1.3 Plan du document**

La présente thèse traite tout d'abord une revue sur l'état de recherche relative au métakaolin, les caractéristiques des métakaolins, l'effet de métakaolin sur l'hydratation de ciment, et les propriétés physiques et mécaniques des bétons, l'effet de métakaolin sur la durabilité de béton.

Le deuxième chapitre (2) est consacré à l'étude expérimentale, il présente tout le programme expérimental, incluant les essais effectués pour chacune des phases du projet, les caractéristiques des matériaux utilisés, les procédures de confection des mélanges

Les chapitres (3, 4,5 et 6) sont consacrés à l'analyse des résultats de chacune des phases du programme expérimental. Finalement, les conclusions générales clôturent cette thèse en synthétisant les principaux résultats obtenus dans notre travail, ainsi que des recommandations et des perspectives de recherche.

# Chapitre 1

---

## REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

### 1.1. Introduction

La technologie de fabrication de béton et ciment au cours de ces dernières années a connu divers avancements, un de ces avancements est l'utilisation d'ajouts minéraux comme substitution partielle de ciment, et cela, pour plusieurs raisons, soit écologiques, soit économiques ou pour améliorer certaines propriétés du béton frais ou durci. Récemment, il y a intérêt croissant pour l'utilisation du métakaolin (MK) comme ajout cimentaire dans l'industrie de béton. Des travaux récents ont prouvé que l'utilisation du MK a pour effet favorable sur les propriétés mécaniques et durabilité du béton. Ils ont également aussi démontré que le béton incorporant du métakaolin présente des performances comparables aux mélanges contenant de la fume de silice en termes de résistance mécanique, perméabilité et résistance chimique.

Ce chapitre présente une synthèse bibliographique des principales connaissances sur les propriétés des bétons incorporant des métakaolins. La première partie s'attachera à préciser la « carte d'identité » des métakaolins : mode d'obtention, composition chimique et minéralogique, morphologie. Dans la seconde et la troisième partie, nous détaillerons l'hydratation des pâtes de ciment en présence de métakaolin ainsi que l'influence des métakaolins sur les différentes caractéristiques des matériaux cimentaires : propriétés rhéologiques, mécaniques et durabilité.

### 1.2. Caractéristiques des métakaolins

#### 1.2.1. Définition

Le métakaolin (MK), ou bien métakaolin à haute réactive (HRM) étant ajout cimentaire, qui est relativement nouveau dans l'industrie de la fabrication de ciment et béton, a un grand potentiel d'améliorer les performances mécaniques et durabilité de béton. Le terme "haute réactivité " est utilisé couramment dans la littérature scientifique

pour différencier de métakaolin fabriquées à partir de kaolinite blanchâtre, purifiée, activée thermiquement ou d'autres variétés des MK moins réactives obtenu par calcination d'argile pouzzolanique contenant des impuretés, qui ne peuvent pas être activé à une forme pouzzolanique à la température utilisée pour produire de métakaolin hautement réactive.

L'institut américain de béton [ACI 116R \[24\]](#), a défini le MK comme " soit une matière naturelle brute ou calcinée ayant des propriétés pouzzolaniques (Par exemple, Cendres volcaniques ou pierre ponce, chert et schistes d'opaline, tufs et quelques terres de diatomées) " conforme à la norme [ASTM C618 \[25\]](#) utilisés comme pouzzolane de classe (N) . La norme [AFNOR, NF P18-513](#) « Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons. Définitions, spécifications, critères de conformité » est parue en mars 2010 définit le métakaolin " une poudre de grande surface spécifique obtenue par calcination broyage ou broyage calcination d'une argile composée majoritairement de kaolinite. Le métakaolin est constitué principalement des particules de silicate d'alumine amorphe ayant des propriétés pouzzolaniques ; il est composé essentiellement d'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  et d'aluminium  $\text{Al}_2\text{O}_3$  réactifs. Les températures de calcination sont comprises entre  $600\text{ C}^\circ$  et  $850\text{ C}^\circ$  suivant le degré d'ordre de la kaolinite, il se produit une réaction de déshydroxylation du matériau avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une amorphisation du matériau [\[26\]](#).

Parmi les premières applications principales du métakaolin, on peut citer la construction entre 1962 et 1972 quatre barrages hydrauliques au Brésil, sur la rivière d'Amazone, qui a utilisé environ 300000 tonnes de métakaolin. Dans cet exemple, les agrégats utilisés étaient connus comme potentiellement réactifs, compte tenu des risques d'alcali-réaction [\[27\]](#). Pour prévenir les réactions alcali-granulats, mais aussi pour des considérations économiques, la décision a été prise de recourir à la substitution partielle du ciment par des métakaolins dans le béton destiné à la construction de ces ouvrages. Jusqu'à présent, aucun problème majeur n'a été signalé sur ces barrages.

## 1.2.2 Obtention des métakaolins

### 1.2.2.1 Produit de base

la kaolinite dont est issu le métakaolin est une argile naturelle, les kaolinites (éléments purs du kaolin) sont des minéraux argileux (silicates lamellaires microcristallisés) constitués par l'empilement de feuillets identiques de type 1:1, la formule structurale de la

kaolinite est  $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ . Chaque feuillet de kaolinite est constitué d'une couche de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  reliés dans un même plan par trois de leurs sommets, associée à une couche octaédrique, deux sites octaédriques sur trois étant occupés par des atomes d'aluminium : la kaolinite est un phyllosilicate dioctaédrique. La kaolinite est un minéral à  $7\text{\AA}$  formé de l'empilement d'une couche de cations tétraédriques et d'une couche de cations octaédriques. [28]

La morphologie des cristaux de kaolinite est généralement assez régulière. Ces cristaux se présentent sous la forme de plaquettes hexagonales, souvent allongées et parfois réduites des losanges, dont le diamètre du cercle inscrit est de l'ordre du micromètre et l'épaisseur de quelques centaines d'Angströms. [28]

### 1.2.2.2 Principe

Dans les conditions environnementales normales, le kaolin est assez stable. Cependant, lorsqu'il est chauffé à des températures de  $650\text{-}900\text{ }^\circ\text{C}$ , le kaolin perd 14% de sa masse en ions hydroxyles liés. Ce traitement thermique entraîne une destruction de la structure cristalline initiale du kaolin selon l'équation (1) [95-96]. Les résultats de cette déshydroxylation, une phase de transition hautement réactive appelée métakaolin (kaolinite calcinée). Sa composition stœchiométrique est de type :  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_{0,24}$ . La température de calcination dépend du degré de pureté en kaolin. Le MK est une pouzzolane amorphe, avec quelques propriétés hydrauliques latentes, qui est bien adaptée pour une utilisation en tant qu'addition minérale. [29]



Avec :

x : est le coefficient de déshydroxylation

L'analyse thermique différentielle (ATD) est un des moyens les plus utilisés pour détecter les transformations thermiques d'un matériau qui met en évidence tous les phénomènes s'effectuant avec une variation d'énergie. Cette courbe met en évidence plusieurs phénomènes : 1) De  $20\text{ }^\circ\text{C}$  à  $100\text{ }^\circ\text{C}$  : nous remarquons que la courbe décroît est due à l'évaporation de l'eau ; 2) De  $100\text{ }^\circ\text{C}$  à  $480\text{ }^\circ\text{C}$  : on peut observer un palier, la poudre reste dans son état sans subir de transformation ; 3) De  $480\text{ }^\circ\text{C}$  à  $600\text{ }^\circ\text{C}$  : On observe un pic correspondant à la déshydroxylation du kaolin (les hydroxyles structuraux sont éliminés de

la kaolinite). 4) De 600°C à 940°C : Nous avons de nouveau un palier, donc entre ces températures il n’y a pas de transformation. 5) De 940°C à 1000°C : On observe un pic qui représente la transformation du métakaolin en mullite (inerte) ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) [ 33].

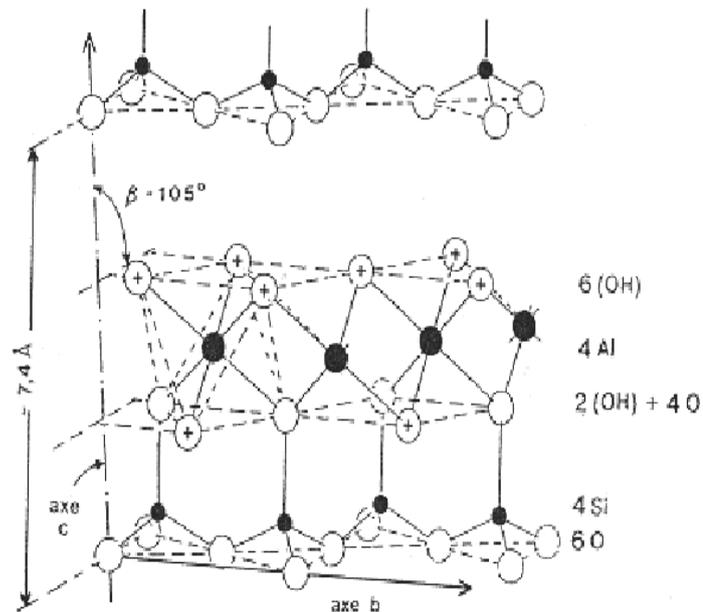


Figure 1.1 : Structure de la kaolinite  $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ , d’après Christelle BICH [28]

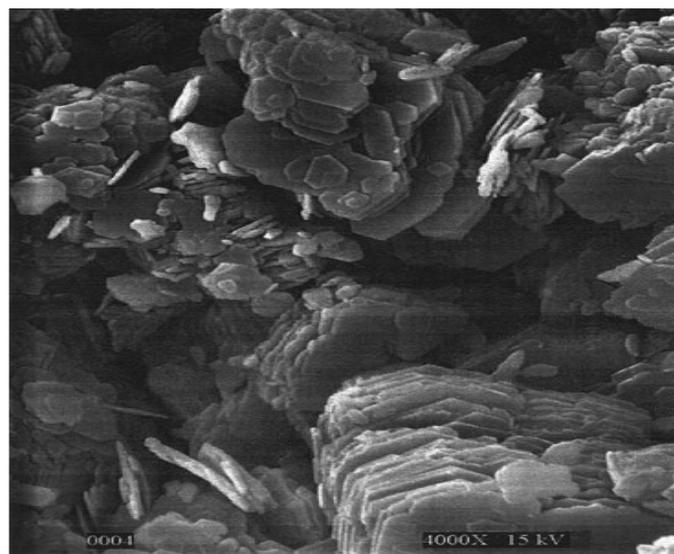
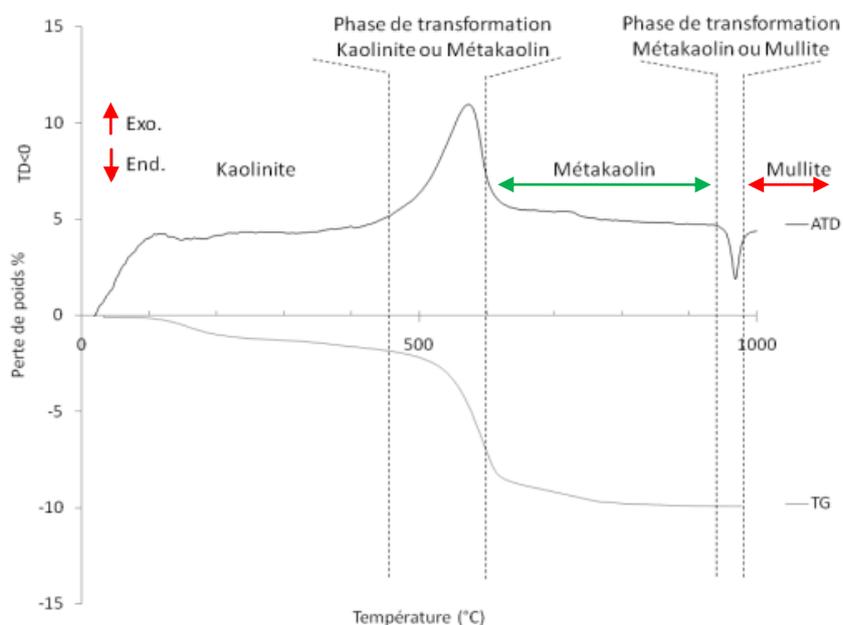


Figure 1.2 : Photo de micrographie électronique à balayage de la kaolinite d’après Mitchell [30]



**Figure 1.3 :** Spectres d'analyses thermiques gravimétrique (TGA) et différentielle de la kaolin (ATD) [33]

Le traitement thermique, ou la température de calcination joue un rôle primordial dans la réactivité du métakaolin produit. [Badogiannis et al. \[31\]](#) ont conclu que le traitement thermique à 850 C° pendant 3 h, est efficace pour transformer le kaolin à haute teneur en alunite ( $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$ ) en métakaolin. De même, [Ramezianpour et al. \[32\]](#) ont étudié la température optimale et le temps de calcination pour produire du métakaolin à partir de trois kaolins différents. Ils ont trouvé que pour une température comprise entre 750 C° et 850 C° et pour une durée de calcination une heure, est suffisante pour obtenir de MK de performance désirée, tandis que pour des températures inférieures à 750C° l'augmentation de la durée de calcination de 1 à 2 heures entraîne une augmentation de la réactivité. Pour des températures d'activation optimale (de 750 C° à 850 C°), et lorsque la durée de calcination passe de 1 à 2 heures [Ramezianpour et al \[32\]](#) ont remarqué qu'aucune amélioration significative n'a été observée pour la résistance à la compression et la déshydroxylation des kaolins. De plus, ont constaté que la réactivité de MK diminue avec l'augmentation de la durée de calcination à ces températures. [Bensted et al. \[29\]](#) ont étudiés,

la température optimale pour l'activation thermique de différents types de kaolin, ont signalé qu'au-dessus de 850C° la récrystallisation de métakaolin commence et leur réactivité diminue, car le kaolin commence à se transformer en matériaux céramiques relativement inertes, comme le spinelle, la silice et la mullite.

### **1.2.2.3 Procède de Calcination**

Métakaolin peut être produit par deux méthodes, calcination traditionnelle et calcination flash

#### **1.2.2.3.1. Procède de Calcination : traditionnelle (Four rotatif ou à lit circulant)**

La calcination traditionnelle est dite lente, car le plateau de température dure en général plusieurs heures (cinq heures environ pour la transformation du kaolin en métakaolin).

##### **a) Les fours rotatifs. [28]**

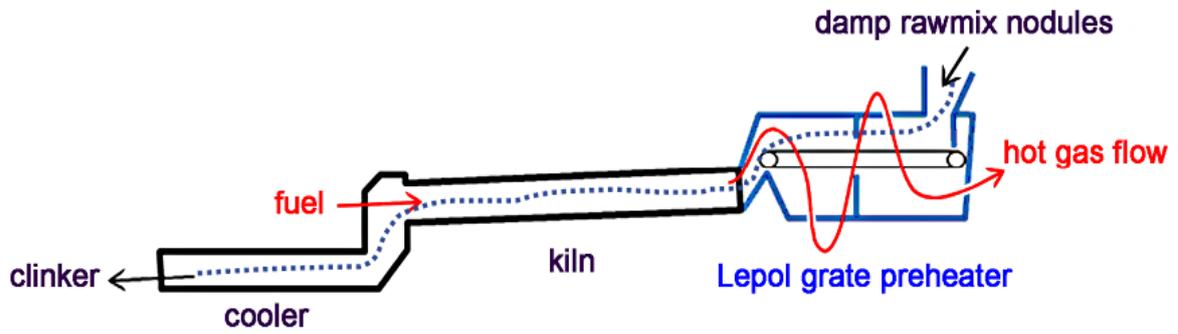
Les fours rotatifs sont les plus utilisés dans l'industrie cimentière. Ces fours nécessitent un broyage de la matière à l'entrée. Ils font de 60 à 90 m de longueur et 4 à 5 m de diamètre. Le cylindre en acier est recouvert d'un revêtement intérieur réfractaire, incliné sur l'horizontale de quelques degrés en tournant autour de son axe. La rotation et l'inclinaison font que la matière progresse suivant l'axe. Ces fours nécessitent plusieurs heures avant d'être à température pour la calcination.

##### **b) Les fours à plateaux [28]**

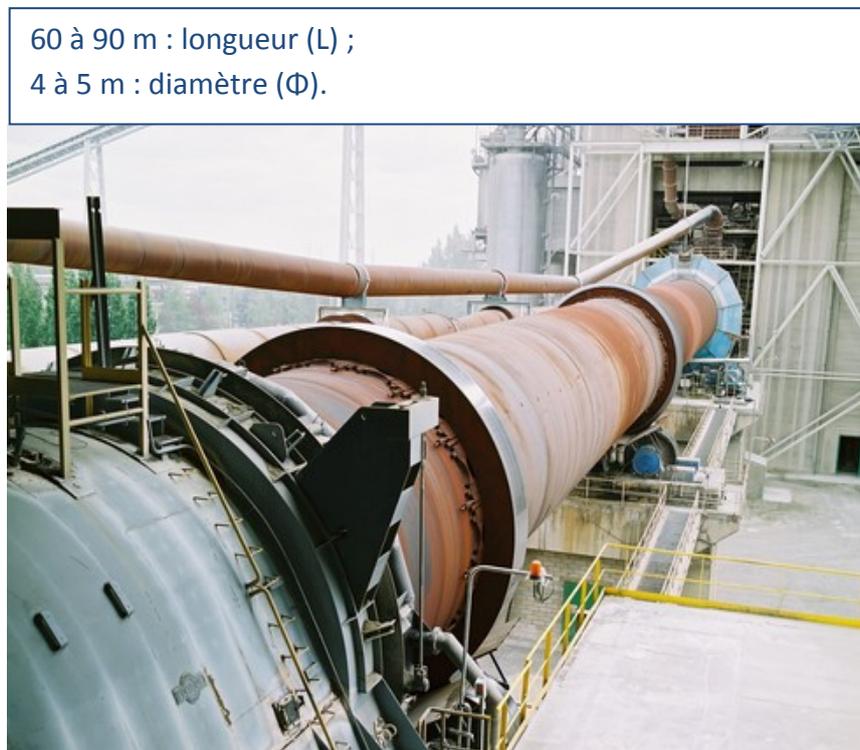
Les fours à étages sont constitués d'une série de plateaux que les matériaux parcourent en descendant. Ces fours travaillent à contre-courant : les matériaux descendent tandis que les gaz montent. Il a donc un bon rendement thermique. C'est une technique assurant une bonne calcination, mais qui manque de flexibilité. En effet, elle présente une inertie très grande et exige des temps de séjour assez longs. Ces types de fours (NESA Belgique) ont commencé à se développer avec les techniques d'incinération de boues et de déchets industriels. Ces fours sont constitués d'un cylindre vertical en acier et d'une couche de matériaux réfractaires. Les matériaux entrent dans le réacteur en haut de la tige, descendent le long du tube et passent au travers de la série de foyers. Les cendres sont

déchargées en bas du four. C'est un procédé qui permet d'obtenir une bonne stabilité des paramètres et un produit calciné très réactif.

(a)



(b)



**Figure 1.4 :** Photo schématisé le fonctionnement d'un four rotatif (a), photo de four rotatif (b) [171]

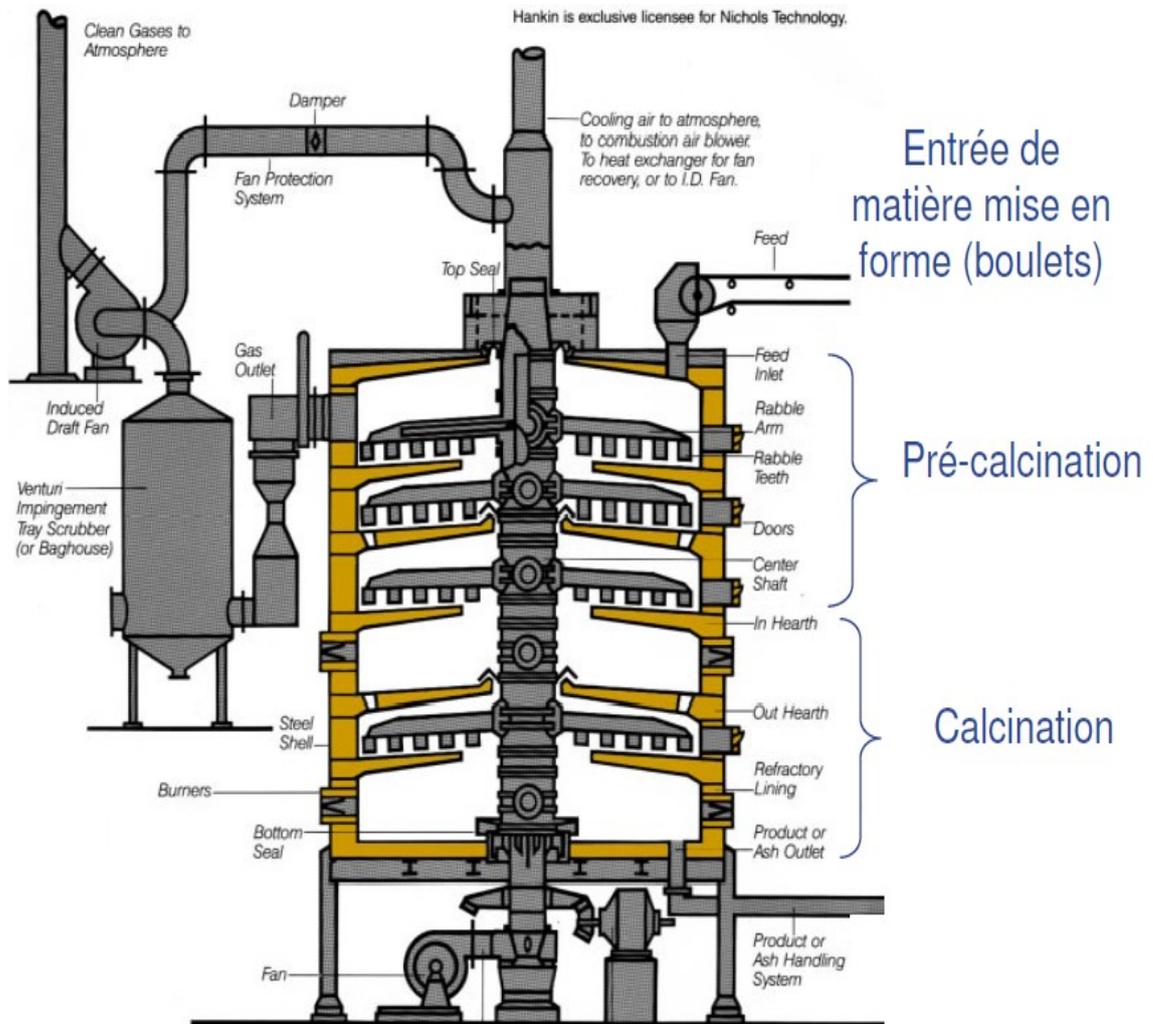


Figure 1.5 : Four à plateaux (type Herreshoff) [172]

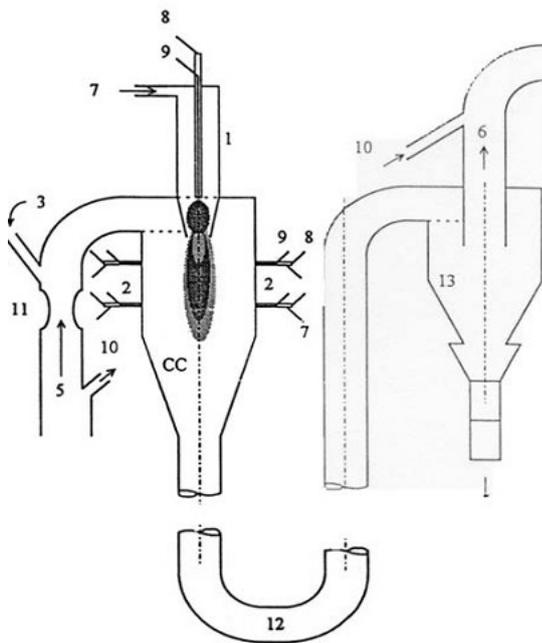
1.2.2.3.2. Procédé de calcination flash [28] : Four Flash

La calcination flash offre de larges possibilités dans le traitement industriel de matières minérales. La nature des poudres utilisées (taille de la particule forme, densité...), les transformations chimiques et minéralogiques subies pendant la calcination flash visant à obtenir des modifications de la structure chimique, varient considérablement et exigent des installations différentes. Contrairement aux fours traditionnels, les fours flash sont des

installations qui permettent de générer des flux d'air circulant habituellement entre 10 et 20 m/s<sup>-1</sup>, permettant ainsi d'atteindre un traitement thermique de précision.

Le temps de séjour des matériaux à l'intérieur de la zone de calcination est réduit à quelques secondes. Ceci confère au procédé une souplesse de réglage exceptionnelle et une excellente conduite

Il existe plusieurs installations de ce type, telles que le four flash du laboratoire de l'université d'Exeter [97], celui de Comessa [98-99] et celui de l'entreprise Malet [100], tous ces fours étant des fours pilotes.



(1) brûleur axial, (2) six brûleurs perpendiculaires, (3) introduction des particules de kaolin, (4) récupération de la poudre calcinée, (5) arrivée d'air secondaire, (6) séparation des particules avec les gaz chauds, (7) arrivée d'air primaire, (8) arrivée d'air pulvérisé, (9) fuel, (10) arrivée d'air en parallèle, (11) venturi, (12) tuyau de refroidissement, (13) cyclone de séparation, (CC) chambre de combustion.

**Figure 1. 6 :** Photo de four flash de l'entreprise Malet, d'après Salvador S. [100].

### 1.2.3. Propriétés physiques, chimiques et minéralogiques de métakaolin

#### 1.2.3.1. Propriétés physiques

##### 1.2.3.1.1. Masse volumique

Les valeurs moyennes des masses volumiques des métakaolins rapportées dans la littérature sont présentées dans tableau 1.1. Ces valeurs peuvent fluctuer entre (2,4 et 2,6) en fonction de la composition minéralogique de la roche mère, mais également en fonction du mode de fabrication des métakaolins. En effet, les traitements thermiques entraînent une profonde modification de la composition minéralogique et de la morphologie des particules. Selon les travaux de Measson [173], la température maximale du traitement thermique des métakaolins est également un facteur influençant la masse volumique

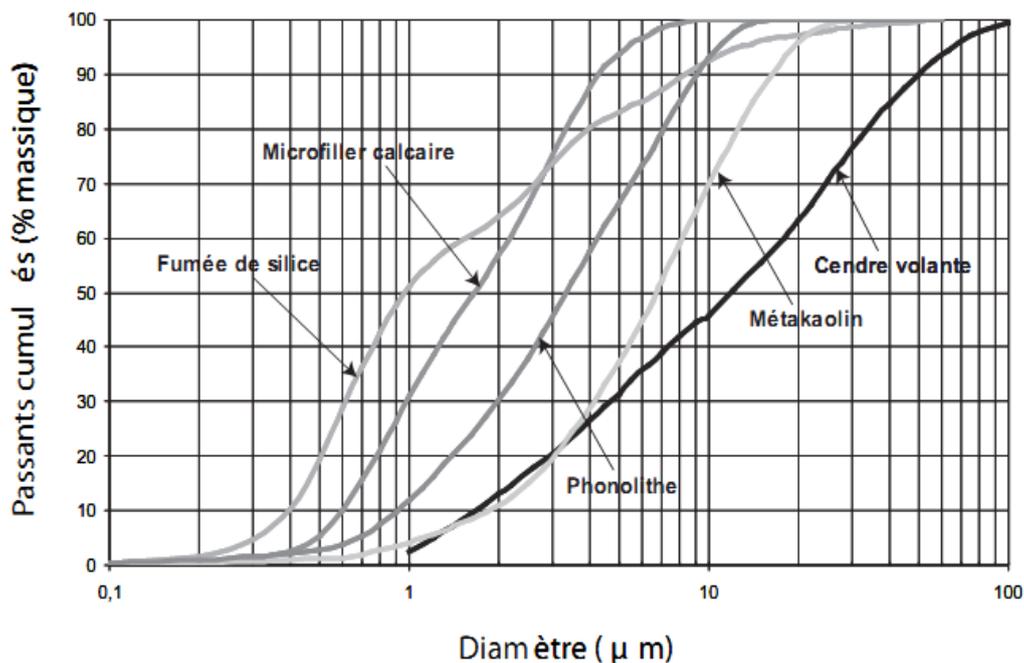
**Tableau 1.1** : Exemples de valeurs de masses volumiques de métakaolins issues de la littérature.

Auteurs	Masses volumiques (Kg/dm <sup>3</sup> )
Poon et al [48]	2.6
Tafraoui et al [36]	2.5
Mindes et al [39]	2.4

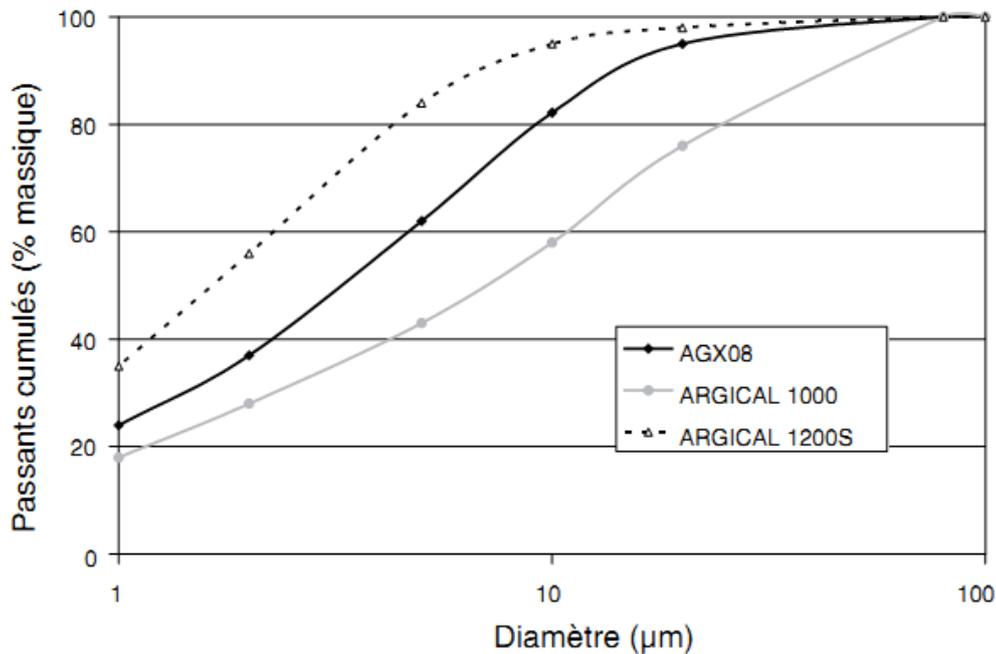
##### 1.2.3.1.2. Granulométrie

Les particules de métakaolin ont une granulométrie comprise entre celle des ciments et celle des fumées de silice. Les études bibliographiques concernant les granulométries des poudres minérales ont montré que le diamètre moyen des métakaolins est de l'ordre d'un à une vingtaine de  $\mu\text{m}$ , le métakaolin contient plus de fines que le ciment et moins que les fumées de silice [33]. Pour cela, une substitution d'une partie du ciment par le métakaolin peut être intéressante pour améliorer le squelette et diminuer la taille des pores de la matrice cimentaire.

Les courbes présentées sur la Figure 1.7 présentent les distributions granulométriques de différentes ultrafines, tels que le métakaolin, la cendre volante, les fumées de silice ainsi que les distributions granulométriques de trois métakaolins différents déterminées à partir de la mesure de passants cumulés.



a) Distributions granulométriques d'ultrafines *Rougeau et al [81]*.

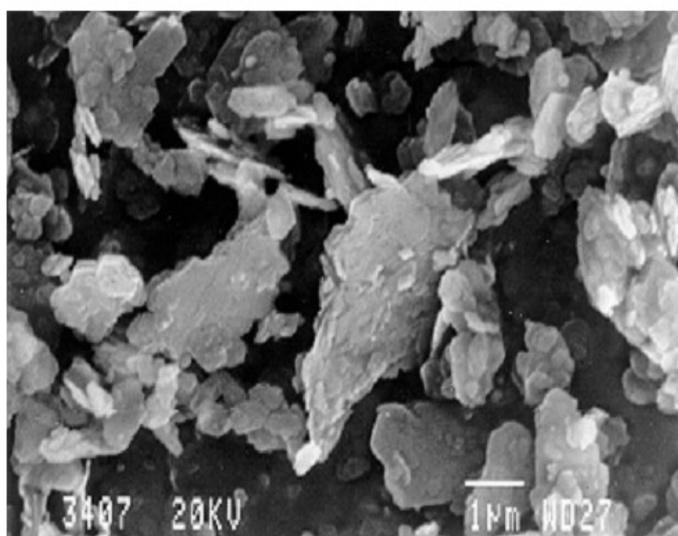


b) Distributions granulométriques de trois métakaolins.

Figure 1.7 : Distribution granulométriques [81]

### 1.2.3.1.3. Morphologie du métakaolin

Diverses études ont été effectuées à l'aide de microscope électronique à balayage (MEB) sur la forme des particules de métakaolin montrent que les particules de métakaolin sont ordinairement proche de la morphologie de la kaolinite de départ, cette dernière se présentant sous forme de feuillets hexagonaux, accolées les uns aux autres et d'une épaisseur de quelques Angströms . Il aussi important de noter que des l'altération notable que nous pouvons observer est certainement la conséquence du broyage qui intervient après la phase de déshydroxylation dans le processus de calcination habituel [33]



**Figure 1.8 :** Observations au microscope électronique à balayage de la structure en plaquettes de métakaolin, d'après. [174]

### 1. 2.3.1.4. Surface spécifique

La surface spécifique désigne la superficie réelle de la surface développée par une particule. Elle s'exprime en  $m^2/g$ . En génie civil, nous utilisons en général la technique Blaine pour déterminer la surface spécifique. Cependant, pour les poudres très fines la méthode de mesure des surfaces spécifiques la plus utilisée est la méthode BET. La surface spécifique des métakaolins est de l'ordre d'une dizaine de  $m^2/g$  (tableau 1.2). Les différences de valeurs de surface spécifique entre les métakaolins s'expliquent par des différences de granulométrie, de morphologie et de texture des particules.

**Tableau 1.2 :** Exemples de valeurs de surface spécifique de métakaolins issues de la littérature.

Auteur	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)
Poon et al [48]	12.68
Khatib et al [71]	12.0
Courard et al [65]	8.90

### 1.2.3.2. Composition chimique

Comme le principal constituant de tout, les métakaolins sont kaolin, les métakaolins sont composés principalement de l'oxyde de silicium (entre 50 et 55 %) et de l'oxyde d'aluminium (entre 40 et 45 %). et d'autres composantes secondaires telles que l'oxyde ferrique, l'oxyde de calcium, l'oxyde de magnésium, l'oxyde de potassium, etc. Des exemples de compositions chimiques de métakaolin tirés de la littérature sont présentés dans le tableau 1.3.

De plus et pour que le métakaolin soit classé dans la classe N (pouzzolane naturelle brute ou calcinée). Le métakaolin doit aussi satisfaire aux certaines exigences chimiques telle que définie par la norme ASTM C618-12a [34], “*Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for use in Concrete*”, (Tableau 1.4).

**Tableau 1.3 :** Composition chimique typique du métakaolin

Composition (%)	Ambroise et al [16]	Wild et Kkatib [35]	Tafraoui et al [36]
SiO <sub>2</sub>	51.52	52.1	85.10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40.18	41.0	35.14
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.23	4.32	1.21
CaO	2.00	0.07	1.15
MgO	0.12	0.19	0.20
K <sub>2</sub> O	0.53	0.63	1.05
SO <sub>3</sub>	-	-	0.03
TO	2.27	0.81	-
Na <sub>2</sub> O	0.08	0.26	0.07
L.O.I	2.01	0.60	1.85

**Tableau 1.4** : Exigences en composition chimique de métakaolin , d'après (ASTM C 618 -12a) [34]

Article	Classe		
	N	F	C
Dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) plus oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) plus oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), min, %.	70	70	50
Trioxyde de sulfure ( $\text{SO}_3$ ) max, %.	4.0	5.0	5.0
Teneur en humidité max, %.	3.0	3.0	3.0
Perte au feu (P.A.F) max, %.	10	6.0	6.0

### 1.2.3.2. Composition minéralogique

La composition minéralogique des métakaolins dépend de la composition chimique de la roche mère du matériau (kaolin) et de son parcours thermodynamique : Traitements thermiques (calcination, déshydroxylation), traitements chimiques, transport par voie humide. Le kaolin est généralement riche en kaolinite et de quartz, plus d'autres composants minéraux secondaires le feldspath, le mica et la calcite. [Badogiannis et al. \[37\]](#) rapporte l'analyse minéralogique du kaolin grec (K) et du kaolin commercial (KC) l'estimation semi-quantitative minéralogique de K et KC sont données dans le tableau 1.5.

[Janotka et al. \[38\]](#) ont rapporté les phases minéralogiques de métakaolin s slovaque connue sous le nom métakaolin sableuse (pauvre en métakaolin ite) (Tableau 1.6). Les métakaolins sont composés principalement du métakaolin ite (entre 31 et 40 %), de muscovite (entre 23 et 31 %), de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) (entre 7 et 13 %), le reste est illite, albite et feldspath

**Tableau 1.5** : Analyse minéralogique des kaolins (%) [37]

kaolins	Kaolinite	Alunite	Quartz	Illite
KC	96	-	-	3
K	56	5	41	-

**Tableau 1.6** : Phases minéralogique des métakaolins (% masse), d'après Janotka et al. [38]

Métakaolin s	Métakaolin ite	Quartz	Illite	Albite et feldspath	Muscovite
MK-1	36.00	21.85	6.93	4.23	31.00
MK-2	31.50	31.10	9.69	4.62	23.01
MK-3	40.00	18.11	6.18	3.82	31.90

### 1.3. Effet de métakaolin sur l'hydratation de ciment

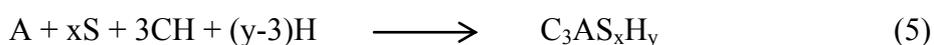
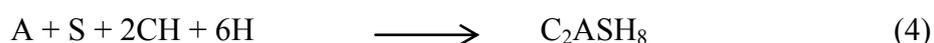
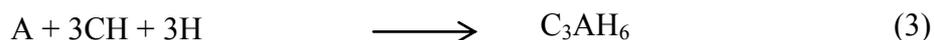
#### 1.3.1. Réaction pouzzolanique

L'incorporation des ajouts minéraux dans le mortier et le béton et indépendamment de leur réactivité pouzzolanique peut conférer certains avantages [181-190]. En effet, les petites particules d'ajouts minéraux peuvent s'insérer entre les grains de ciment, permettant un remplissage plus efficace de la pâte de ciment, ce qui a pour conséquence une réduction du phénomène de ressuage. Par ailleurs, la diminution de la taille moyenne des pores capillaires peut diminuer dans certains cas le besoin en eau si les particules des ajouts minéraux ont de formes sphériques [39]. De même, un meilleur remplissage de l'interface pâte/granulat permet d'obtenir une zone de transition plus fine et plus dense et une microstructure plus homogène [15]. De plus, les petites particules d'ajouts minéraux ont une grande surface totale, et agissant ensemble qui entraîne une augmentation de leur réactivité.

Les réactions pouzzolaniques correspondent à un ensemble de réactions chimiques de dissolution-recristallisation en milieu aqueux favorisées lorsque le matériau possède une surface spécifique importante. Le métakaolin est considéré comme un matériau pouzzolanique car il possède l'aptitude de se combiner avec l'hydroxyde de calcium (CH) en présence d'eau. La partie siliceuse des pouzzolanes effectue la réaction suivante avec l'hydroxyde de calcium présent dans la matrice cimentaire réaction (2), cette réaction s'appelle la réaction pouzzolanique [175]. Cette réaction produit des hydrates responsables de la prise de la matrice, c'est ce que nous appelons habituellement la prise pouzzolanique.



Cependant, comme le métakaolin contient aussi une partie aluminium, d'autres réactions sont possibles selon les équations (3), (4) et (5). Ces réactions, comme la réaction pouzzolanique, produisent des hydrates différents.



La réactivité pouzzolanique de métakaolin par la mesure de la quantité d'hydroxyde de calcium consommée. [Andriolo et al. \[27\]](#) ont utilisé l'essai «Chapelle » pour la comparaison de la réactivité pouzzolanique de différentes pouzzolanes (Tableau 1.7). Les résultats obtenus ont montré que les métakaolins possèdent une réactivité pouzzolanique supérieure aux autres pouzzolanes testées.

**Tableau 1.7 : Réactivité pouzzolanique de différentes pouzzolanes [27]**

<b>Matériau</b>	<b>Réactivité pouzzolanique (mg de Ca(OH)<sub>2</sub> /g de matériau)</b>
Bauxite calcinée	534
Fumée de silice	427
Laitiers de hauts fourneaux	300
Cendres Volantes	875
Métakaolins	1000

### 1.3.2. Mécanisme de réaction

La réaction chimique en milieu aqueux entre la chaux et la métakaolinite se fait selon un double processus de dissolution-précipitation [41]. La Figure 1.9 présente un résumé des diverses réactions possibles décrites par la bibliographie [35 42,43] dans une matrice avec métakaolin nous pouvons les séparer en quatre étapes.

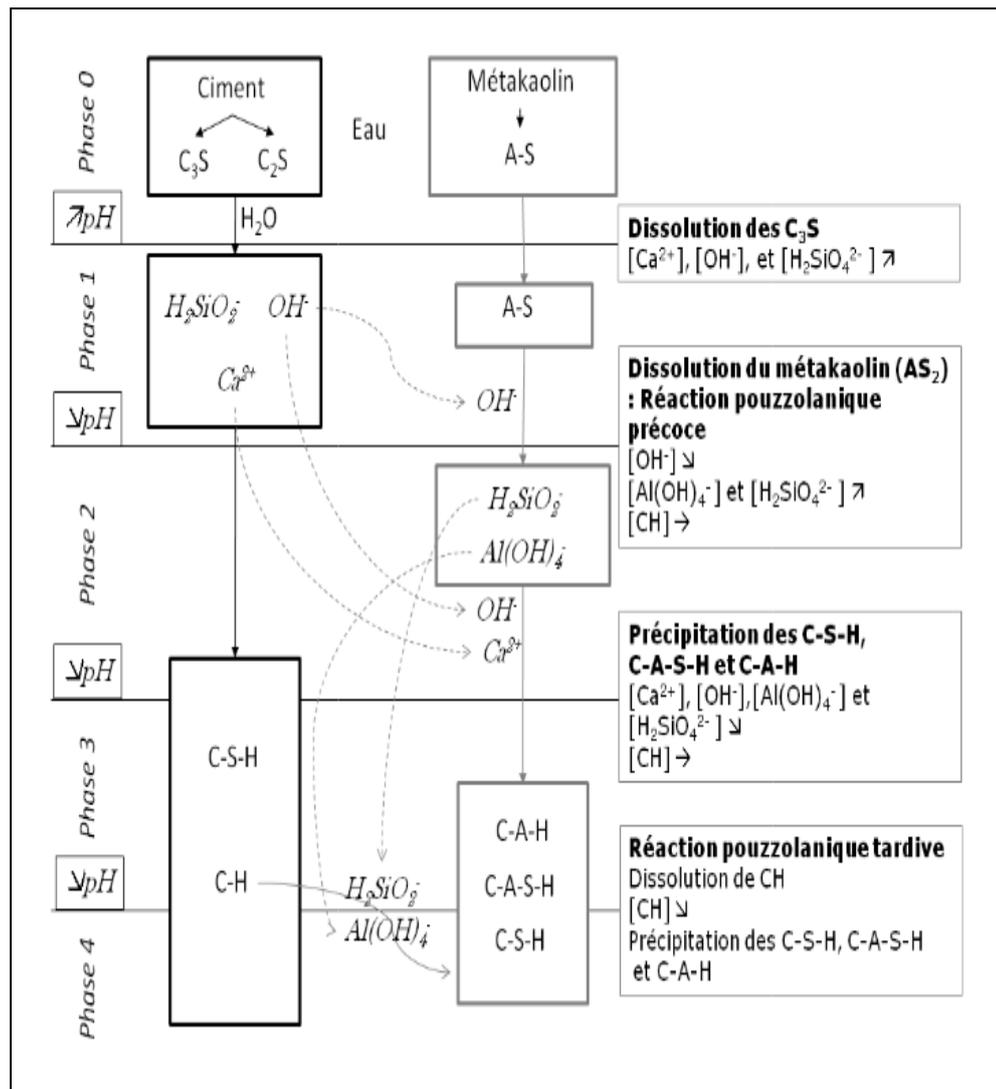


Figure 1.9 : Synoptique des réactions d'hydratation d'une pâte ciment/métakaolin [35]

Dissolution par réaction hydroxylique de la pouzzolane en milieu basique. (Phase 0 et Phase 1 de la Figure 1.9) Sursaturation de la solution en ions aluminates et silicates de calcium (Phase 2 de la Figure 1.9) Germination et précipitation d'hydrates tels que C-S-H, C-A-H, C-A-S-H (Phase 3 de la Figure 1.9) Croissance des hydrates (Phase 4 de la 1.9).

### 1.3.2.1. Dissolution (Phase 1 à 2)

La dissolution se fait par hydroxylation de la pouzzolane. Cette réaction a lieu en milieu basique et est assurée par les ions hydroxydes provenant de la dissolution d'hydroxyde de calcium. Cette dissolution est à la fois celle de la partie siliceuse, mais aussi de la partie alumineuse du métakaolin.

#### a. Dissolution de la silice :

D'après Bulteel [44], la dissolution de la silice est due à une réaction topo chimique à la surface de la pouzzolane. Elle serait provoquée par une augmentation de la coordination de l'atome de silicium à la surface, par l'absorption d' $\text{OH}^-$ . Ceci affaiblirait la liaison oxygène de cet atome. Cette réaction conduirait à la rupture des liaisons siloxanes et à la formation de groupes silanols (transformation des atomes de silicium de structure chimique Q4 en Q3 [45]).

#### b. Dissolution de l'aluminium :

L'aluminium est soluble dans des solutions très acides ( $\text{pH} < 4$ ) ou très basiques ( $\text{pH} > 11$ ), ce qui est le cas dans une matrice cimentaire. L'équation générale de la dissolution du métakaolin est la suivante [46] :



### 1.3.2.2. Précipitation (Phase 2 à 3)

La concentration en ions  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  et  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$ , produits de l'équation (6), augmente et atteint le produit de solubilité de plusieurs silicates et aluminates de calcium hydratés (C-A-S-H), d'où une précipitation de ces produits. Cependant, cette réaction peut être limitée dans certaines conditions l'excès en hydroxyde de Calcium : ce phénomène se produit lorsque la solution contient plus d'ions calcium que d'hydrates, et que la vitesse de précipitation de ces hydrates est supérieure à la vitesse de dissolution de la pouzzolane. Ainsi des hydrates silico et Alumine calcique précipitent sur les grains de pouzzolane. Ces hydrates se présentent, soit sous forme de cristaux, soit sous forme de gels avec des stœchiométries relativement constantes [47].

A terme, les hydrates qui précipitent sur les grains de pouzzolane forment une couche qui « isole » le grain de pouzzolane de la solution, et conduit à un blocage cinétique de la réaction si cette couche n'est pas éliminée [47]. Excès de pouzzolane et sous-saturation en hydroxyde de calcium : le pH diminue rapidement, bloquant la dissolution de la pouzzolane [47]. Ainsi, au fur et à mesure de la réaction, une couche d'hydrates se forme à la surface des grains de pouzzolane et finit par la recouvrir entièrement. Cette couche ralentit alors la cinétique de la réaction en diminuant l'effet de dissolution.

### 1.3.2.3. Les hydrates formés (Phase 3 à 4)

De nombreuses études ont été menées sur le système ciment/métakaolin à 20°C [49] [176]. Elles sont toutes en accord sur certains points tels que la formation de :

- ✓  $C_4AH_{13}$ , aluminat tétracalcique hydraté,
- ✓  $C_3AH_6$ , hydrogrenat
- ✓  $C_2ASH_8$  strätlingite
- ✓ Gel silico calcique hydraté, C-S-H

De nombreuses études ont été menées sur les hydrates formés de la réaction pouzzolanique du métakaolin dans la matrice cimentaire ont montre que les hydrates formés dépendent du rapport CH/AS<sub>2</sub>. Murat et al [40] proposent une écriture des réactions pouzzolaniques des métakaolins selon le rapport CH/AS<sub>2</sub>.



Certains de ces hydrates sont stables au cours du temps, d'autres moins, tels que les gels silico calciques. Ces hydrates peuvent être classés soit en fonction de leur rapport CH/AS<sub>2</sub>, comme l'a proposé De Silva [47] à l'échéance de 90j (Tableau 1.8 et Tableau 1.9).

Tableau 1.8 : Hydrates stables en fonction du rapport CH/AS<sub>2</sub> [47]

Rapport CH/AS <sub>2</sub>	0.4<CH/AS <sub>2</sub> <1.5	1.75<CH/AS <sub>2</sub> <6
Hydrates présent à 90 j	C <sub>2</sub> AH <sub>8</sub> , C-S-H	C <sub>2</sub> AH <sub>8</sub> , C-S-H , C <sub>4</sub> AH <sub>13</sub>

Tableau 1.9 : Hydrates stables en fonction du temps [177]

Echéances (jours)	J<7	7<J<28	28<J
Hydrates formés Dans les conditions suivantes 7<CH/AS <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> AH <sub>12</sub> ,C <sub>2</sub> AH <sub>y</sub>	C <sub>4</sub> AH <sub>12</sub> ,C <sub>2</sub> AH <sub>y</sub>	C <sub>3</sub> AS <sub>0.3</sub> H <sub>5.4</sub> ,C <sub>2</sub> AH <sub>y</sub>

La réactivité des métakaolins peut être influencée par plusieurs paramètres tels que :

- ✓ leurs caractéristiques chimiques : composition chimique, composition minéralogique, degré de cristallinité ;
- ✓ de la pureté de la kaolinite initiale : les impuretés agissent comme des « diluants » ; [Andriolo et al. \[27\]](#) relatent que la résistance mécanique de bétons incorporant des métakaolins diminue quand le taux d'impuretés dans les métakaolins augmente ;
- ✓ du processus thermique d'obtention : température de calcination, durée... ;
- ✓ de leur traitement post-calcination : broyage, des agglomérations, tamisage... ;
- ✓ de la morphologie des particules obtenues : forme, degré d'agglomération, surface externe, surface totale, porosité intragranulaire.

### 1.3.3. Caractérisation de la réaction pouzzolanique des métakaolin

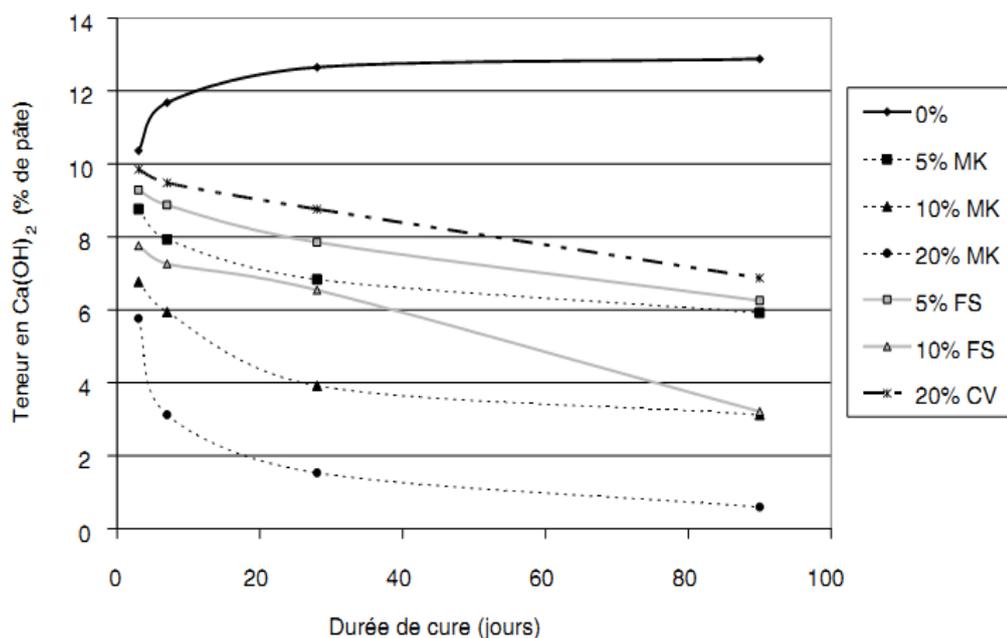
L'évolution de la réaction pouzzolanique du métakaolin peut être suivie par la diminution de la teneur en hydroxyde de calcium dans un échantillon de pâte, de mortier ou de béton, ou encore par l'évaluation de la densification de la matrice cimentaire (mesure de la résistance mécanique en compression ou de la distribution de la taille des pores).

Poon et al. [48] ont mesuré la teneur en hydroxyde de calcium de pâtes contenant différents taux de substitution en métakaolins, fumée de silice ou cendres volantes (Figure 1.10). Les métakaolins sont les pouzzolanes qui diminuent le plus la teneur en portlandite. Cet effet est particulièrement marqué les premiers jours de cure, du fait des réactions pouzzolaniques précoces. Comparativement à la fumée de silice pour un même taux de substitution, les métakaolins consomment deux fois plus de portlandite. Les cendres volantes, même à un taux de substitution de 20 % diminuent peu la teneur en portlandite. Les teneurs en hydroxyde de calcium obtenues avec cette addition sont plus importantes que celles en présence de fumée de silice ou de métakaolins, quel que soit le taux de substitution considéré.

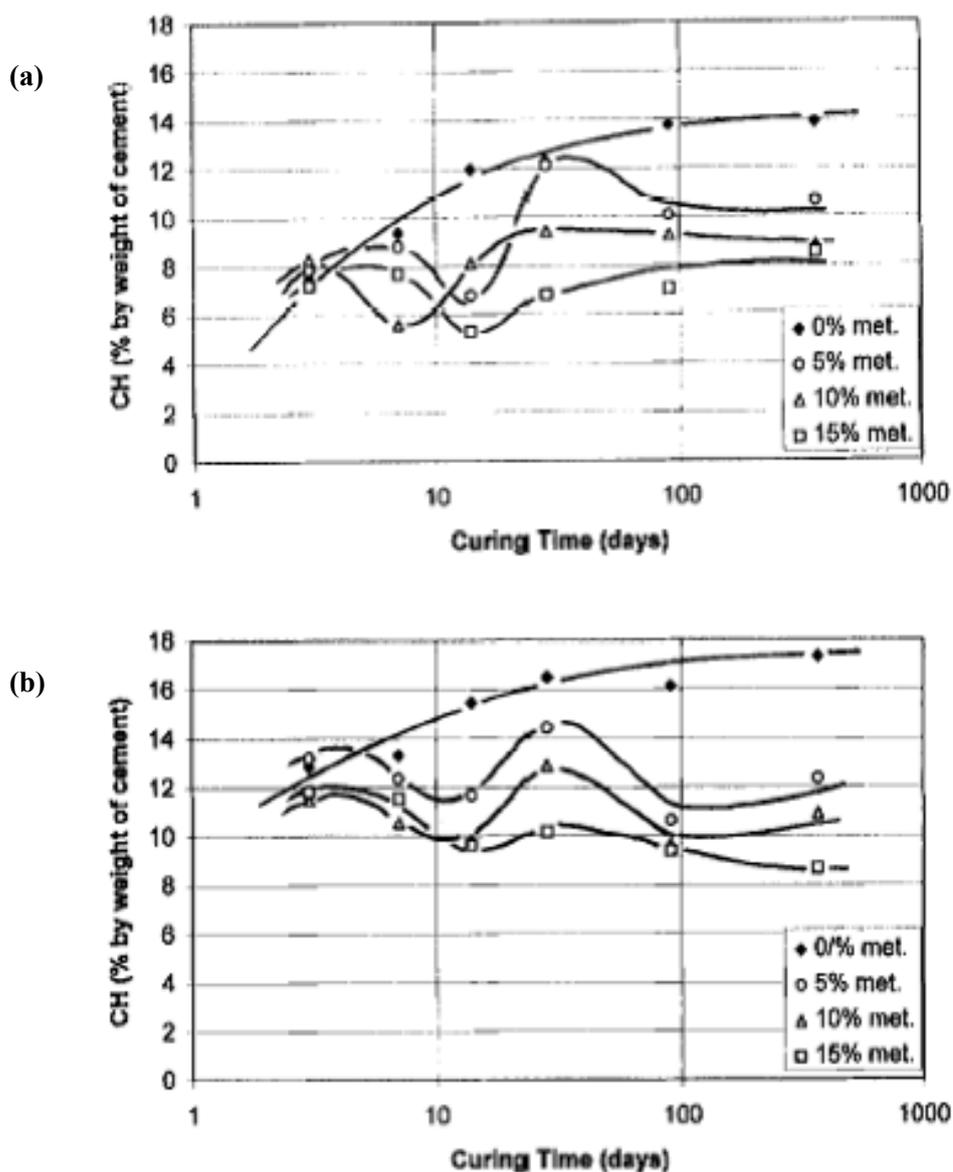
De même, Wild et Khatib [35] ont réalisé une expérience similaire, mesurant la consommation de CH dans des pâtes et mortiers MK-PC, qui ont été durcis dans de l'eau à 20 ° C. Les résultats de ces analyses thermogravimétriques (ATG) sont présentés à la figure 1.11. Le CH, exprimé en pourcentage de poids de ciment, a montré un minimum à environ 14 jours de durcissement. Ceci a été attribué à un pic d'activité pouzzolanique pour lequel la plus grande partie de CH produit par l'hydratation du ciment est éliminée de la pâte par la réaction avec MK. Il est intéressant de remarquer que, le pic de la résistance relative à la compression (le rapport de la résistance à un âge donné à la résistance du contrôle au même âge) a coïncidé avec le maximum de l'activité pouzzolanique à 14 jours d'âge. Des augmentations de la teneur en CH et un retard du gain de résistance au-delà de 14 jours ont été attribuées à la formation d'une couche inhibitrice du produit de réaction sur la surface des particules MK.

De même Ambroise et al. [16] ont étudié la période d'hydratation prématurée des pâtes contenant du métakaolin en utilisant la calorimétrie isotherme et la conductivité. L'analyse thermique différentielle, la diffraction des rayons X et la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier ont été utilisées pour estimer la consommation

d'hydroxyde de calcium (CH) et l'identification des produits de réaction. Les résultats ont montré que le CH est rapidement consommé, et que la microstructure est riche en CSH et en stratlingite ( $C_2ASH_8$ ) et que la distribution de la taille des pores se déplaçait vers des valeurs plus petites. À un taux de remplacement allant jusqu'à 30 %, le MK agit en tant qu'agent d'accélération, la distribution des tailles de pores a été déplacée vers de petites valeurs et la teneur en CH a été considérablement réduite.

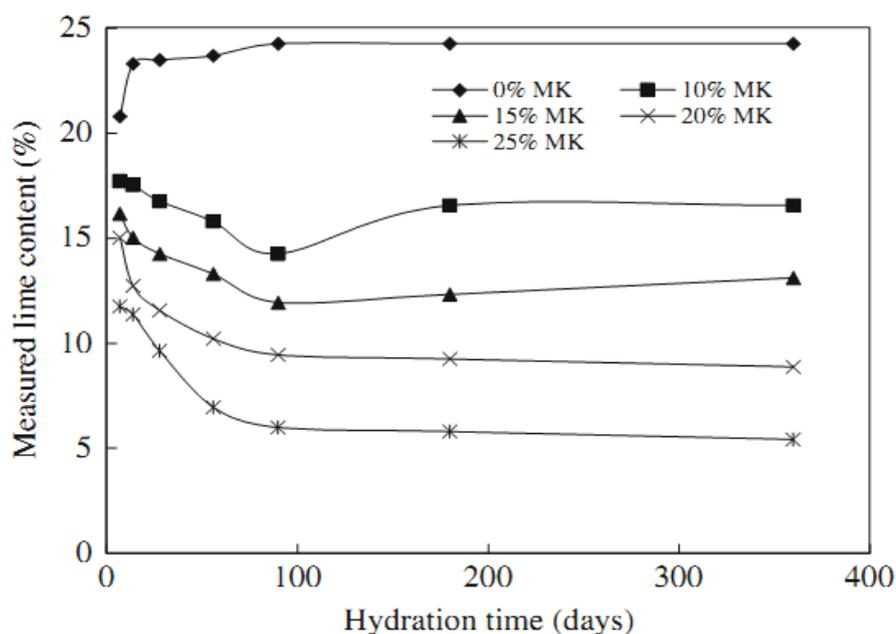


**Figure 1.10 :** Évolution de la teneur en portlandite en fonction du temps pour des pâtes de ciment substitué avec différentes ultrafines à différentes teneurs, d'après Poon et al [48]



**Figure 1.11 :** *Changement de la teneur en CH par rapport au temps de durcissement, tel que mesuré par TGA, pour le mortier métakaolin (a) et pâte (b), d'après Wild et Khatib [35]*

De même, [Furias et Cabrera \[49\]](#) ont évalué la teneur en CH des pâtes MK par DTA et TGA. Les teneurs en CH des échantillons de MK-PC augmentent avec l'âge jusqu'à 3-7 jours. Par la suite, comme dans l'étude de [Wild et Khatib \[35\]](#), les teneurs en CH ont commencé à diminuer proportionnellement au pourcentage de MK ajouté. Il est intéressant de noter que les courbes de MK à 10 % et 15 % ont montré un point d'inflexion vers l'âge de 90 jours, après quoi la teneur en CH a recommencé à augmenter, mais légèrement (Figure 1.12). Ce point pourrait représenter la fin de la réaction pouzzolanique due à la consommation totale de MK.

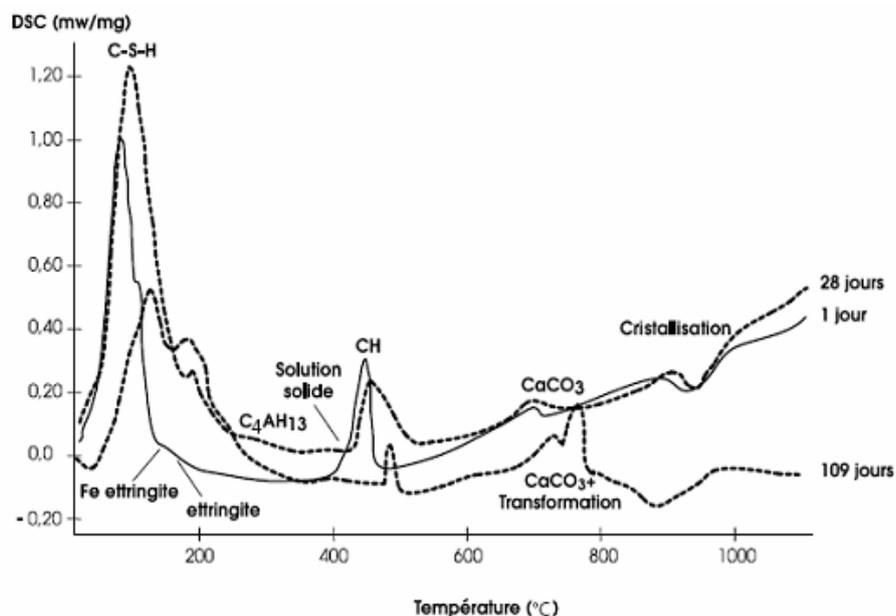


**Figure 1.12 :** Evolution de la teneur en portlandite en fonction du temps d'après Farias et Cabrera [49]

Kostuch et al. [50] a observé que (1) : le CH a été significativement réduit avec l'âge pour tous les taux de remplacement de ciment par du métakaolin 0, 10 %, et 20 % ; et (2) : 20 % de MK a été exigé pour enlever entièrement tout le CH en béton à 28 jours. De même, Oriol et Pera J.[51] rapporté qu'entre 30 et 40 % MK est exigé pour enlever tout le CH de la structure de pâte-ciment contenant du métakaolin , pour un rapport (E/L = 0,5) une fois la pâte est cure dans l'eau saturée en chaux pendant 28 jours.

Dans les travaux de Sha et al. [52], la réaction pouzzolanique est suivie dans le temps par des analyses thermiques différentielles qui permettent de quantifier la proportion des différentes phases minéralogiques présentes dans la pâte de ciment hydratée. Par cette méthode, une approche de la cinétique réactionnelle d'hydratation en présence de métakaolins est possible. La figure 1.13 présente les analyses thermiques différentielles aux échéances de 1, 28, 109 jours d'une pâte de ciment durcie contenant 20 % en masse de métakaolin . Au fur et à mesure des échéances, on note une diminution significative du pic correspondant à l'hydroxyde de calcium (CH) et une augmentation progressive de celui des C-S-H : la portlandite est donc consommée au profit de la formation des C-S-H.

Entre 28 et 109 jours, le pic des C-S-H continue d'évoluer : les réactions pouzzolaniques perdurent donc au-delà de 28 jours (réactions à long terme).



**Figure 1.13** : Analyses thermiques différentielles d'une pâte durcie contenant 20 % de métakaolin en substitution du ciment à 1, 28 et 109 jours, d'après. *Sha et al.* [52]

#### 1.3.4. Influence du métakaolin sur la cinétique et le produit d'hydratation. [33]

Il semble que l'ajout de fines particules de silice ait un effet accélérateur sur l'hydratation des grains de  $C_3S$ , constituant essentiel du clinker. Différentes théories ont été proposées pour expliquer cet effet physique indépendant des réactions pouzzolaniques. La substitution de ciment par du métakaolin a une influence sur l'hydratation de la pâte qui peut être résumée en deux phénomènes contradictoires : 1) un effet accélérateur, qui est l'effet physique, qui tend à accélérer la vitesse d'hydratation du ciment. Cet effet est dû à la granulométrie des particules de métakaolin plus petites que celles du ciment. Elles offrent une augmentation du nombre de sites de nucléation et donc ont un effet accélérateur sur l'hydratation des grains de  $C_3S$  (composé majoritaire du ciment) et  $C_2S$  [35] [178]. 2) un effet retardateur qui fait que le métakaolin a tendance à diminuer la croissance des résistances au jeune âge. Comme une partie du ciment est substituée par le métakaolin il y a un effet de dilution (puisque moins de  $C_3S$  ou  $C_2S$ ) ce qui conduit à obtenir moins

d'hydrates. Comme nous l'avons vu précédemment, pour que le métakaolin réagisse il a besoin d' $\text{OH}^-$ , de  $\text{Ca}^{2+}$  ou de Portlandite ; or ces produits ne sont présents dans le système qu'après hydratation du ciment ; les premiers hydrates issus du métakaolin sont formés après les premiers hydrates du ciment d'où le retard. Il en résulte une concentration plus faible en ions calcium dans la solution interstitielle [179].

Il est important de noter que les métakaolins ne réagissent pas seulement avec les ions  $\text{OH}^-$  et  $\text{Ca}^{2+}$  de la Portlandite ( $\text{CaOH}_2$ ) (Phase 3 à 4) mais aussi avec les  $\text{Ca}^{2+}$  issue de l'hydratation des  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$  (Phase 2 à 3). Il en résulte une formation supplémentaire de gel silico-calciques hydratés (C-S-H) et une diminution de la quantité de Portlandite par rapport à une matrice formulée avec 100% de ciment.

Dans une matrice cimentaire formée de ciment et de métakaolin il y a deux réactions pouzzolaniques [35][43], une dite précoce [entre 0 et 14 jours] et une dite tardive (après 28 jours).

- ✓ Réaction précoce : quand le métakaolin se dissout alors que les  $\text{C}_3\text{S}$  ne sont pas encore complètement hydratés.
- ✓ Réaction tardive : quand le métakaolin se dissout à la fin de l'hydratation des  $\text{C}_3\text{S}$ .

Entre 14 et 28 jours Wild et Khatib supposent que la diminution de réactivité du produit est due à la couche d'hydrates formée à sa surface. Ces cinétiques de réaction dépendent avant tout de la cinétique d'hydratation des  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$ , même s'il faut tenir compte d'autres paramètres tels que le rapport E/L ou la température. Nous devons aussi garder à l'esprit que la dissolution du métakaolin peut être concurrencée par les produits d'hydratation des  $\text{C}_3\text{S}$  qui consomment eux aussi des ions  $\text{OH}^-$ . Les paramètres physiques et chimiques de ces réactions peuvent, soit être en concurrence soit très bien s'accorder

## 1.4. Effets du métakaolin sur les propriétés physiques et mécaniques des bétons

### 1.4.1. Effets du métakaolin sur les propriétés physiques des bétons

#### 1.4.1. 1. Maniabilité

Un béton est dit maniable s'il est facilement transportable, placé, compacté et fini sans aucune ségrégation. La maniabilité est une propriété du béton fraîchement mélangé, le béton est un mélange de ciment, des granulats, d'eau et d'adjuvant. Pour cette raison, toutes les propriétés du béton, frais ou durci, sont affectées par ces ingrédients et leurs proportions. La teneur en eau du béton joue un rôle dominant dans le contrôle de l'ouvrabilité du béton. La maniabilité dépend de (1) la teneur en eau (2) de la forme et de la taille des granulats ; (3) dosage en ciment ; et (4) l'âge (degré d'hydratation), et peut être modifié en ajoutant des adjuvants chimiques ou minérales.

Ding et Li [53] ont rapporté que MK offrait une meilleure ouvrabilité que la fumée de silice pour les mêmes proportions de mélange. Ces mélanges contenant 5, 10 % ou 15 % de remplacement par fumée de silice ou MK et un rapport E/C de 0,35. De plus, ils ont trouvé que pour des teneurs de remplacement 5% et 10 %, les mélanges contenant de MK avaient un affaissement légèrement plus élevé en comparant à celle de mélange témoin. À 15 % de remplacement avec MK, l'affaissement a diminué d'environ 10 % par rapport à la valeur de mélange témoin. En revanche, l'affaissement a diminué presque linéairement avec l'augmentation du remplacement de ciment par de fumée de silice, montrant que les mélanges de béton contenant de MK nécessiter moins de superplastifiant que les mélanges avec de fumées de silice pour obtenir une ouvrabilité similaire. De même, Qian et Li [54] ont étudié le dosage de superplastifiant sur l'affaissement du béton à hautes performances fait avec 0, 5 %, 10 % et 15 % du métakaolin comme substitution partielle du ciment (figure 1.13). Il a été observé que (1) l'augmentation de la teneur en (SP) augmentait l'affaissement ; et (2) l'affaissement du BHP à diminuer avec l'augmentation de la teneur en MK.

Caldarone et al. [55] ont observé que l'affaissement du béton contenant 10 % de MK est inférieur en comparant au béton avec du ciment Portland, le béton contenant du MK nécessitait moins de 25-35 % de haut réducteur d'eau (HRWR) en comparant aux mélanges avec fumée de silice (SF). Cette réduction de la demande HRWR est due que le béton contenant du MK à une consistance moins collante et une meilleure finition.

Dinakar et al. [56] ont partiellement remplacé le ciment avec le MK dans les mélanges à des niveaux de 0%, 5%, 10% et 15 %, en poids de ciment. Un rapport (E/L) fixe de 0,3 et différents dosages de SP ont été utilisés. Les résultats d'affaissement ont montré une réduction de l'ouvrabilité avec l'addition de MK.

Dubey et Banthia [57] ont étudié huit mélanges tous ces mélanges contenant 161,35 kg/m<sup>3</sup> d'eau et 350 mL de superplastifiant pour 100 kg de ciment. Les valeurs d'affaissement pour les différents mélanges démontrent que la réduction de l'ouvrabilité due au remplacement par 10 % de fumée de silice était plus prononcée que celle obtenue avec une quantité équivalente de remplacement de MK. Cela indique que, pour atteindre une ouvrabilité donnée, le béton MK nécessiter une dose plus faible d'adjuvant réducteur d'eau que le béton de fumée de silice. Dubey et Banthia suggèrent que cela pourrait être dû à la plus grande taille de particules de MK par rapport à la fumée de silice (1,5 µm à 0,1 µm) dans leur étude.

Kim et al. [58] ont étudié l'effet du métakaolin (5, 10 et 15%) en tant que remplacement partiel du ciment sur l'étalement du mortier (Figure 1.14). Il a été observé que les valeurs d'étalement des mélanges de mortier diminuent avec l'augmentation de la teneur en MK. Il y a eu une réduction d'environ 8, 12 et 24% de la valeur d'étalement des mortiers par rapport à celle du mortier témoin (0 % MK). Les résultats ont démontré une demande en eau plus élevée avec l'augmentation de la teneur en MK.

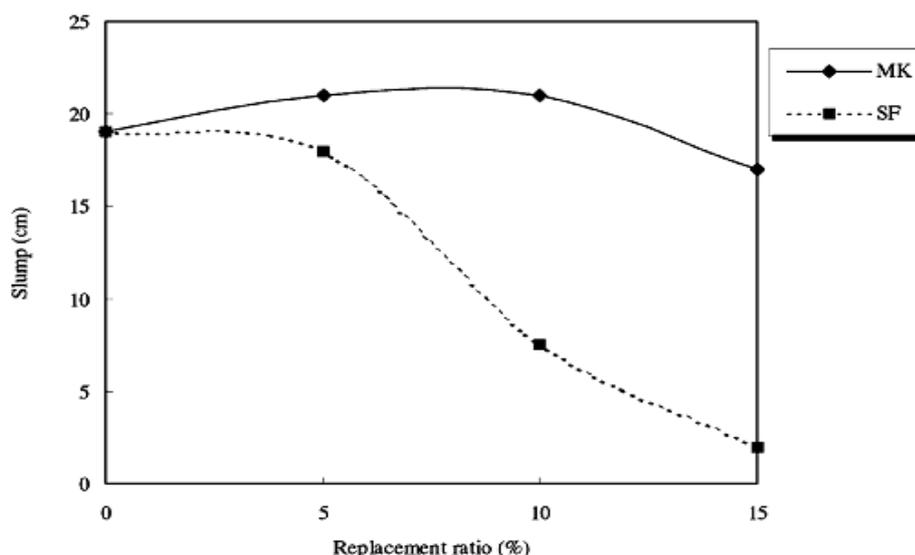


Figure 1.14 : Effet de taux de remplacement en de ciment par du métakaolin ou de la fumée de silice sur l'affaissement, d'après Kim et al. [58]

### 1.4.1.2. Consistance et temps de prise

Lorsque le ciment se trouve en contact avec l'eau, il durcit. Le durcissement est un phénomène de "cristallisation". Des cristaux se forment (à partir d'un délai correspondant au début de prise) et s'enchevêtrent les uns avec les autres. Le béton qui est parfaitement fluide avant la prise du ciment devient ainsi progressivement dur. Le mélange eau et ciment ainsi "cristallisé" enserme les granulats et produit un matériau compact. Le durcissement se poursuit de manière continue pendant plusieurs mois. Plusieurs facteurs influent sur le temps de prise, notamment le rapport (E/C), la température de coulage et de durcissement, le type et le dosage d'adjuvant, la teneur, et la finesse et la composition du ciment.

Badogiannis et al. [59] ont étudié les effets de cinq métakaolins (dérivés de pauvres kaolins grecs) et d'un métakaolin commercial (MKC) sur la demande en eau et les temps de prise des ciments (tableau 1.10). Les teneurs en métakaolinite des métakaolins (MK1, MK2, MK3 et MK4) étaient respectivement de 36%, 37%, 71% et 49%. Le métakaolin commercial (MKC) de haute pureté (95% de métakaolinite). Le ciment a été remplacé par 0, 10 et 20% de métakaolin. Il a été conclu que (1) les ciments mélangés exigent nettement plus d'eau que le ciment pur sans métakaolin. L'augmentation de la demande en eau pourrait être attribuée à la grande quantité de métakaolin ainsi qu'à leur distribution granulométrique étroite ; et (2) le temps de prise initial et final des ciments de métakaolin était affecté relativement par la teneur en métakaolin. En général, le temps de prise des ciments contenant 10% de métakaolin était similaire à celui du ciment portland, alors que pour les ciments contenant 20% de métakaolin, le temps de prise était plus long. MK4 a montré le plus grand effet sur le retard de prise des ciments.

Khaleel et Abdul Razak [60] ont partiellement remplacé le ciment dans les mélanges de mortier avec MK à des niveaux de 0 %, 5 %, 10 % et 15 %, en poids de ciment. Un rapport (E/L) fixe de 0,32 et différents dosages de SP ont été utilisés (figure 1.15). Les résultats ont montré que le temps de prise initial et final augmente avec l'augmentation de la teneur de remplacement de ciment par MK.

Govindarajan et Gopalakrishnan [61] ont partiellement remplacé le ciment par MK à des niveaux de 10%, 20% et 30% en poids. Trois types d'eau ont été utilisés pour mélanger l'eau distillée, l'eau souterraine et l'eau de mer. Un rapport E/L fixe de 0,4 a été utilisé. Les

résultats ont montré une réduction du temps de prise initial et final, pour tous les types d'eau de mélange, avec l'inclusion de MK. La réduction du temps de prise augmente avec l'augmentation du contenu MK. Les mélanges de pâte mélangés avec de l'eau de mer ont montré la réduction la plus élevée suivie par les mélanges mélangés avec de l'eau souterraine et de l'eau distillée, respectivement.

Batis et al. [23], ont étudié le temps de prise de ciment contenant de kaolin grec traité dans laboratoire et un MK commercialise. Ces auteurs ont trouvé que tous les mélanges contenant de MK présentent des temps de prise significativement plus longs que les pâtes témoins. Le mélange incorporé avec 20% de MK à été durcir le plus lent, nécessitant 205 minutes pour la prise initiale contre 105 minutes pour le témoin. Cela pourrait être dû, en partie, à la forte demande en eau des pâtes MK. Alors que la pâte témoin exigeait une valeur d'E/C de 0,275 pour obtenir une (consistance normale), les mélanges avec 20 % de MK nécessitaient un E/C de 0,41.

Brooks et al [62] ont examiné l'effet de la fumée de silice, de MK, du FA et du laitier sur le temps de prise du béton à haute résistance. Ils ont constaté que tous les SMC ont tendance de retarder la prise, et que l'augmentation du taux de la fumée de silice, du FA et du laitier a entraîné un retard plus important en général. Pour le BHR contenant du MK, il a été constaté une augmentation progressive de son effet retardant jusqu'à 10% de substitution, et une diminution à des niveaux de substitution plus élevés.

Janotka et al. [63] ont étudié l'effet des sables slovaques (métakaolin) pauvres de métakaolin avec différentes teneurs en métakaolin [36,0% (MK-1), 31,5 (MK-2) et 40,0% (MK-3)] sur la consistance et les temps de prise de la pâte de ciment. Le pourcentage de sables de métakaolin dans les ciments mélangés était de 10, 20 et 40%. Le tableau 11 montre la consistance et les temps de prise initiaux et finaux des pâtes de ciment Portland et de métakaolin mélangées au sable. Il a été conclu que (1) la consistance normale augmentait avec la teneur en métakaolin pour tous les trois types ; et (2) l'incorporation de sables de métakaolin MK-1 et MK-2 induisait un retard des temps de prise tandis que le sable MK-3 accélérât légèrement les temps de prise. Ceci peut être dû à une réactivité plus élevée de PC MK-3 qui est due à la surface spécifique plus élevée et à l'activité pouzzolanique plus élevée du sable MK-3 par rapport aux autres sables de métakaolin.

Tableau 1.10 : Propriétés des ciments métakaolin [59]

Sample	Métakaolin (% W/W)	Water demand (% W/W)	Setting time (min)	
			Initial	Final
PC	-	27.5	105	140
MK1-10	10	29.0	75	130
MK2-10	10	29.0	85	130
MK3-10	10	32.0	105	160
MK4-10	10	32.5	155	180
MKc-20	10	31.0	95	130
MK1-20	20	32.0	105	160
MK2-20	20	31.5	110	165
MK3-20	20	38.5	120	160
MK4-20	20	41.0	205	230
MKc-20	20	37.5	140	170

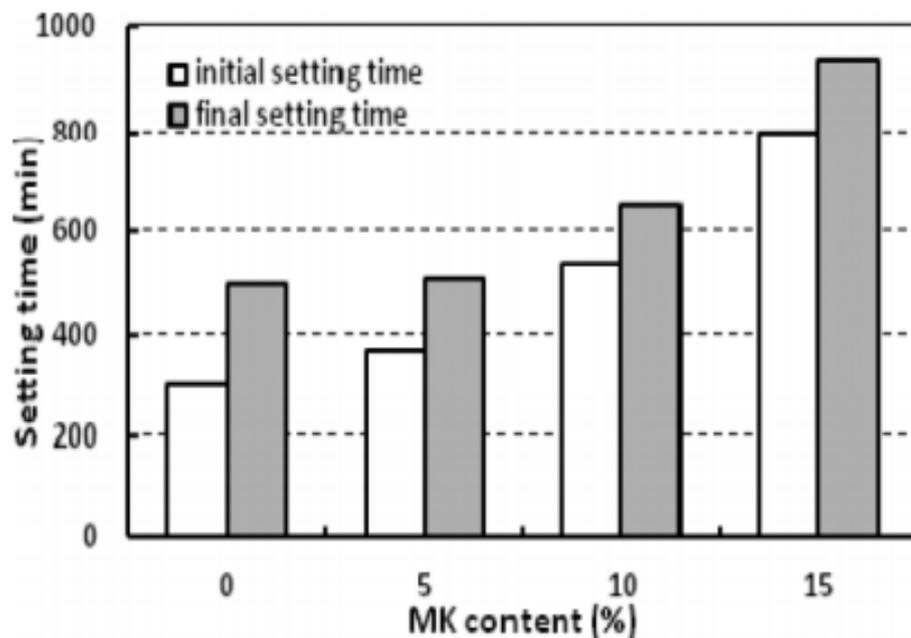


Figure 1.15 : Effet du contenu de MK sur temps de prise initiale et finale des mélanges de mortier, d'après Khaleel et Abdul Razak [60]

Tableau 1.11 : Propriétés du mortier et du béton frais contenant du métakaolin [63]

Cement system	Specific surface (m <sup>2</sup> /kg)	Normal consistency	Setting times	
			Initial set	Final set
PC	428.27	29.6	3h25min	4h40min
PCMK-1/10	409.68	32.3	3h35min	4h40min
PCMK-1/20	415.97	38.0	3h50min	4h55min
PCMK-1/40	505.21	41.7	3h40min	5h40min
PCMK-2/10	401.58	30.2	3h25min	4h30min
PCMK-2/20	401.97	30.5	3h35min	4h35min
PCMK-2/40	375.91	32.5	4h10min	5h40min
PCMK-3/10	521.89	32.2	3h10min	4h15min
PCMK-3/20	605.21	36.2	3h05min	4h05min
PCMK-3/40	855.37	42.0	3h00min	4h10min

## 1.4.2. Effet du métakaolin sur les propriétés mécaniques des bétons

### 1.4.2.1 Résistance mécanique en compression

Wild et al. [15], qui ont testé des bétons âgés de 1 à 90 jours, produits avec rapport E /C de 0,45. Ils ont trouvé que le remplacement de ciment par 20% MK était optimal pour obtenir une amélioration maximale de la résistance à long terme. Un résumé des résultats de Wild et al, est présenté dans le tableau 1.12. Ces auteurs ont conclu qu'il y a trois facteurs élémentaires pour laquelle le métakaolin contribue à influence à la résistance du béton lorsqu'il partiellement remplace le ciment dans le béton : l'effet de filler, l'effet d'accélération de l'hydratation du ciment et la réaction pouzzolanique de MK avec CH. Selon Wild et al., L'effet de filler est immédiat, l'accélération de l'hydratation du ciment portland a un impact maximum dans les premières 24 heures, et la réaction pouzzolanique apporte la plus grande contribution à la résistance entre 7 et 14 jours. Wild et al a également conclu que la contribution positive de MK ne se poursuit pas au-delà de 14 jours, quel que soit le niveau de remplacement.

Des résultats similaires ont été rapportés par Khatib et Hibbert [18] ont évalué la résistance à la compression de bétons contenant 0, 10 et 20% de MK. Ils ont trouvé que lorsque le niveau de remplacement de ciment par de MK augmente la résistance de béton

augmente à tous les âges de durcissement. L'incorporation de MK est particulièrement utile au cours des 14 premiers jours, où le taux de développement de la résistance est considérablement plus élevé que le témoin. Après 14 jours de durcissement, l'incorporation de MK ne provoque pas une augmentation du taux de développement de la résistance. Ils ont constaté que 20% de remplacement avec MK est optimal pour atteindre l'amélioration maximale de la résistance à long terme.

De même [Khatib \[64\]](#) a étudié la résistance à la compression du béton contenant du métakaolin (MK) avec un faible rapport eau-liant de 0,3. Le ciment Portland a été partiellement remplacé par 0-20% MK. Les résultats de la résistance de compression et de la densité moyenne sont présentés au tableau 1.12. Généralement, la densité a tendance à augmenter légèrement avec l'augmentation de taux d'incorporation de MK dans le béton, résultant principalement de l'effet de filler des particules MK. Au-delà de 1 jour de durcissement, la résistance à la compression augmente avec l'augmentation du temps et l'augmentation de taux d'incorporation de MK. À 1 jour de durcissement, le remplacement du ciment portland par MK au-delà de 5% a légèrement réduit la résistance à la compression. Cependant, au-delà de 1 jour de durcissement, la résistance à la compression dans le mélange contenant de MK a augmenté, et a atteint une valeur maximale à 15% MK. De plus, la contribution maximale de MK a eu lieu à 14 jours de durcissement plus de 35% d'augmentation de la résistance ont été obtenus.

[Qian et al. \[54\]](#) a mesuré la résistance à la compression des bétons incorporant de MK. La résistance à la compression s'est avérée augmenter considérablement avec l'augmentation de la teneur en MK. Dans les échantillons contenant 15% de MK la résistance à la compression avait augmenté de 51% par rapport aux témoins à l'âge de trois jours. En effet, les résistances à la compression des échantillons contenant 10% et 15% de MK sont plus élevées à trois jours que la résistance de béton témoin à 28 jours, ce qui confirme que MK a un effet plus prononcé sur la résistance initiale. De même, [Courard et al \[65\]](#) sont arrivés à une conclusion similaire, montrant que les mortiers ont atteint 79% de leur résistance à la compression à 28 jours en seulement trois jours.

[Zhang.MH et Malhotra VM.\[66\]](#) ont mesuré la résistance mécanique en compression de bétons incorporant 10% de métakaolin et de fumée de silice. Ces résultats montrent que le béton incorporant de MK présente une résistance à la compression supérieure à tous les âges jusqu'à 180 jours par rapport au béton témoin ; et comparé au béton avec 10 % de

fumée de silice, le béton avec de MK a montré un développement de résistance plus rapide au début des âges, mais avait une résistance plus faible après 28 jours. Le développement plus rapide de la résistance du béton MK aux premiers âges par rapport au béton contenant de fumée de silice est probablement dû au taux d'hydratation et de réaction plus rapide de MK.

Sabir et al. [67] ont montré que l'augmentation de la surface spécifique de MK de 12 à 15 m<sup>2</sup> /g réduit l'âge auquel l'augmentation de résistance maximale se produit dans les mortiers contenant de MK, illustrant l'effet de la taille des particules sur la vitesse de réaction. Cette augmentation de la finesse a également entraîné une augmentation du taux optimal de remplacement du ciment par le MK, ce qui signifie qu'une plus grande partie du ciment pouvait être remplacée par ce MK sans que cette dernière n'entraîne de retard dans le système dû à l'effet de dilution. Il est intéressant de remarquer que ce changement induit par la finesse n'a pas d'influence sur la résistance à long terme (90 jours).

Ding et Li [53] ont étudié le remplacement de 5 %, 10 % et 15 % du ciment par du MK et de la fumée de silice. Ils ont constaté que tous les deux sont efficaces pour accroître la résistance au-delà de 14 jours. À tous les âges, le MK et la fumée de silice ont eu un comportement similaire, en augmentant la résistance du béton de façon presque identique par rapport au béton témoin. Le MK a fait augmenter la résistance de manière quasiment linéaire pour les 28 premiers jours de maturation, avant de ralentir ensuite. Les résistances à la compression des mélanges de béton MK5, MK10 et MK15 étaient supérieures d'environ 28, 38 et 45 % à celles du béton témoin à 3 jours et à ; 25, 28 et 53 % à 28 jours ; et environ 4, 16 et 21 % à 65 jours.

De même Li et Ding [68] ont étudié l'effet du métakaolin (MK) ou de la combinaison de MK et de laitier sur la résistance à la compression des mortiers de ciment à 28 jours. Quatre séries de pâtes de mortiers de ciment ont été fabriquées. La première série (PO) contenant 100% de ciment, 0% de MK et 0% de laitier ; la deuxième (M1) contenant 90% de ciment et 10% de MK, 0% de laitier ; la troisième (S2) 70% de ciment, 10% de MK et 20% de laitier, et la quatrième (S3) 60% de ciment, 10% de MK et 30% de laitier. Les résultats de résistance à la compression sont montrés sur la Fig. 1.16. Il a été observé que (1) MK a amélioré la résistance à la compression du mortier de ciment. Le Béton contenant 10% MK enregistrer le meilleur résultat ; (2) quand le ciment portland (PC) a été mélangé avec MK et le laitier ultrafin en même temps, la résistance de compression à 3 jours de

mortiers de ciment S2 et S3 était inférieure à celle de ciment portland (PC) et mortier de ciment M1. Cependant, après 7 jours, les résistances de S2 et S3 étaient plus élevées que celles des mortiers M1 et ciment portland (PC). Après 28 jours, la résistance de S2 et S3 avait largement dépassé celle des deux derniers mortiers de ciment ; et (3) MK et le laitier peuvent réagir avec CH libéré par hydratation du ciment pour produire un gel de C-S-H secondaire. Le gel de C-S-H secondaire formé a amélioré la microstructure de la matrice de pâte de ciment ; par conséquent, la propriété macroscopique du ciment a également été améliorée.

Tableau 1.12 : Résistance à la compression des bétons – métakaolin [64]

MK (%)	Density (kg/m <sup>3</sup> )	Compressive strength ( N/mm <sup>2</sup> )				
		1 day	7 days	14 days	28 days	90days
0	2490	19.07	50.23	57.10	62.60	72.43
5	2440	21.50	53.80	58.97	63.50	71.63
10	2460	22.43	62.30	69.23	71.00	80.07
15	2470	20.23	64.80	74.67	76.0	83.70
20	2480	19.33	66.47	75.73	82.47	85.13
25	2470	15.73	62.50	69.77	73.93	82.23
30	2480	14.53	60.53	72.33	76.73	81.80

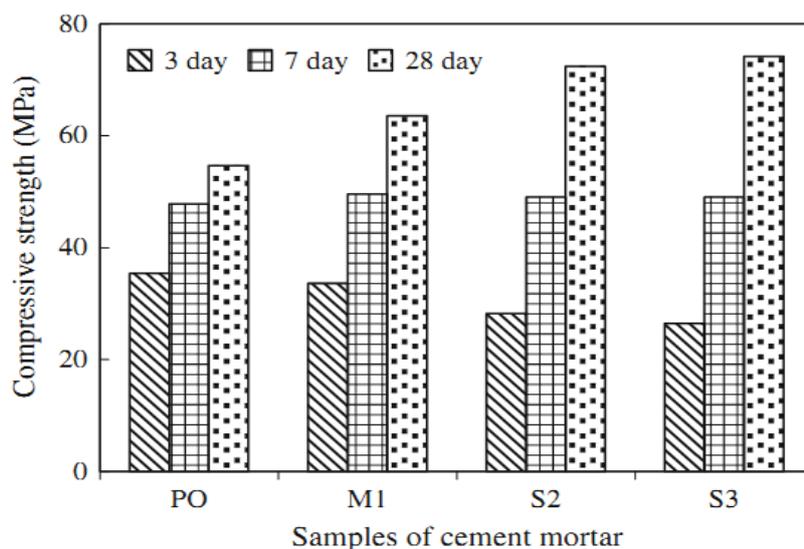


Figure 1.16 : Évolution de la résistance à la compression des mortiers de ciment, d’après Li et Ding [68]

### 1.4.2.2. Résistance mécanique en flexion

Dans la littérature, il existe peu de résultats concernant l'influence de métakaolin sur la résistance mécanique en flexion. Bien qu'il y ait peu de littérature, il y a un bon accord que MK améliore la résistance à la flexion du béton.

Kim et al. [58] ont présenté les résultats de la résistance à la rupture du béton à haute résistance contenant de métakaolin. Le ciment a été remplacé par 0, 5, 10, 15 et 20 % par de métakaolin. Le mélange témoin contenant 563 kg de ciment, 141 kg de cendres volantes, 532 kg de granulats fin, 915 kg de granulats grossier et 176 kg d'eau. La résistance à la compression à 28 jours du béton témoin était de 60 MPa. La figure (1.17) présente les résultats de la résistance à la traction à l'âge de 1, 3, 7, 28, 56 et 91 jours. Les résultats ont montré que le taux de développement de la résistance à la traction dépend du taux de remplacement du ciment par le MK. Pour des taux de remplacement du ciment par métakaolin compris entre 10 et 15%, il a été observé que la résistance s'améliorait avec l'augmentation du taux de remplacement de ciment par MK, tandis qu'elle diminue pour taux d'incorporation de 20%.

Qian et Li [54] ont déterminé la résistance à la traction directe du béton à 28 jours contenant 0, 5, 10 et 15% de métakaolin en remplacement partiel du ciment. La surface spécifique et le diamètre moyen des particules du métakaolin étaient de  $12\ 000\ \text{m}^2 / \text{kg}$  et de  $2,23\ \mu\text{m}$  respectivement. Les résultats de résistance à la traction Il a été observé que la résistance à la traction augmentait avec l'augmentation de la teneur en métakaolin. Les taux moyennes d'augmentation de la résistance à la traction est de l'ordre 7, 16 et 28% pour les mélanges de béton fabriqués avec 5, 10 et 15% de MK respectivement alors que les augmentations moyennes de la déformation finale est de 3,19 et 27% respectivement.

Dubey et Banthia [69] ont examiné à la fois l'influence MK et SF sur la résistance à la flexion du béton haute performance renforcées par de fibres d'acier. Quatre mélanges ont été étudiés, le mélange témoin contient de fibre métallique, le 02 mélange contenant de fibre métallique et de SF ; 03 mélange contenant en plus de fibre métallique de MK, les résultats ont montré que le MK et SF ont tous les deux augmenté la résistance à la flexion (MOR) de 15% par rapport à l'échantillon du béton contenant de ciment sans addition. De plus, et à partir des courbes charge - déplacement, les performances post-pic du béton renforcé par de fibres d'acier avec MK étaient supérieures à celles des autres

composites. Autrement dit, l'incorporation de MK contribué à augmenter la tenacité. D'autre part, le béton avec SF a présenté un comportement relativement fragile et a montré une mauvaise performance d'absorption d'énergie.

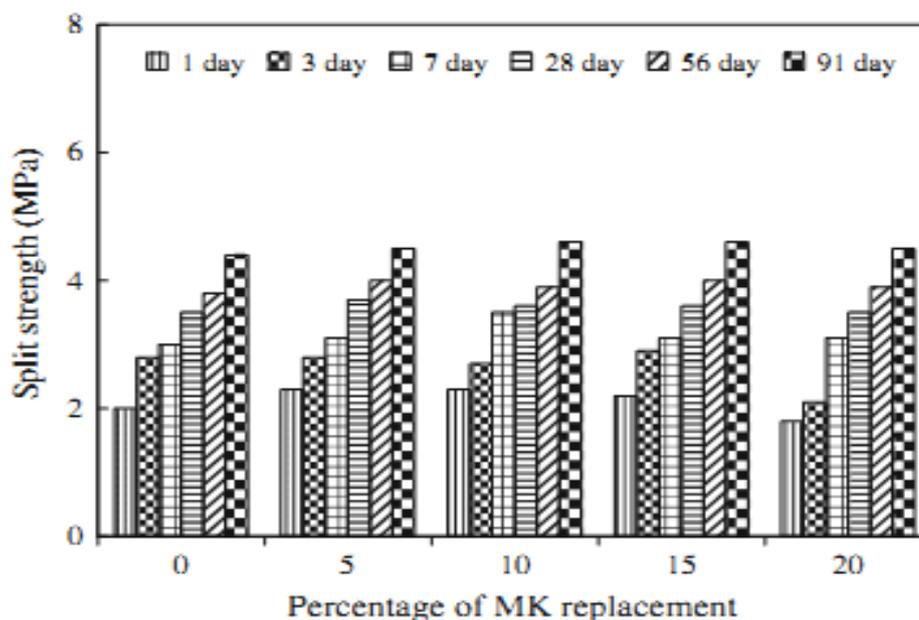


Figure 1.17 : Évolution de la résistance à la traction par fendage de béton en fonction (%) de MK et l'âge, d'après Kim et al [58]

Tableau 1.13 : Valeurs du module de rupture et de la ténacité pour les bétons MK [69]

Mix	Mix description	$f_c$ , MPa	MOR, MPa	Absolute toughness $T_{JCLN-m}$	Flexural toughness factor $\sigma_p$ , MPa
CF	Control + 1.0 percent fibers.	68.0	7.19	39.18	5.88
SF	Control + 1.0 percent silica fume + 1.0 percent fibers.	70.1	8.37	32.01	4.80
MF	Control + 1.0 percent HRM + 1.0 percent fibers.	72.2	8.39	41.45	6.40
SMF	Control + 1.0 percent silica fume + 1.0 percent HRM + 1.0 percent fibres.	71.4	8.39	36.78	5.81

Qian et Li [54] ont mesuré la résistance à la flexion, à l'âge de 28 et 80 jours, des poutres en béton dans lesquelles le ciment a été partiellement remplacé par MK à des niveaux de 0%, 5%, 10% et 15%, en poids de ciment. Les résultats indiquent que la résistance à la flexion (MOR) augmente avec l'augmentation de la teneur en MK. L'amélioration de la résistance à la flexion à 28 jours pour le béton contenant 5%, 10% et 15% de MK, est d'ordre 1,74%, 31,64% et 36,91% respectivement tandis que l'amélioration de la résistance à la flexion à 80 jours était d'environ 1,39%, 12,24% et 22,9%, respectivement.

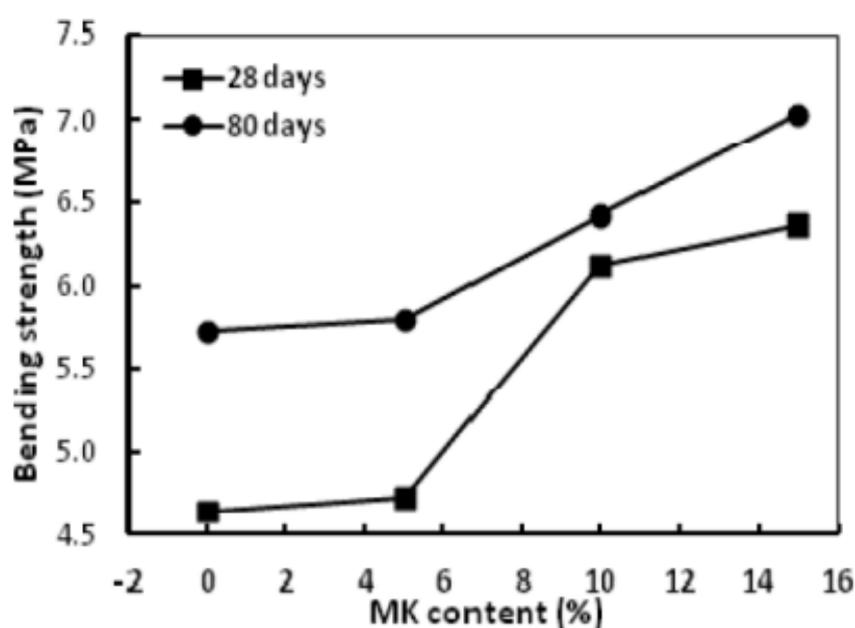


Figure 1.18 : Évolution de la résistance à la flexion d'une poutre en béton en fonction (%) MK d'après Qian et al [54]

#### 1.4.2.3. Influences de métakaolin sur le module d'élasticité

Il y a peu de littérature existante concernant l'effet du métakaolin sur le module d'élasticité (MOE) du béton. Comme il a été démontré que le métakaolin augmente la résistance à la compression et qu'il densifie la microstructure, le MK pourrait également conduire à un module d'élasticité plus élevé ou à un béton plus rigide. D'après la littérature, la MOE semble généralement augmenter avec l'augmentation de la teneur en MK, bien que le taux d'augmentation soit inférieur à celui de la résistance à la compression.

Caldarone et al. [55] ont également signalé des augmentations de la MOE associées à l'utilisation de MK. Ces auteurs ont déterminé le module de élasticité statique du béton préparé conforme a la norme ASTM C 469, avec un rapport  $E/C = 0,40$  et pour des taux d'incorporation de métakaolin 5% et 10% de MK. Le module d'élasticité a été mesuré à deux âges, 28 et 90 jours, et les valeurs sont la moyenne de deux résultats (tableau 1.14). Après 28 jours, le béton contenant 5% de MK avait augmenté la MOE de 15% par rapport au témoin. Tandis que le béton contenant 5% de fumée de silice a augmenté MOE de 13% .

Dinakar et al. [56] ont partiellement remplacé le ciment par de métakaolin dans le béton de haute résistance, le taux de MK varie de 0%, 5%, 10% et 15%. un rapport E/L a été fixe de 0,3 et différentes dosages de superplastifiant ont été utilisés. Les résultats de 28 jours ont montré une amélioration de module d'élasticité 2,51% et 3,81% avec l'incorporation de 5% et 10% de MK, respectivement tandis que 15% de MK ont montré une résultat comparable au beton témoin.

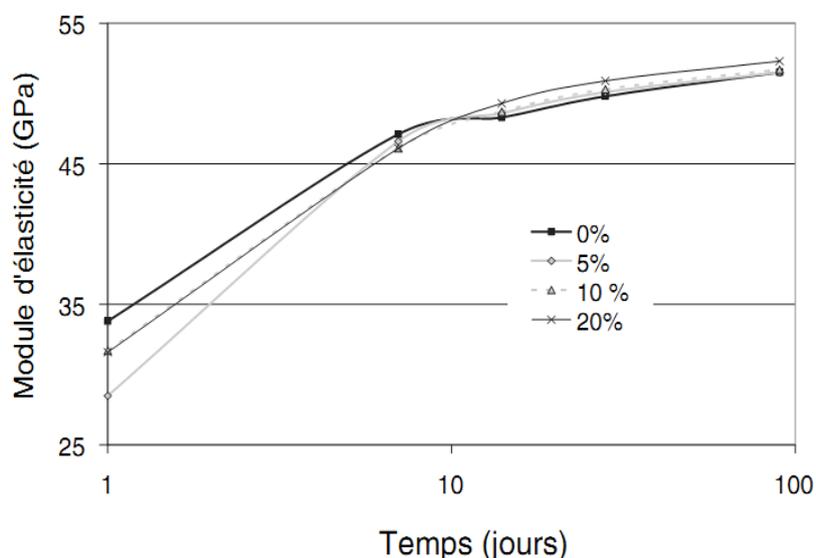
Qian et Li [54] ont rapporté qu'à trois jours de cure, le béton contenant 15% de métakaolin a développé un module d'élasticité de l'ordre 26,2 GPa, contre 24,1 GPa pour le béton témoin. À 60 jours, les valeurs de module d'élasticité de béton contenant 15% de MK et béton témoin est d'ordre de 34,7 et 30,4 GPa respectivement.

Gonçalves et al. [70] ont étudié l'effet de trois types d'argiles calcinées (1) brique d'argile calcinée broyée (GB); (2) métakaolin commercial (MK1) et (3) une argile calcinée produite en laboratoire. Le ciment a été remplacé par l'argile calcinée. (GB, MK1 ou MK2) pour des taux 10 et 20%. Le module d'élasticité du mortier témoin était d'environ 25 GPa. Il a été observé, que l'augmentation du taux de remplacement du ciment par les argiles calcinées entraînait une diminution continue du module d'élasticité des mortiers, atteignant des réductions allant jusqu'à 10% par rapport au mélange témoin. La réduction du module d'élasticité des mortiers de ciment Portland avec des ajouts d'argile calcinée peut être attribuée probablement à la structure lamellaire des argiles, qui sont plus déformables sous chargement. Cela est dû au fait que la kaolinite et l'ilite, même après avoir été calcinées à des températures de 550 °C et 850 °C respectivement, conservent leur structure résiduelle lamellaire.

Khatib et al. [71] ont mesuré le module d'élasticité dynamique de bétons contenant différentes teneurs en métakaolins (0, 5, 10, 15 et 20 %) en fonction de la durée de cure (figure 1.19). Le module d'élasticité croît rapidement les premiers 7 jours de cure sur cette période, les valeurs de  $E_d$  pour le béton témoin sont supérieures aux valeurs des bétons contenant des métakaolins. Après 14 jours de cure, les bétons incorporant des métakaolins présentent un module d'élasticité très proche du béton témoin, voire légèrement supérieur. Le retard de l'effet des métakaolins étudiés sur les propriétés élastiques du béton peut être expliqué par la cinétique des réactions pouzzolaniques, qui ne peuvent avoir lieu qu'une fois la portlandite produite et qui sont plus lentes que les réactions d'hydratation du ciment.

**Table 1.14 :** Valeurs du module d'élasticité statique bétons pour ( $E/L = 0.40$ ) [55]

Testing Age	Static Modulus of Elasticity (ksi)				
	control	5%MK	10%MK	5%SF	10%SF
<b>28 Days</b>	4805	5515	5640	5435	5590
<b>91 Days</b>	4980	5685	5880	5575	5855



**Figure 1.19 :** Évolution du module d'élasticité en fonction de la durée de cure pour des bétons de ciment intégrant différents taux de métakaolins, d'après Khatib et al. [71]

## 1.5. Effet de métakaolin sur la durabilité de béton

### 1.5.1. Résistance aux attaques sulfatiques

L'attaque au sulfate est l'une des détériorations environnementales les plus agressives qui affectent la durabilité des structures en béton. L'attaque sulfatique de béton entraîne l'expansion, la fissuration et la détérioration de nombreuses structures de génie civil exposées à des environnements sulfatés tels que les ponts, les fondations, les tuyaux en béton, etc. L'attaque au sulfate est généralement attribuée à la réaction des ions sulfate avec l'hydroxyde de calcium et l'hydrate d'aluminate de calcium pour former du gypse et de l'ettringite. Le gypse et l'ettringite formés à la suite d'une attaque au sulfate sont significativement plus volumineux (1,2 à 2,2 fois) que les réactifs initiaux. La formation de gypse et d'ettringite entraîne l'expansion, la fissuration, et la détérioration et la rupture des structures en béton.

Khatib et Wild [19] ont étudié l'effet du métakaolin sur la résistance au sulfate du mortier. Deux types de ciments ont été utilisés ; avec teneur élevée en  $C_3A$  et intermédiaire en  $C_3A$ . Le ciment a été remplacé par 0, 5, 10, 15, 20 et 25% de métakaolin (MK). Des spécimens de taille 25 x 25 x 285 mm ont été séchés à l'air pendant 14 jours et leur longueur a été mesurée avant immersion dans une solution de  $Na_2SO_4$  à 5%. Les résultats des tests ont démontré que (1) l'expansion diminuait systématiquement avec l'augmentation de la teneur en MK pour les deux types de ciment ; (2) pour les mortiers à haute teneur en  $C_3A$ , le mortier témoin et les mortiers contenant 5 et 10% de MK ont montré une expansion rapide et une détérioration entre 40 et 70 jours d'exposition à la solution de sulfate. Les mortiers contenant 15 et 20 % de MK ont montré de petites expansions entre 40 et 70 jours, mais stabilisées par la suite. Au bout de 520 jours, le mortier contenant 20 et 25% de MK n'a montré aucun changement significatif de longueur ; (3) avec la teneur intermédiaire en  $C_3A$  dans le ciment, la tendance était similaire aux mortiers fabriqués avec une teneur élevée en  $C_3A$ . Le mortier témoin (0%MK) a montré une expansion significative suivie par le mortier avec 5% de MK. Le mortier contenant 10 % de MK présente peu d'expansion, tandis que les mortiers contenant 15, et 25% se sont révélés être extrêmement élastiques, montrant peu de changement et aucun signe de détérioration après 520 jours d'exposition n'a été observé.

Bai et al. [21] ont comparé l'expansion de mortiers ( $E/C = 0,5$ ) contenant différents taux de substitution en métakaolins ou cendres volantes, immergés dans une solution de

sulfate de sodium (concentration en sulfates de 16 g/l). Au bout d'un an, les mortiers contenant des pouzzolanes ne présentent quasiment pas de variations dimensionnelles, alors que le mortier qui ne contient que du ciment Portland s'est expansé de manière conséquente. Le mortier qui présente la meilleure résistance est celui qui contient 15 % de métakaolins, viennent ensuite les mortiers contenant à la fois des cendres volantes et des métakaolins en proportions variables, le mortier contenant 30 % de cendres volantes, puis le mortier de référence (figure 1.21).

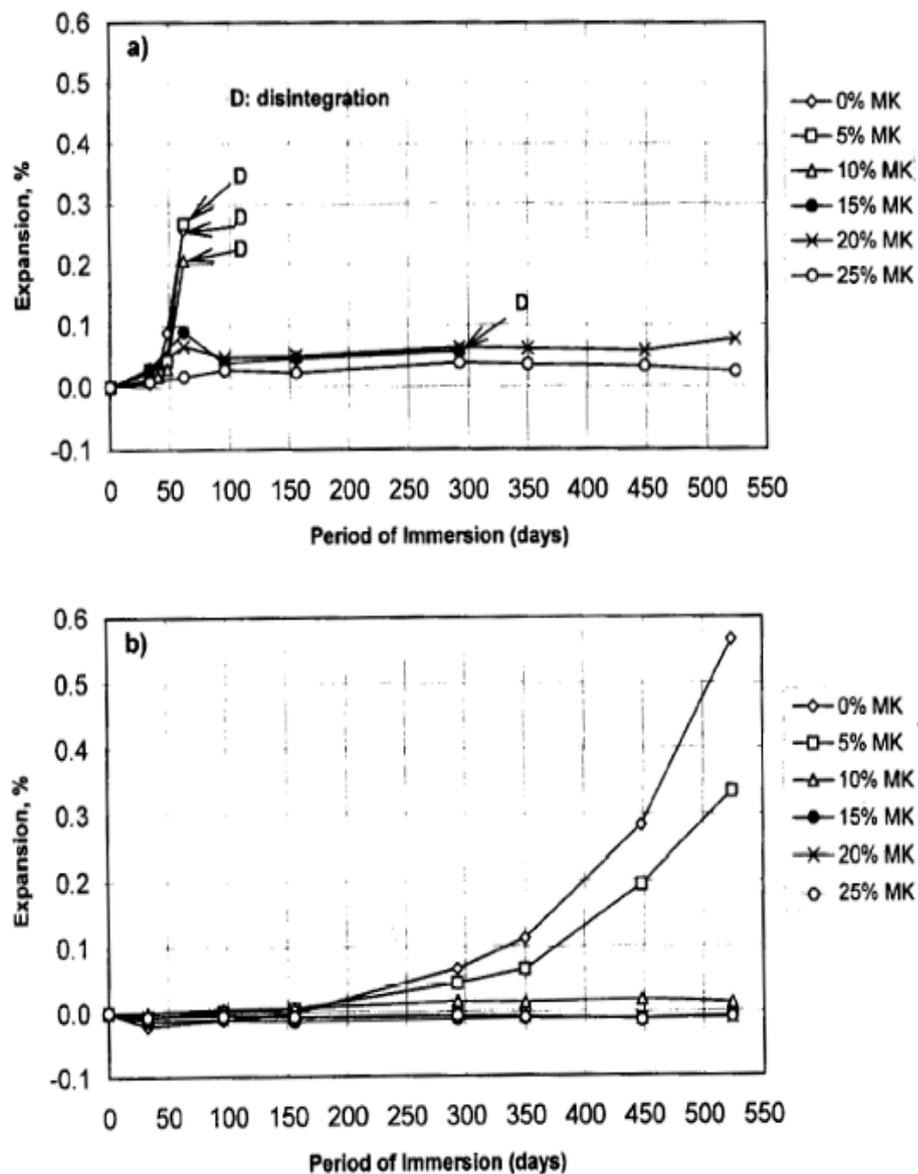
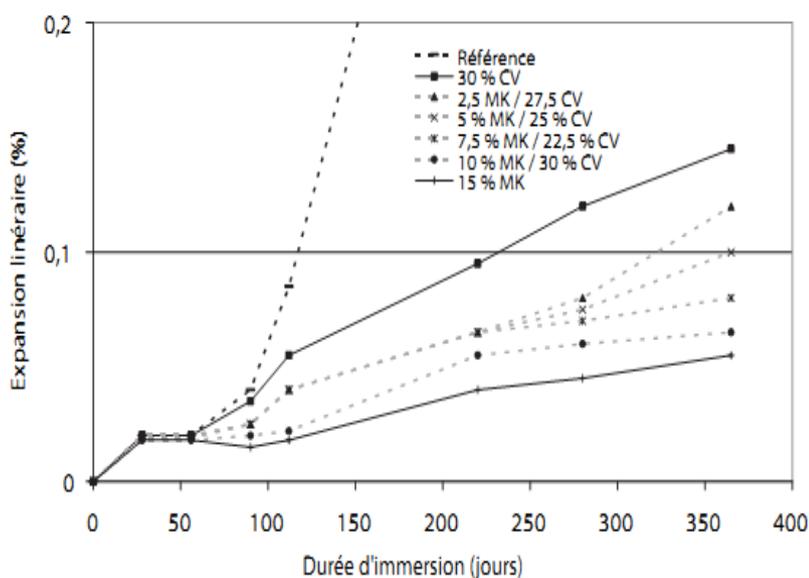


Figure 1.20 : Expansion des barres de mortier avec MK en fonction de temps d'exposition au sulfate de sodium pour (a) ciment portland faible C<sub>3</sub>A (b) ciments intermédiaire C<sub>3</sub>A d'après [19]

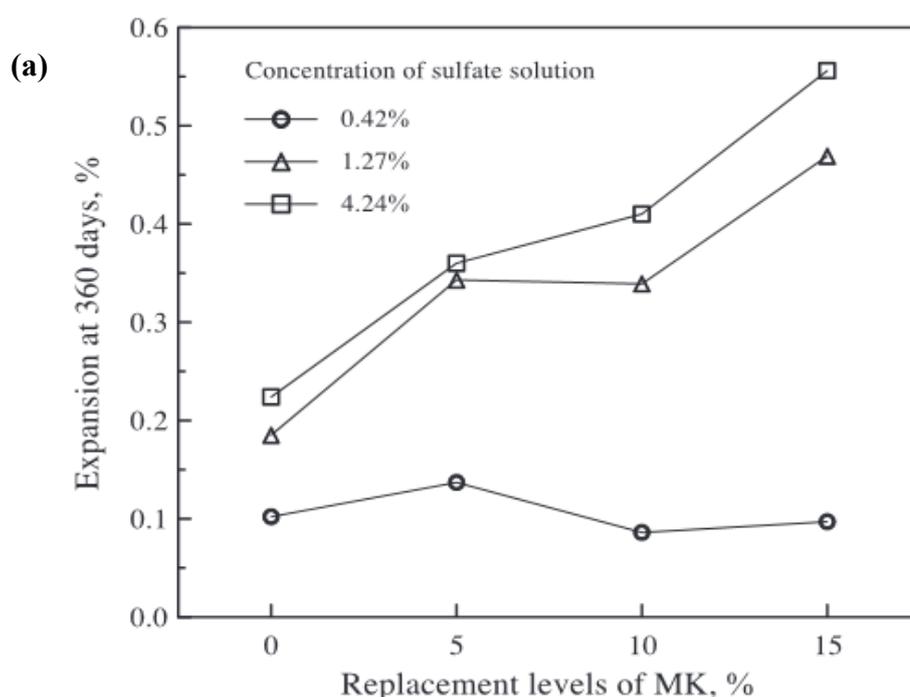


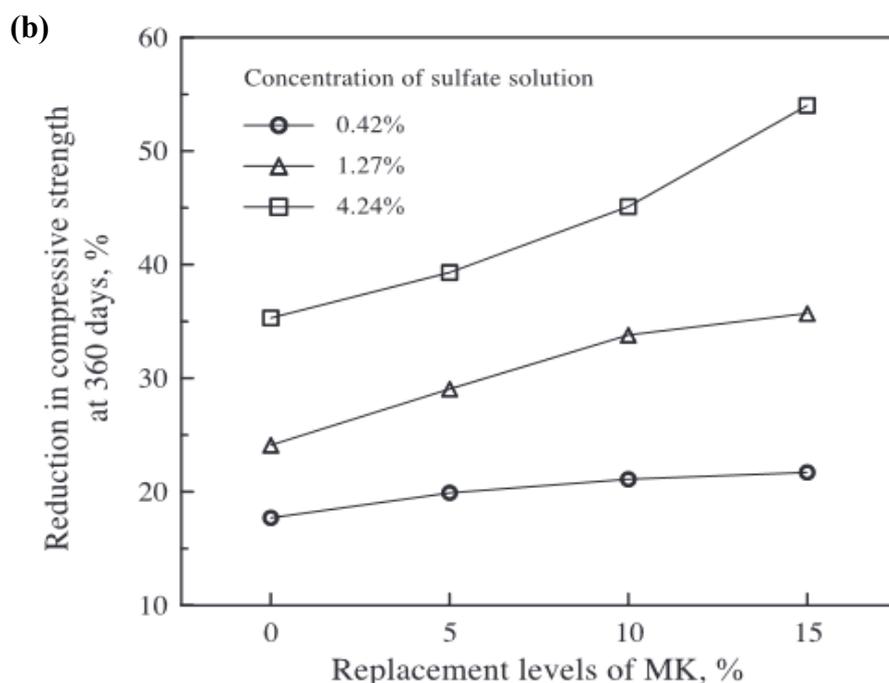
**Figure 1.21** : comparaison d'expansion de mortiers contenant différentes teneurs en pouzzolanes : MK = métakaolins, CV = cendres volantes, d'après Bai et al. [21]

Courard et al. [65] ont étudié la résistance aux sulfates des mortiers contenant 0, 10, 15% et 20 % de métakaolin . La résistance au sulfate a été déterminée en mesurant les changements de longueur des échantillons prismatiques lorsqu'ils sont stockés dans une solution de sulfate à une concentration de  $(16,0 \pm 0,5 \text{ g/l})$ . Les variations dimensionnelles ont été mesurées après des périodes de 4, 8, 12, 16, 20, 28, 40 et 52 semaines. On a observé que le mortier à base de ciment portland présente une expansion qu'après quelques jours. La variation de longueur après seulement 84 jours était de 3,7 %. Aucune expansion n'est mesurée pour les mortiers incorporant des métakaolins cette résistance accrue à l'attaque sulfatique externe, liée au contact de solution de sulfate de sodium, serait due essentiellement à la diminution de la teneur en chaux libre en présence de métakaolins. Cet effet est attribuable au caractère pouzzolanique des métakaolins qui consomment la portlandite et donc diminuent la quantité de chaux libre en solution.

Lee et al. [72] ont mesuré la résistance mécanique et l'expansion de mortiers contenant différents taux de substitution en métakaolin, immergés dans des solutions de sulfate de magnésium de concentrations différentes : 0,42 % (soit 3380 ppm de  $\text{SO}_4^{2-}$ ), 1,27 % et

4,24 %. Pour la concentration la plus faible de sulfate de magnésium, et pour des teneurs 5 et 10 % de métakaolins, le métakaolin améliorent la résistance à l'attaque sulfatique. En revanche, le mortier incorporant 15 % de métakaolin se détériore plus que le mortier de référence dans le cas des concentrations en  $MgSO_4$  les plus élevées. Pour une concentration de 1,27 % en  $MgSO_4$ , tous les mortiers incorporant des métakaolin présentent des réductions de résistance et des expansions supérieures à celles du mortier de référence, et ce, dès 270 jours. Pour la concentration la plus forte en  $MgSO_4$  (4,24 %), la diminution des performances des mortiers comparativement au mortier témoin est également importante. Des analyses par diffraction de rayons X ont permis de caractériser les phases minéralogiques présentes dans les mortiers immergés et ainsi d'interpréter les observations. Pour une importante teneur en sulfate de magnésium, du gypse et de la thaumasite (phases expansives), se forment au dépend de l'ettringite. En effet, l'ettringite se forme préférentiellement quand la concentration en sulfates est inférieure à 4000 ppm. Entre 4000 et 7000 ppm de  $SO_4^{2-}$ , on constate la formation combinée de gypse et de thaumasite. Au-delà de 7000 ppm, du gypse et des gels M-S-H sont identifiés dans la matrice cimentaire. Ces gels de M-S-H résultent de la substitution dans les C-S-H des ions calcium par les ions magnésium en forte concentration dans le milieu. Les gels de M-S-H ne présentent pas de propriétés liantes, contrairement aux C-S-H.





**Figure 1.22 :** Influence des concentrations en solution et des taux de remplacement MK des échantillons de mortier exposés aux solutions sulfate de magnésium sur : (a) Réduction de l'expansion ; (b) réduction de la résistance à la compression d'après [Lee et al. \[72\]](#)

### 1.5.2. Résistance à l'acide

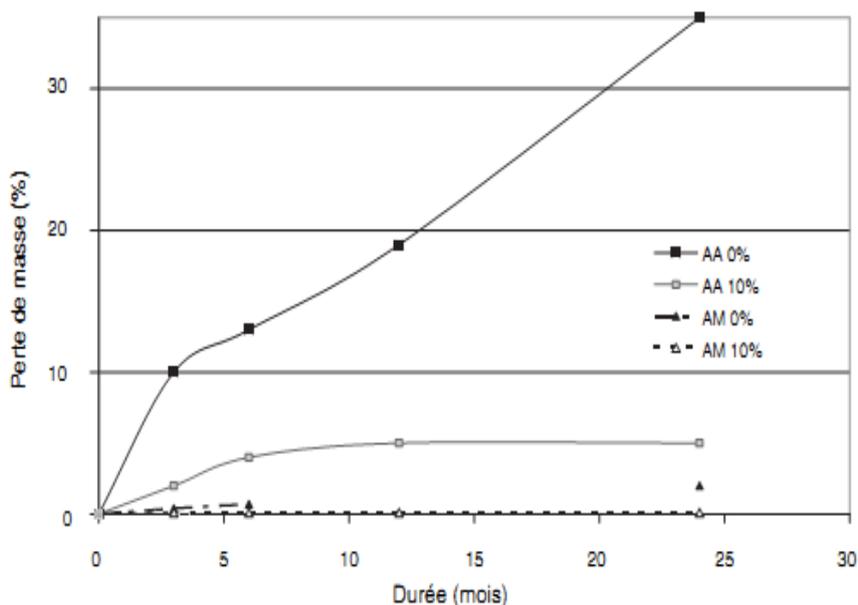
Le terme de décalcification de la matrice cimentaire traduit la dissolution des hydrates de la matrice cimentaire dont le principal constituant est le calcium. Ces hydrates ont des solubilités très différentes : l'hydroxyde de calcium est très soluble (2 g/l à 20°C) alors que les C-S-H sont faiblement solubles et leur solubilité décroît avec leur rapport C/S. Cette décalcification est induite par un gradient de concentration en calcium qui s'établit entre le milieu chimique extérieur et la solution interstitielle du béton. Cette lixiviation est d'autant plus importante que le pH du milieu environnant est bas.

[Kostuch et al \[50\]](#) ont montré qu'en substituant 10 % de ciment par de métakaolin la résistance aux attaques acides est augmentée (Figure 1. 23). Il associe ce phénomène à deux paramètres qu'induit la substitution de métakaolin dans la matrice cimentaire : le métakaolin diminue le coefficient de transfert donc l'avancée de la solution acide. La réaction pouzzolanique transforme la Portlandite en C-S-H qui ont un coefficient de solubilité plus bas et donc améliore la résistance du béton vis-à-vis de ces attaques.

Roy et al. [73] ont étudié les effets de conditions environnementales chimiques agressives sur des mortiers préparés avec du ciment ordinaire et des mélanges SF / MK / FA à faible teneur en calcium à divers niveaux de remplacement. Les conditions chimiques agressives étaient 1% d'acide sulfurique, 5% d'acide sulfurique, 1% d'acide chlorhydrique, 1% d'acide nitrique, 5% d'acide acétique et 5% d'acide phosphorique. Les mortiers ont été immergés dans ces environnements chimiques agressifs pendant 28 jours. Les résultats indiquent qu'il a été démontré que la substitution de SF, MK et FA augmente la résistance chimique par rapport au ciment ordinaire. Les mortiers est nettement moins affectés par les environnements à 1% d'acide chlorhydrique, 1% d'acide sulfurique et 1% d'acide nitrique, mais montent une faible résistance aux environnements 5% d'acide sulfurique, 5% d'acide acétique et 5% d'acide phosphorique.

Hewayde et al [74] ont incorporé 2%, 4%, 6%, 8%, 10% et 15% de MK, dans le béton à base du ciment de type 50E (est un ciment composé constitué de 65% de ciment portland et de 35% de laitier granulé finement broyé). Un rapport E/L à fixe de 0,35 a été utilisé. Des échantillons en béton ont été immergés dans des solutions d'acide sulfurique, ayant des concentrations de 3% et 7%, pendant 8 semaines. Les résultats montrent que le MK a diminué la perte de masse des échantillons de béton immergés dans des solutions de  $H_2SO_4$ , ayant des concentrations de 3% et 7%, de l'ordre de 25% et 38% respectivement.

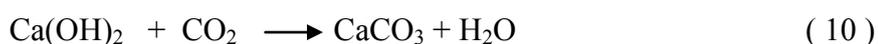
Rao et al. [75] ont étudié l'influence de l'incorporation de MK dans le béton sur la résistance à l'acide, le taux de remplacement de ciment par métakaolin varie de 0% et 10% en poids de ciment. Des échantillons en béton ont été immergés dans des solutions d'acide HCl et  $H_2SO_4$  de concentration (5%) pendant 30, 60 et 90 jours. Les résultats ont montré une plus grande résistance du béton contenant de MK à l'acide HCl et  $H_2SO_4$ , en comparaison avec le béton témoin. De même, Kannan et Ganesan [76] ont incorporé 5%, 10%, 15%, 20%, 25% et 30% de métakaolin dans le béton autoplaçant après 28 jours de durcissement, les échantillons de béton ont été immergés dans  $H_2SO_4$  ou du HCl pendant 12 semaines. Les résultats ont montré que le béton contenant 5% MK a présenté la plus forte résistance au  $H_2SO_4$ , tandis que le béton contenant 20% de MK a montré une résistance élevée à l'acide chlorhydrique HCl.



**Figure 1.23 :** Résistance de bétons sans et avec métakaolins (10 %) dans des Solutions acides acétique (AA) et acide minéral (AM) à pH 4,5, d'après *Kostuch et al [50]*

### 1.5.3. Résistance à la carbonatation

La carbonatation est une réaction chimique qui se produit entre la portlandite et le dioxyde de carbone  $\text{CO}_2$ . La portlandite est présente dans le ciment hydraté. Le gaz  $\text{CO}_2$  est présent dans l'atmosphère. Lorsque le  $\text{CO}_2$  pénètre dans le béton durci, il réagit avec la portlandite en présence d'humidité formant  $\text{CaCO}_3$ . Ceci est exprimé en :



La carbonatation nécessite la présence d'eau car le  $\text{CO}_2$  doit se dissoudre dans l'eau et former  $\text{H}_2\text{CO}_3$ . Selon Taylor [77], les ions  $\text{OH}^-$  et  $\text{Ca}^{2+}$  requis par ces réactions sont obtenus par dissolution de CH et décomposition des phases hydratées de silicate et d'aluminate. La décalcification du C-S-H est mise en évidence initialement par une réduction du rapport Ca/Si, et finalement par la conversion en une forme hautement poreuse de silice. Les tests de phénolphthaléine montrent que le pH tombe ou moins à 8,5, accélérant ainsi la vitesse de corrosion. La vitesse à laquelle les carbonates de béton dépendent de (1) sa perméabilité (2) le degré de saturation avec l'eau ; et (3) masse d'hydroxyde de calcium disponible pour la réaction ; (4) l'humidité relative ; et (5) la température de l'environnement où le béton est placé

Jones et al. [78] ont étudié le développement de la profondeur de carbonatation du béton durci jusqu'à 2 ans en utilisant une version modifiée d'essai de carbonatation (CEN). Dix mélanges de béton ont été examinés : béton avec de ciment portland (PC), béton avec de ciment portland (PC) / 30% cendre volante (PFA), béton avec de ciment portland (PC) / 40, 50 et 65% de laitier, béton avec de ciment portland (PC) / 10, 15 et 20% de MK et béton avec de ciment portland (PC) / 10 et 15% de fumée de silice (SF). Les résultats ont montré que la profondeur de carbonatation augmente avec l'augmentation de la teneur en MK. Des résultats similaires ont été rapportés par, Mc Polin et al. [79] ont évalué la profondeur de carbonatation de béton à base de ciment sans additions et bétons contenant 30% de cendre volante, 50% de laitier, 10% de MK et 10% de fumée de silice respectivement, ces bétons ont été exposés à l'environnement de carbonatation accélérée (5% de CO<sub>2</sub>) pendant 6 semaines. Le taux de carbonatation après 6 semaines d'exposition a indiqué que le béton à base de ciment portland était plus performant que le béton contenant des additions minérales.

Duan et al. [80] ont étudié la résistance à la carbonatation du béton, le ciment a été remplacé par 10% de métakaolin. Les résultats ont montré une plus grande profondeur de carbonatation dans le béton de ciment de référence que dans le béton contenant de MK.

Kim et al. [58] ont étudié l'effet du métakaolin sur la carbonatation du béton à haute résistance. Le ciment a été remplacé par 0, 5, 10, 15 et 20% de métakaolin. Le mélange témoin contenait 563 kg de ciment, 141 kg de cendres volantes, 532 kg sable, 915 kg de gros granulats et 176 kg d'eau. La résistance du béton à la carbonatation a été évaluée par la méthode des indicateurs de la phénolphthaléine. Les conditions accélérées est de 5% de CO<sub>2</sub>, 60% d'humidité relative et 30 C°. La profondeur de carbonatation du béton a été mesurée à 7, 14, 28 et 56 jours, et les résultats sont présentés sur la figure 1.24. On a observé que la profondeur de carbonatation des mélanges de béton augmentait avec l'augmentation de la teneur en métakaolin et avec l'âge. À 28 jours, la profondeur de carbonatation du béton a augmenté de 20-30% avec une teneur en MK de 5 et 10%, alors que la profondeur de carbonatation a augmenté de 40 et 70% à 56 jours. D'autre part, la profondeur de carbonatation augmente à environ 100-370% pour des taux de remplacement de 15 et 20% respectivement en tenant compte de l'âge du béton. Cela probablement dû au fait que le remplacement du ciment par MK diminue la teneur en portlandite dans la matrice cimentaire en raison de la réaction pouzzolanique de métakaolin.

Batis et al. [23] ont mesuré l'épaisseur carbonatée de bétons armés exposés à une atmosphère riche en dioxyde de carbone. Après 8 mois, les bétons incorporant des métakaolins ne présentent pas d'épaisseur carbonatée alors que le matériau de référence est carbonaté sur 2 mm. D'autres études Bai et al [21] et Rougeau et al. [81] confirment la diminution, voir l'absence, de la carbonatation des matrices cimentaires en présence de métakaolin dans le cas de bétons compacts.

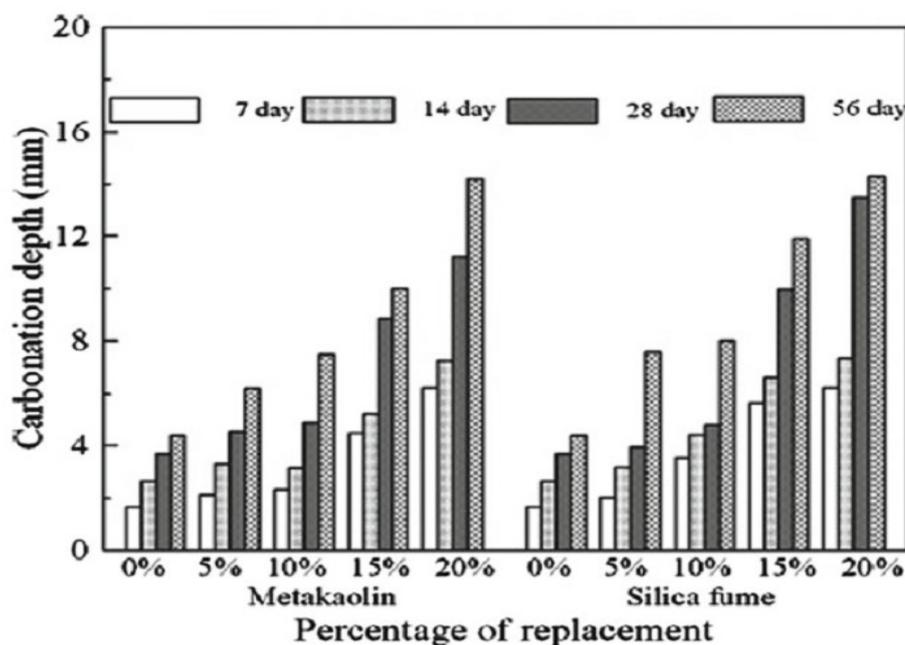


Figure 1.24 : profondeur de carbonatation de béton durci en fonction de (%) remplacement de ciment par métakaolin : MK, d'après Kim et al. [58]

#### 1.5.4. Résistance à la corrosion

Dans un béton sain, et en absence de tout agent agressif, les armatures en contact avec la solution interstitielle dont le pH est supérieur à 13, sont recouvertes d'un film protecteur : l'acier est passivé. Par contre, lors de la carbonatation du béton, le pH chute vers des valeurs de 8 à 9 et les armatures ne sont plus protégées. Il est largement admis que l'incorporation de matériaux pouzzolaniques (fumées de silice, métakaolins ou cendres volantes) dans les bétons entraîne une augmentation de la compacité du squelette, une diminution de la perméabilité, et donc une meilleure résistance du béton à la migration des ions chlorure

Batis et al. [23] ont étudié l'influence du métakaolin sur la résistance à la corrosion du mortier de ciment. Deux types de métakaolin ont été étudiés : un métakaolin commercial (MKC) de grande pureté et un métakaolin obtenu par traitement thermiquement de kaolin ayant une faible teneur en kaolinite pour les mesures de corrosion, les mélanges de mortier ont été formulés en remplaçant partiellement le ciment ou le sable par 10 et 20% par métakaolin. Pour les mesures de corrosion, les échantillons de mortier ont été exposés partiels ou totale dans une solution de NaCl à 3,5%. L'évolution de la corrosion des barres d'acier d'armature a été estimée dans tous les types d'éprouvettes par le développement de potentielle demi-cellule par rapport au temps d'exposition dans l'environnement corrosif. Les diagrammes de cette évolution sont illustrés à la Figure 1.25. Les valeurs initiales de potentielle de tous les échantillons immergés dans un environnement de chlorure, sont environ égales à 200 mV par rapport à l'électrode de référence (SCE). Par la suite, une décroissance a été observée vers des valeurs plus négatives et finalement, après 8 mois d'exposition, la différence des valeurs des potentiels entre les différents spécimens devient plus claire. IL est bien démontré ASTM C876 (1991), (*Standard Test Method for Half-Cell Potentials of Uncoated Reinforcing Steel in Concrete, American Society for Testing and Materials*). Concernant la signification de la valeur numérique des potentiels qui, si les potentiels sont numériquement inférieurs à 0,200 V par rapport à la SCE, il y a une probabilité supérieure à 90% qu'il n'y ait pas de corrosion des barres d'armature au moment de la mesure ; si les potentiels sur la zone examinée entre -0,200 et -0,350 V par rapport à la SCE, l'activité de corrosion de l'acier d'armature n'est pas certaine. Enfin, si les potentiels sont numériquement supérieurs à -0,350 V par rapport à SCE, il y a une probabilité supérieure à 90% que la corrosion des barres d'acier d'armature se produise.

D'après cette classification Bati et al [23] ont conclu que l'utilisation de MK, soit comme remplacement de sable jusqu'à 20%, soit comme substitution partielle de ciment jusqu'à 10%, améliorant la résistance des spécimens de mortier à la corrosion, tandis qu'elle n'a eu aucun effet positif lorsqu'a été ajouté avec des pourcentages élevés.

Parande et al. [82] ont étudié la résistance à la corrosion d'armatures, noyées dans des mélanges bétons/ mortiers. Le taux de remplacement de ciment par métakaolin varie de 0 %, 5 %, 10 %, 15 % et 20 % en poids de ciment. Un rapport E/C de 0,4 a été utilisé. Il a été rapporté que la vitesse de la corrosion des échantillons de mortier et béton contenant 15 % de MK était inférieure à celle de l'échantillon témoin. Tandis que pour de taux de MK supérieur à 20 %, le taux de corrosion des échantillons contenant de MK est légèrement supérieur à celle de l'échantillon de référence.

Vejmelkov A et al. [83] ont partiellement remplacé le ciment, avec 10% MK. Ils ont montré que le risque de la corrosion a été réduit dans le béton contenant de MK, cela probablement est du à la capacité de métakaolin a la fixation des ions de chlorure dans le béton, qui est environ 30% plus élevé que celle d'échantillon témoin dans cette étude. De même, Raj et Al. [84] ont partiellement remplacé le ciment, dans le béton, avec MK à des niveaux allant de 0% à 12%, avec un incrément de 2% en poids de ciment. Les résultats ont montré une réduction de corrosion pour le béton contenant du MK.

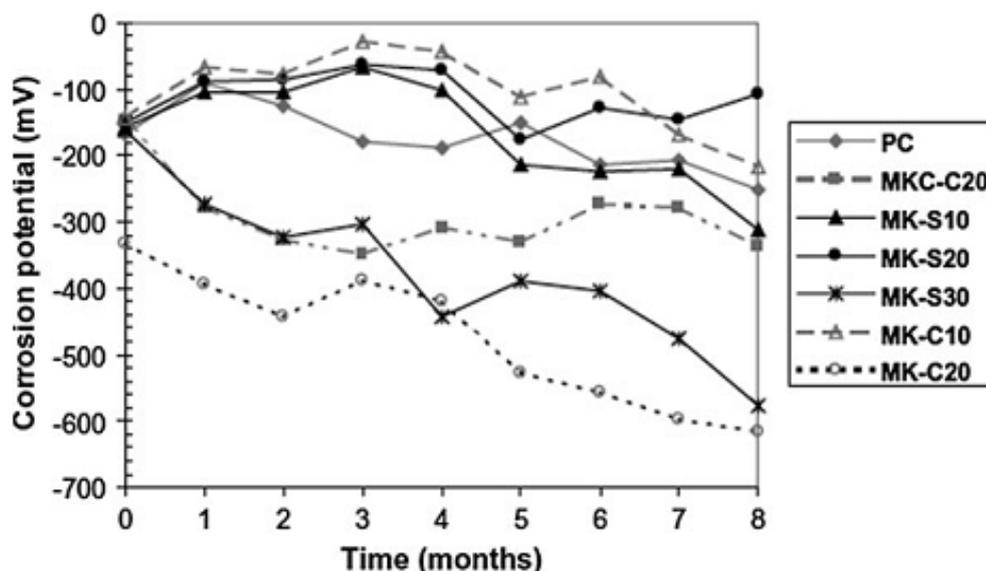


Figure 1.25 : Potentiels de corrosion des échantillons de mortier immergés dans une solution de NaCl à 3,5% , d'après Batis et al. [23].

### 1.5.5. Effet des métakaolins sur les variations dimensionnelles

#### 1.5.5.1. Retrait de séchage

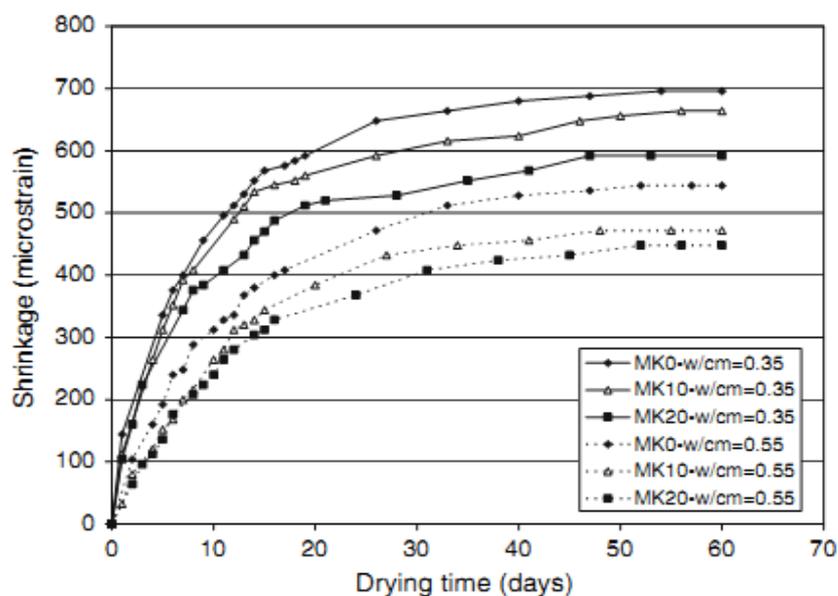
Le retrait du béton est une déformation volumique de celui-ci sous l'action de phénomènes physico-chimiques liés à l'hydratation de la pâte de ciment et au séchage. Etant donné que le taux d'humidité relative du béton coulé s'élève initialement à 100 % et que le milieu ambiant est généralement caractérisé par une humidité relative plus faible, le retrait du béton est souvent assimilé à une réduction de volume. Ce phénomène est d'autant plus important qu'il est responsable de nombreuses pathologies sur les ouvrages en béton lorsque cette déformation est empêchée.

[Caldarone et al. \[55\]](#) ont mesuré le retrait de séchage à long terme de bétons incorporant des taux de substitution en métakaolin très réactif 5% et 10% mais présentant un rapport (E/L) différents 0,41, 0,38 et 0,36, respectivement, et incorporant différents dosage en adjuvant haute réducteur d'eau (HRWR). Les spécimens ont été stockés dans de l'eau de chaux pendant 28 jours et ensuite dans l'air à 22 C° et 50,4% HR. La variation dimensionnelle et le poids ont été mesurés jusqu'à 156 jours. Les résultats ont montré que le retrait de séchage à long terme de bétons incorporant de métakaolin hautement réactif est inférieur comparant au béton témoin. Le béton incorporant 10 % de métakaolin a perdu moins de poids lors du séchage.

[Guneyisi et al. \[85\]](#) ont étudié le retrait de séchage, jusqu'à 60 jours, des bétons présentant différents rapport E/L (0,35 et 0,55), avec différents dosage en adjuvant de type haut réducteur d'eau. Incorporant des taux de substitution en métakaonlin différents (figure 1.26). Ils ont conclu que l'incorporation de MK comme une substitution partielle du ciment a diminué le retrait de séchage du béton, quel que soit le rapport E/L. Le béton incorporant 20 % de substitution en masse de ciment de métakaolin diminue le retrait de séchages 65 % par rapport au béton de référence sans métakaolin. Ainsi l'utilisation d'un rapport E /L de 0,35 donne un retrait de séchage inférieur à celui de 0,55.

[Ding et Li \[53\]](#) ont étudié le retrait libre et empêché de béton incorporant différents taux de métakaolin (0, 5, 10% et 15 %), préparé avec un même rapport E/L (de 0,39) et avec différents dosage en superplastifiant. Les résultats ont montré une diminution de retrait libre proportionnelle avec l'augmentation du taux d'incorporation de métakaolin.

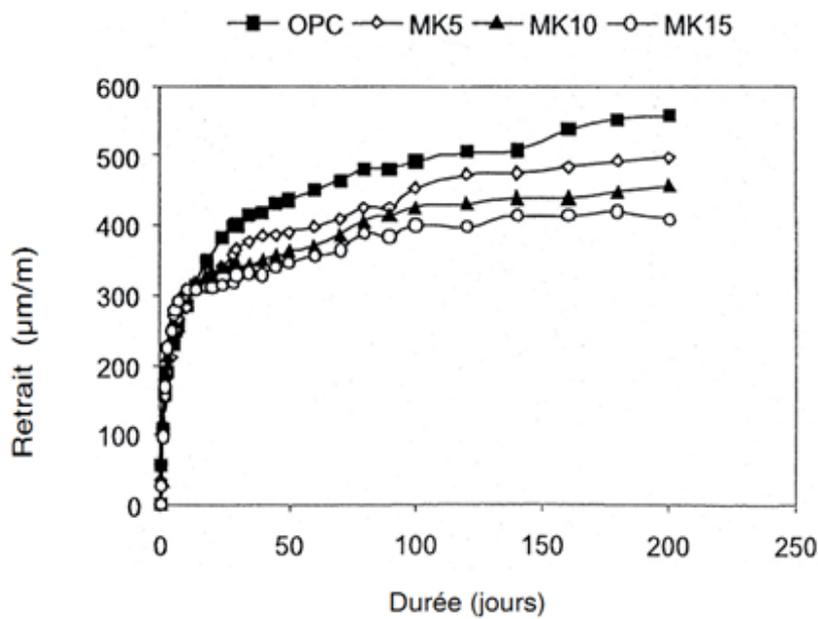
Le retrait libre des mélanges de béton MK5, MK10 et MK15 était respectivement inférieur d'environ 15%, 25% et 40% à celui du béton témoin à 28 jours. De même, La fissuration due au retrait restreint a diminué avec l'augmentation du niveau de remplacement du ciment par de MK. Pour le béton de référence sans métakaolin, la largeur de la fissure ce stabilisée pour de 0,7 mm ; pour les bétons MK5, MK10 et MK15, est de l'ordre 0,55 mm, 0,51mm respectivement. De même, Zeljkovic [86] a partiellement remplacé le ciment, dans le béton, par MK à des niveaux de 5%, 10% et 20% en poids de ciment. Un rapport E/L fixe de 0,4 a été utilisé. Ils ont mesuré le retrait de séchage, jusqu'à 112 jours. Les résultats ont montré que le retrait de séchage est réduit jusqu'à 50% avec l'incorporation de 20% de MK .



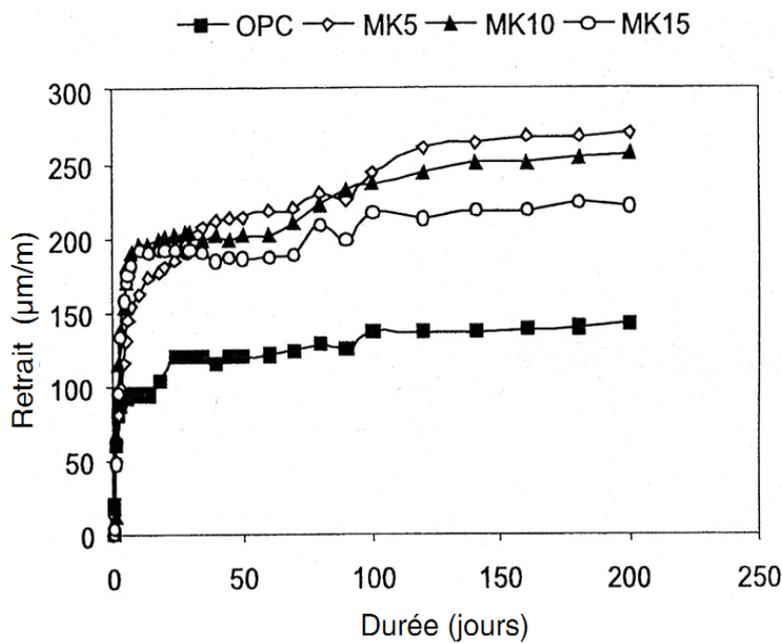
**Figure 1.26 :** Diagrammes de retrait de séchage en fonction du temps des bétons témoin et avec MK ayant des rapports E/C de 0,35 et 0,55, d'après Guneyisi et al. [85]

Des observations semblables ont été également rapportées par Brooks et al. [88] ont mesuré le retrait total et endogène de leur bétons après démoulage, soit après 24 heures (respectivement figure 1.27, a et b), présentant un même rapport E/L = 0,28, mais incorporant des taux de substitution en métakaolins différents. Le retrait de dessiccation est obtenu par soustraction du retrait endogène au retrait total (figure 1.27c). Il observant que le retrait total est d'autant plus diminué que le taux de substitution en métakaolins est important. Le retrait de dessiccation est fortement diminué par la présence des métakaolins, d'environ 50 % quelque soit le taux de substitution (figure 1.27c). La dessiccation

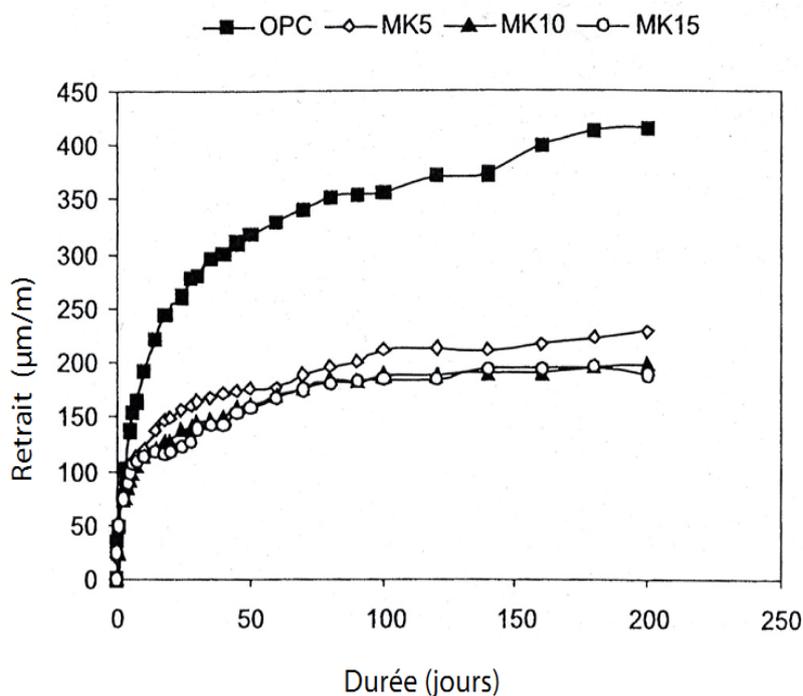
correspond à un transfert d'eau vers l'extérieur qui s'opère par diffusivité. En densifiant la matrice cimentaire et en diminuant de façon importante la taille des pores, donc sa diffusivité, les métakaolins limitent le transport de l'eau du béton vers l'extérieur, donc la dessiccation. Le retrait total observé est la résultante des deux influences. La hiérarchisation des courbes pour un taux croissant de métakaolins est similaire à celle des courbes du retrait de dessiccation.



a) Retrait total



b) Retrait endogène



c) Retrait de dessiccation

**Figure 1.27** : Influence de la teneur en métakaolin sur le retrait endogène (MK : Métakaolins, OPC : Ciment Portland Ordinaire) d'après Brooks et al [88]

### 1.5.6. Perméabilité à l'air

La perméabilité est la clé de la durabilité du béton exposé à des environnements agressifs. La perméabilité au gaz du béton est définie comme une propriété caractérisant la facilité avec laquelle le gaz sous pression traverse le béton. La perméabilité au gaz dépend des propriétés du béton (rapport eau / ciment, porosité, tortuosité des pores et des fissures, etc.) ainsi que l'influence des conditions environnement d'expositions (humidité, température, etc.), viscosité du gaz, gradient de pression appliqué.

Guneyisi et al. [85] ont étudié l'effet de métakaolin et de la fumée de silice sur la perméabilité aux gaz des bétons. Les bétons ont été fabriqués avec des rapports eau/ liants de 0,25 et 0,35. Le dosage de métakaolin et de fumée de silice variait de 5 à 15% en poids de ciment. Ils ont observé une réduction significative de la perméabilité aux gaz des bétons avec métakaolin qui diminuaient encore avec l'augmentation de la teneur d'incorporation

de métakaolin dans le béton et cela indépendamment de rapport eau/ liants comme il est montré à la Figure 1.28. La principale raison qui pourrait être attribuée à la diminution de perméabilité est que l'addition de métakaolin provoque un raffinement considérable des pores, c'est-à-dire une transformation de plus grands pores en plus petits en raison de leur réaction pouzzolanique.

Badogiannis et al. [89] ont testé la perméabilité aux gaz de bétons incorporant des métakaolin (figure 1.29). Il apparaît que la perméabilité la plus basse est obtenue pour un taux de substitution en métakaolins de 10 % par rapport à la masse de ciment. Contrairement à la diffusivité, la perméabilité est un transport par les chemins de percolation, mais aussi la porosité totale du matériau. Il a été exposé que les métakaolins avaient deux effets opposant, sur la microstructure, qui se compensent plus ou moins selon le taux de substitution. La segmentation des chemins percolant par les produits pouzzolaniques formés en présence de métakaolins diminue la perméabilité au gaz. Le taux de substitution optimum est de 10 %. Au-delà du taux de 10 %, il semblerait que l'augmentation de la porosité totale induite par les métakaolins prenne le pas sur la diminution des chemins percolant : la perméabilité au gaz augmente. quoi qu'il en soit, la perméabilité au gaz de béton incorporant des métakaolins est inférieure à celle de bétons sans métakaolin.

Cassagnabere et al. [90] ont examiné la perméabilité à l'oxygène du mortier incorporation de métakaolin pour taux de remplacements de 0, 12,5 et 25%. L'étude a examiné deux types de ciment C1 est un ciment CEM I 52,5 R ne contenant pratiquement que du clinker (94 %) Le ciment C2, de notation CEM II 52,5 N, est un ciment composé (notation II) qui renferme 82 % de clinker et 18 % de GGBS. Il est moins réactif au jeune âge (N) et possède la même classe de résistance que le ciment C1 (52,5 MPa). En effet, la porosité restant sensiblement similaire pour tous les mélanges, les évolutions de perméabilité peuvent être expliquées par les variations des chemins percolants. Dans le cas des mélanges avec MK (Mi-12,5 % et Mi-25 %), la variation des chemins percolants peut être expliquée par leurs segmentations à cause de la néoformation d'hydrates issus de la réaction pouzzolanique. L'apparition de ces nouveaux hydrates peut provoquer une diminution de la perméabilité déjà observée par (Badogiannis et Tsvivilis [92] ; Shekarchi et al. [180] ).

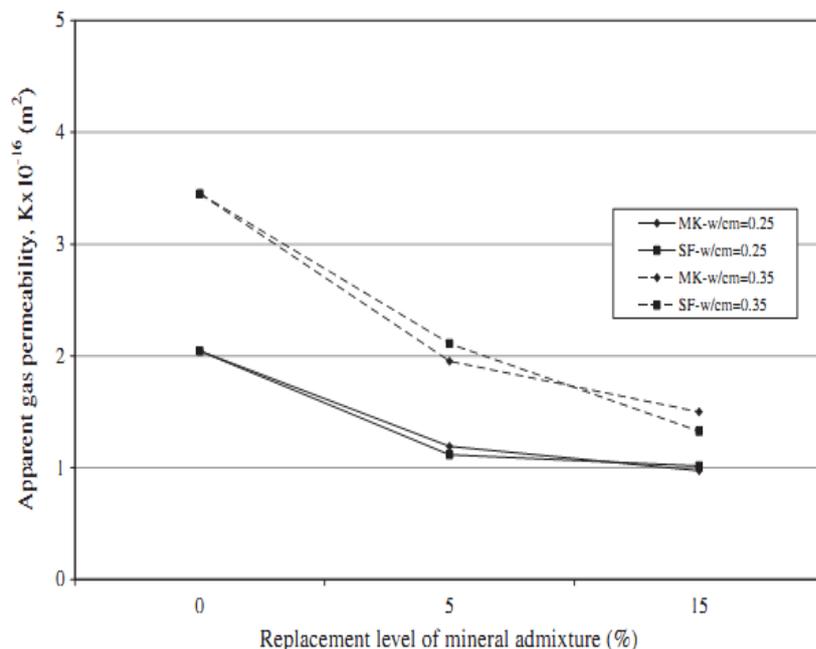
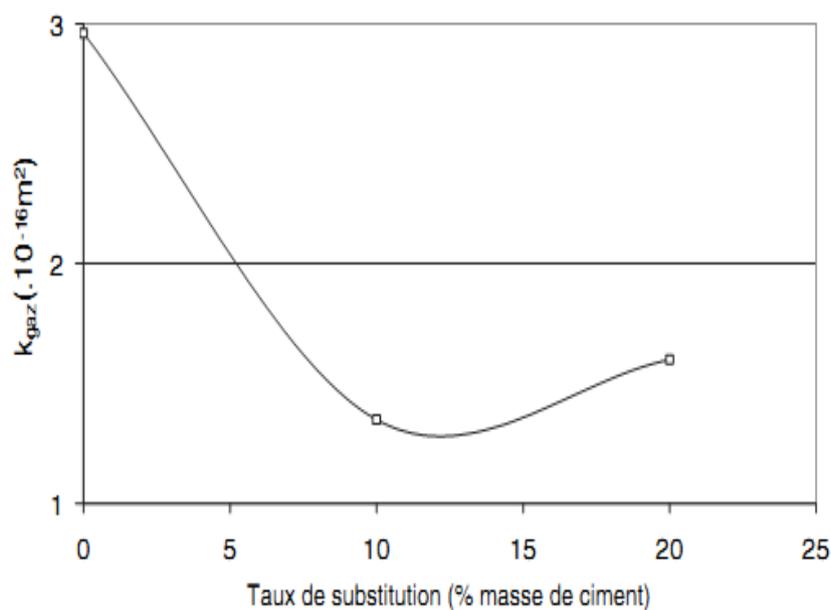


Figure 1.28 : Évolutions du coefficient de la perméabilité au gaz apparent du béton pour différentes teneurs de MK et Fumée de silice : SF, d’après Guneyisi et al. [85]

Table 1.15 : Valeurs de perméabilité au gaz du béton pour différentes teneurs de MK [90]

Durability indicators						
Designation	M1-0%	M1-12.5%	M1-25%	M2-0%	M2-12.5%	M2-25%
<u>Water porosity</u>						
$p_w$ (%)	16.3±0.12	15.7±0.35	17.6±0.09	17.7±0.19	17.4±0.11	17.9±0.23
<u>Absorption test</u>						
$Ab_{24h}$ (kg/m <sup>2</sup> )	3.90	4.49	5.12	4.29	6.64	4.90
Sorptivity S (kg.m <sup>2</sup> /√h)	0.88	0.99	1.17	0.90	1.39	0.99
<u>Oxygen permeability</u>						
Intrinsic perm. $k_{int}$ (m <sup>2</sup> )	8.4	62.6	24.8	11.6	27.4	14.1
Klinkenberg coef. $\beta$	0.45	0.26	0.83	0.29	0.27	0.25



**Figure 1.29 :** Évolutions du coefficient de la perméabilité au gaz du béton pour différentes teneurs de MK d'après *Badogiannis et al. [89]*

### 1.5.6. Effet de métakaolin sur l'évolution de la porosité

Dans la plupart des cas, le mortier et le béton contenant d'additions minérale ont des valeurs de porosité égale ou inférieure aux valeurs du béton à base de ciment portland cependant, ce n'est pas la porosité totale seul qui détermine la performance et la durabilité du béton, car c'est la distribution et la taille des pores et la perméabilité qui ont pour effet le plus important . L'évolution de porosité de béton contenant d'additions minérale dépend de certaines propriétés des additifs minéraux, telles que la taille des particules, la composition chimique et minéralogie et la perte au feu.

*Bready et al. [91]* ont étudié la porosité totale de pâtes de ciment contenant des teneurs variables en métakaolins à différents rapports E/C (maintien de la maniabilité constante d'une pâte à une autre). Ces pâtes ont toutes été conservées dans l'eau pendant 28 jours. Il apparait que pour des teneurs en métakaolin inférieures à 20 %, la porosité totale des pâtes diminue comparativement à la pâte de ciment portland de référence. Au contraire, pour des teneurs supérieures à 30 %, la porosité totale croît. Cette augmentation de porosité serait due aux métakaolins eux-mêmes car pour de tels taux, les métakaolins ne réagissent pas

totalemment et ont tendance à s'agglomérer, participant alors à l'accroissement de la porosité totale. Larbi et Bijen [92] ont rapporté qu'à 100 jours de durcissement, le volume et le seuil du diamètre de pores du mortier ont diminué en présence de métakaolin .

De même, Badogiannis et Tsvivilis [93] ont étudié la porosité des bétons incorporants de kaolin de faible teneur en kaolinite et de métakaolin commercial de haute pureté. Des mélanges de béton ont été formulé dans lesquels le métakaolin a remplacé le ciment ou le sable en pourcentages de 10 % ou 20 %. L'addition de métakaolin a provoqué une réduction de la porosité totale du béton. La porosité totale du béton contenant de métakaolin varie de 7,2 à 11,2 %, tandis que le béton témoin présente une porosité totale de 11,1 %.

Poon et al. [48] ont étudié la porosité et la distribution de la taille des pores d'une pâte de ciment haute performance incorporée du métakaolin. Les pâtes de ciment ont été préparées avec des teneurs en métakaolin de 5, 10 et 20% et avec un rapport E/L de 0,3. La taille des pores et la porosité ont été mesurées par porosimétrie par intrusion de mercure (MIP), et les résultats sont donnés dans le tableau 1.16. La porosité totale et la taille moyenne des pores des pâtes diminuent avec l'âge de durcissement. Les pâtes contenant de MK ont une porosité inférieure et des diamètres de pores moyens plus petits que la pâte témoin.

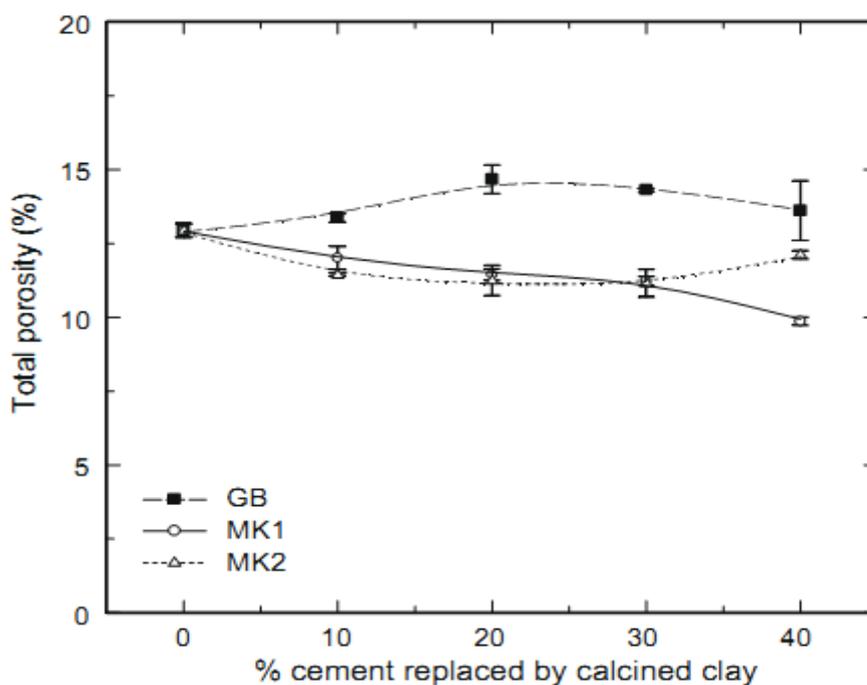
Gonçalves et al. [70] ont déterminé la porosité totale des mortiers préparés avec trois type de métakaolin : (1) brique d'argile calcinée broyée (GB); (2) métakaolin commercial (MK1) et (3) argile calcinée produite dans le laboratoire (MK2). Préparés avec un rapport (E/L= 0,5). Le ciment a été partiellement remplacé par 10%, 20%, 30% et 40%. Les resultats montrent que le remplacement de 30% du ciment par un des échantillons de métakaolin (MK1 ou MK2) a donné lieu à une réduction continue de la porosité totale. Ceci peut être attribué, à au moins en partie, à l'amélioration de l'emballage des mélanges. Des comportements différents ont été trouvés pour les remplacements de 40% de ciment par les échantillons de métakaolin : alors que le remplacement par MK1 a entraîné une réduction supplémentaire de la porosité, la même chose n'a pas été observée lorsque MK2 a été ajouté. Dans le cas de la brique d'argile calcinée (GB), pour tous les pourcentages de remplacement, la porosité du mortier est supérieure de l'échantillon témoin.

Khatib et al. [71] ont mesuré le volume poreux de pâtes de ciment de même rapport E/C (0,55) incorporant différentes proportions de métakaolins (0, 5, 10 et 15 %), pour différentes durées de cure humide à 20 °C : 3, 7, 14, 28, 90 et 365 jours. Ces résultats sont reportés ci-dessous (figure 1.31). Pour la pâte de ciment de référence (sans métakaolin), le volume poreux diminue régulièrement au cours du temps, traduisant le développement continu des hydrates. Pour les pâtes contenant des métakaolin, le volume poreux total diminue jusqu'à 14 jours, puis augmente entre 14 et 28 jours de cure avant de diminuer à nouveau.

Khatib et al. [94] ont effectué des mesures de distribution porosimétrique par intrusion de mercure sur des pâtes contenant différents taux de métakaolins. La figure 1.32 superpose l'évolution du rayon de pore critique qui en est déduit. D'après cette figure, le rayon de pore critique diminue rapidement au cours des 28 premiers jours de cure dans toutes les pâtes. Au-delà, la valeur du rayon de pore critique se stabilise peu à peu pour atteindre une valeur constante. Ces résultats sont classiques et reflètent la formation progressive des hydrates. Pour les pâtes contenant des métakaolins, les distributions porosimétriques révèlent la présence de deux familles de pores : - la première famille, peu représentée, concerne les pores de taille supérieure à 0,02  $\mu\text{m}$ . Cette famille est celle qui est abondamment présente dans les pâtes sans métakaolins. La seconde famille de pores de petit diamètre ( $< 0,02 \mu\text{m}$ ) s'avère importante. Les auteurs observent que la proportion de pores de petite taille augmente significativement en présence de métakaolins à partir de 14 jours avant de se stabiliser. Étant donné les connaissances exposées précédemment, cette famille poreuse concerne la porosité intra-hydrate, soit les pores de diamètre très faible des hydrates, produits des réactions pouzzolaniques. De plus, le rayon de pore critique semble d'autant plus petit que la teneur en métakaolins est importante, donc les hydrates nombreux. Les plus grands pores sont donc colmatés en présence de métakaolins au profit de pores très fins : les produits des réactions pouzzolaniques segmentent et tapissent les plus gros pores ce qui en diminue la taille.

**Table 1.16 :** Diamètre moyen des pores et porosité totale des pâtes de ciment avec et sans métakaolin [48]

Mix	Average pore diameter ( $\mu\text{m}$ )			
	3 days	7 days	28 days	90 days
Control	0.0380	0.0371	0.0362	0.0348
5% MK	0.0357	0.0279	0.0257	0.0243
10% MK	0.0287	0.0251	0.0197	0.0186
20% MK	0.0204	0.0143	0.0122	0.0114
Total porosity of blended cement pastes				
Control	20.11	17.99	15.58	14.04
5% MK	18.17	15.36	13.82	12.51
10% MK	16.84	15.18	12.37	11.68
20% MK	16.30	12.85	10.73	9.21



**Figure 1.30 :** Influence de proportion de ciment remplacé par argile calciné sur la porosité totale d'après Gonçalves et al. [70]

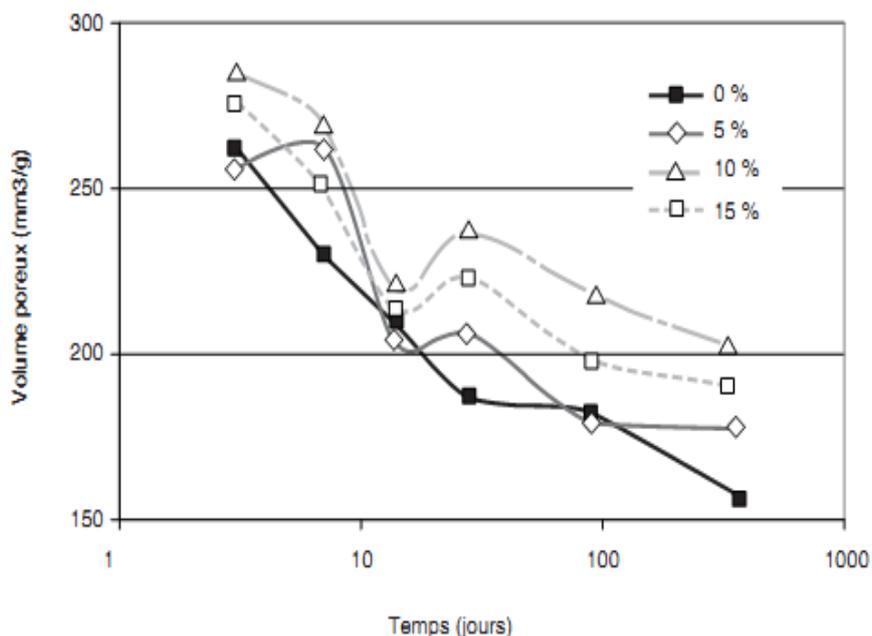


Figure 1.31 : Evolution du volume poreux en fonction du temps pour des mélanges intégrant différents taux de métakaolins, d'après Khatib et al [71]

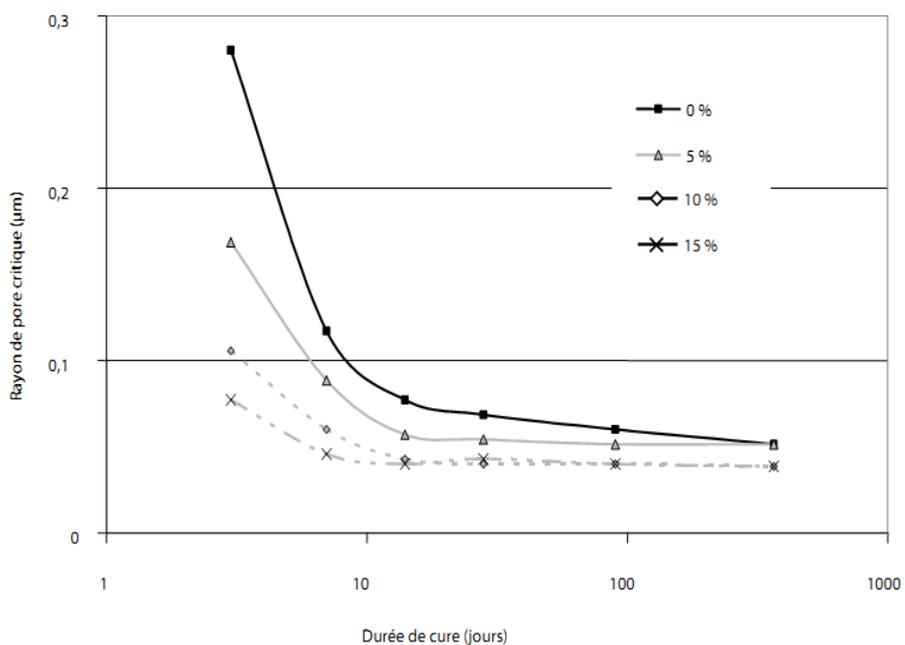


Figure 1.32 : Evolution du diamètre de pore critique en fonction de la durée de cure pour des pâtes de ciment intégrant différents taux de métakaolins d'après Khatib et al [94].

## 1.6. Conclusion de la partie bibliographique

En conclusion, à travers ces données bibliographiques nous pouvons dire que les métakaolins étudiés présentent, lorsqu'ils sont introduits dans des matrices cimentaires, des performances intéressantes, tant au niveau des résistances mécaniques que de la durabilité qui peut vent être résumées comme suit :

- 1- L'incorporation de métakaolin dans le ciment a pour effet de retarder le temps de prise. Le temps de prise augmente légèrement avec l'augmentation de la teneur en MK, qui dépend essentiellement de leur taux d'incorporation, de MK et de leur réactive, ainsi de la finesse et de type de ciment ;
- 2- L'incorporation de MK dans le mélange de béton et mortier a pour effet dans la plupart des cas de réduire l'ouvrabilité de béton et de mortier et d'augmenter la demande en eau et en adjuvants ;
- 3- L'incorporation de MK dans le système cimentaire améliore les propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression, la résistance à la flexion ;
- 4- L'incorporation de MK dans le système cimentaire améliore les propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression et la résistance à la flexion ;
- 5- Le module d'élasticité statique semble généralement augmenter avec l'augmentation de la teneur en MK, mais le taux d'augmentation est plus faible comparant que celui de la résistance à la compression. Une tendance similaire pour le module d'élasticité dynamique a été observée ;
- 6- Le béton incorporant de MK offre une meilleure résistance au sulfate de sodium particulièrement pour des taux d'incorporation du métakaolin plus élevée. Au contraire, l'incorporation de MK dans le système cimentaire a pour effet négatif sur la résistance au sulfate de magnésium. Plus le contenu de MK est élevé, plus l'attaque au sulfate de magnésium est sévère ;
- 7- L'incorporation du métakaolin dans le béton semble a pour effet d'augmenter, la profondeur de carbonatation. Pour des bétons de faible rapport E/C l'incorporation du métakaolin dans le béton a pour effet de réduire la profondeur de carbonatation ;
- 8- L'incorporation le métakaolin dans le béton comme substitution partielle de ciment jusqu'à 15 % ou soit comme remplacement du sable jusqu'à 20 % a pour effet d'améliorer la résistance de corrosion du mortier et béton ;

- 9- Le béton incorporant de MK, subit moins de contractions de séchage en comparant ou béton a base de ciment seul. La substitution de ciment par 15 % et 20 % de métakaolin est plus performante ;
- 10 - L'incorporation de MK dans le béton a pour effet de diminuer la perméabilité au gaz ;
- 11- Pour des rapports E/L faible, l'incorporation de métakaolin dans le système cimentaire a pour effet de diminuer la porosité totale. Tandis que pour des rapports plus élevés ( $E/L > 0,50$ ) a pour effet d'augmenter la porosité totale. Ainsi, l'incorporation de MK dans le système cimentaire a pour effet de modifier la structure poreuse de la matrice cimentaire.

## **Chapitre 2 :**

---

### **MATÉRIAUX, PROGRAMME EXPERIMENTALE ET ESSAIS UTILISÉS**

#### **2.1 Introduction**

Dans la synthèse bibliographique, nous avons montré les avantages de l'incorporation du métakaolin dans le ciment, plus particulièrement du point de vue, performance mécanique et durabilité. Comme indiquées précédemment, les recherches entreprises dans le cadre de cette étude visent à déterminer les effets de métakaolin sur les propriétés frais et durci de mortier et béton. Les facteurs à prendre en compte sont notamment l'influence de la teneur de remplacement du ciment par MK, la teneur en eau. Le mortier et le béton sont des composites constitués de plusieurs composants, comprenant du ciment, de l'eau, des agrégats et des adjuvants. Chacun de ces composants a un niveau d'efficacité différent en ce qui concerne certaines propriétés du mortier et du béton, en fonction des caractéristiques des composants du matériau. En conséquence les composants des matériaux sélectionnés pour la pâte, le mortier et le béton étudiés dans cette étude doivent être soigneusement définis. Par ailleurs, il est essentiel que ces matériaux soient malaxés correctement afin de produire un mélange homogène à grande échelle et possédant par conséquent des propriétés uniformes. Ainsi, pour évaluer ces propriétés, on doit choisir des moyens adéquats afin de parvenir à un meilleur contrôle.

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la présentation des caractéristiques de matériaux utilisés durant ce projet de recherche, le programme expérimental et les procédures des malaxages pour confectionner nos mélanges ; pâtes, mortiers et bétons, ainsi que les différents essais expérimentaux réalisés aux différentes phases de programme expérimental.

## 2.2 MATÉRIAUX UTILISÉS

Dans le cadre de cette étude, nous avons confectionné différents mélanges : pâtes cimentaires, mortiers et bétons en basant sur les matériaux locaux suivants :

### 2.2.1 Sable

Le sable employé est sable siliceux de classe granulaire (0/4 mm). La courbe granulométrique de ce sable est représentée dans la figure (2.1) ; les caractéristiques physiques du sable utilisé sont représentées dans le tableau (2.1).

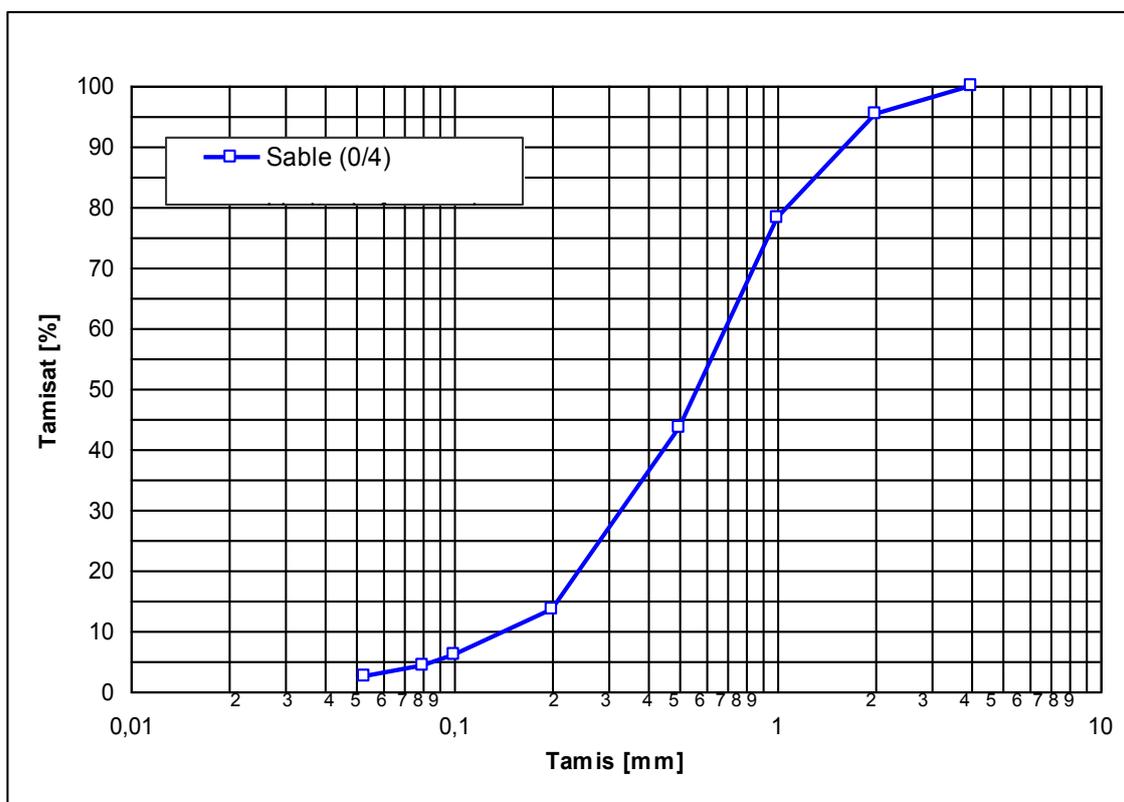


Figure 2.1 : La courbe granulométrique du sable.

Tableau 2.1 : Les caractéristiques physiques du sable.

Caractéristiques physiques	Valeurs
Masse volumique apparente (g/cm <sup>3</sup> )	1.58
Masse volumique absolue (g/cm <sup>3</sup> )	2.63
Module de finesse	2.53
Équivalent de sable [%]	77.40

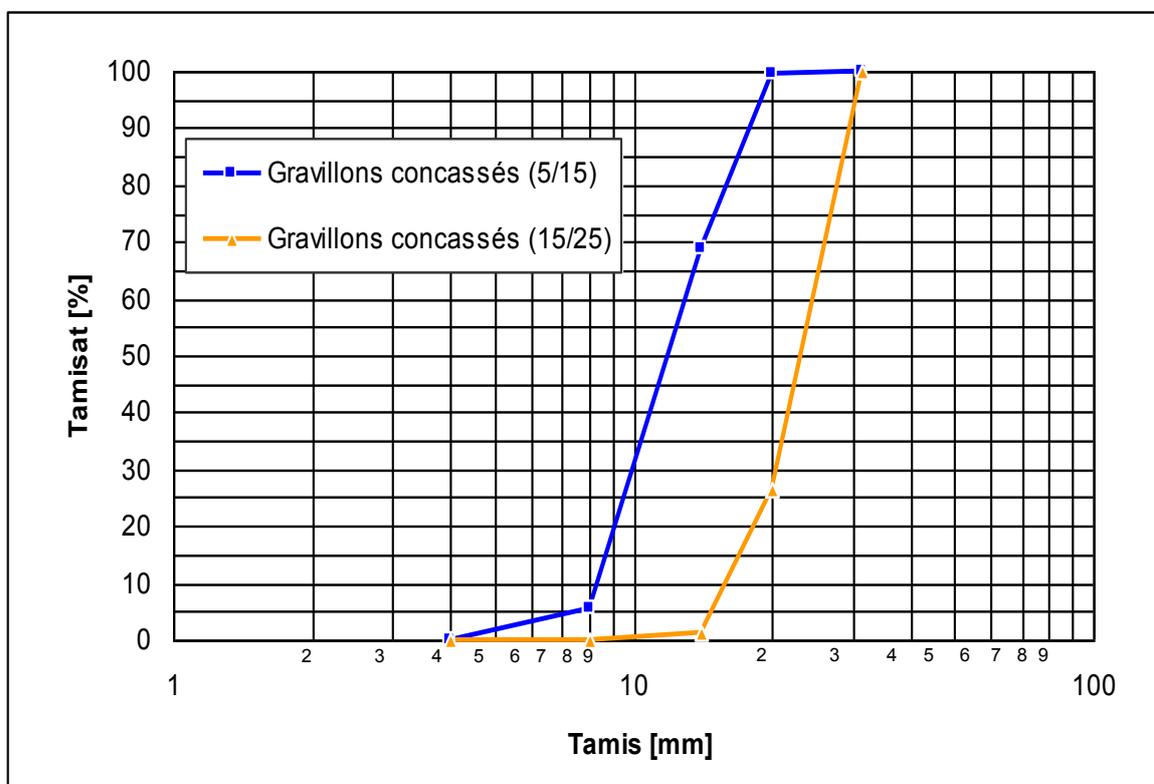
### 2.2.2 Gravillons

Nous avons utilisé durant cette étude des gravillons concassés, de nature silico-calcaire et sont disponibles dans le marché algérien sous forme granulaire de (5/15 mm) et (15/25 mm).

Les caractéristiques physiques et l'analyse granulométrique de ces gravillons sont représentées dans *le tableau (2.2)* et *la figure (2.2)* respectivement.

**Tableau 2. 2 :** Les caractéristiques physiques des gravillons.

Caractéristiques physiques	G. concassés (5/15)	G. concassés (15/25)
Masse volumique apparente (g/cm <sup>3</sup> )	1.390	1.410
Masse volumique absolue (g/cm <sup>3</sup> )	2.631	2.630
Observation	durs	durs



**Figure 2.2 :** Les courbes granulométriques des gravillons.

### 2.2.3 Ciment

Tous les mélanges ont été fabriqués avec un seul type de ciment (CEM I/42.5N) provenant de la cimenterie à Aïn-Touta (SCIMAT) conforme à la norme algérienne (NA 442). Ses analyses chimiques et physiques et minéralogiques sont données dans *le tableau (2.3) et (2.4) respectivement.*

**Tableau 2.3 :** *Les analyses chimiques et physiques du ciment.*

Composition chimique [%]		Caractéristiques physiques	
CaO	61.79	Masse volumique absolue (g/cm <sup>3</sup> )	3.15
SiO <sub>2</sub>	20.16	Masse volumique apparente (g/cm <sup>3</sup> )	1.09
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.24	Surface spécifique Blaine [cm <sup>2</sup> /g]	3500
P.A.F	5.00	Consistance normale [% H <sub>2</sub> O]	27.00
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.89	Début de prise [min]	125
SO <sub>3</sub>	2.12	Fin de prise [min]	205
MgO	1.24	Expansion à Chaud [mm]	-
R.Insol.	0.64	Refus au tamis 45 µm [%]	-

**Tableau 2.4:** *Composition minéralogique potentielle de ciment utilisée d'après la formule de Bogue [101].*

Composition minéralogique (%)			
C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
52.48	13.86	4.65	11.83

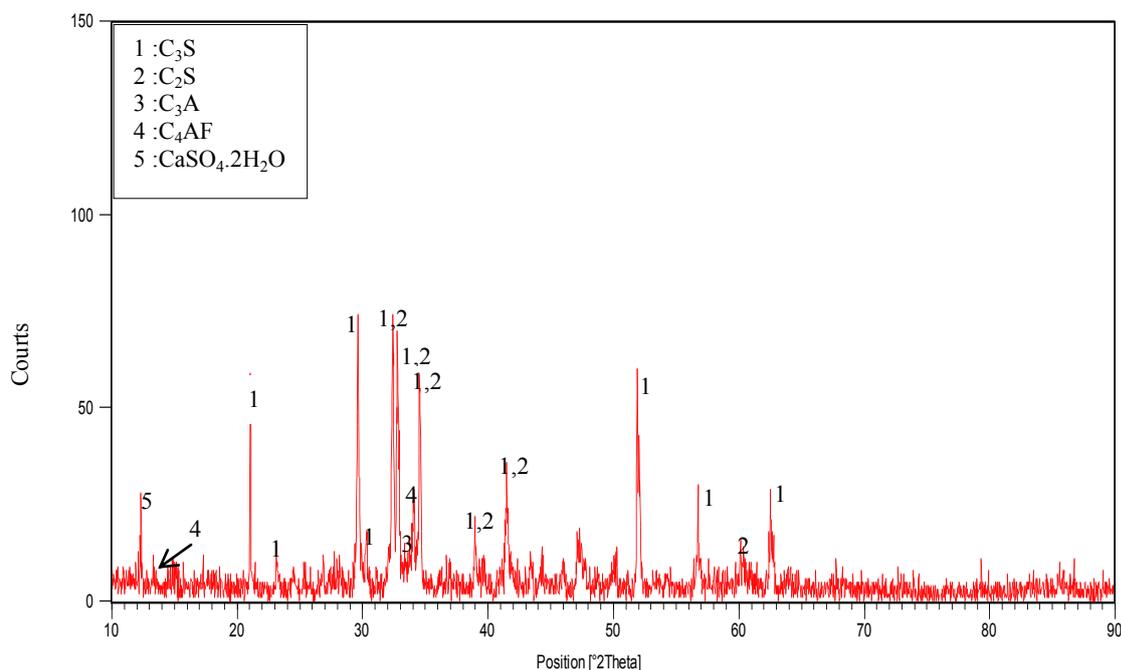


Figure 2.3 : Spectre de diffraction des rayons X du ciment

### 2.2.4 Métakaolins

Elles sont obtenues par la calcination du kaolin local connu sous le nom Kaolin de Tamazert provient du complexe du kaolin (SOALKA) d'El Milia (wilaya de Jijel). En se basant sur les résultats des travaux de recherche Badogiannis [Badogiannis et al. \[31\]](#), le kaolin est calciné en four électrique programmable (model Nabertherm) de capacité (1,5 kg). Pendant 3 heures à température 850 C° avec une remontée de température 5 C°/min. Les métakaolins obtenus possédantes les caractéristiques physiques suivantes : (Masse volumique absolue = 2,52 g/cm<sup>3</sup>, Masse volumique apparente = 1,15 g/cm<sup>3</sup> et une surface spécifique = 4500 cm<sup>2</sup>/g). Les compositions chimiques de métakaolin et de kaolin sont données dans le tableau (2.5).

Tableau 2.5 : Composition chimique par fluorescence X de kaolin et du métakaolin

Élément	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	P.A.F	Na <sub>2</sub> O	MgO	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>
Métakaolin	53.05	37.15	3.12	0.22	1.47	0.23	0.55	3.51	0.02
Kaolin	49.30	33.00	2.25	0.08	10.00	0.25	0.40	3.09	0.06

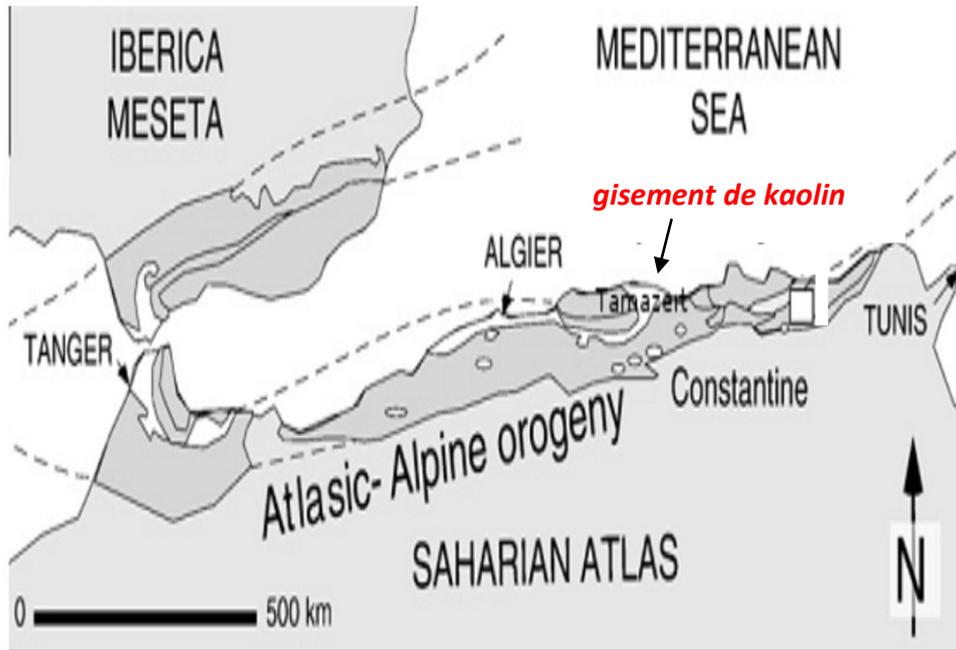
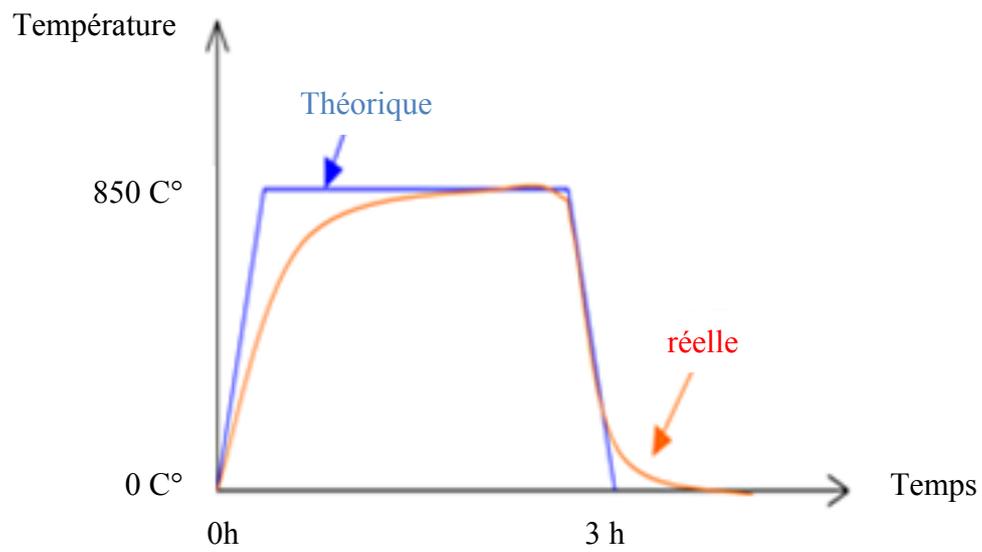


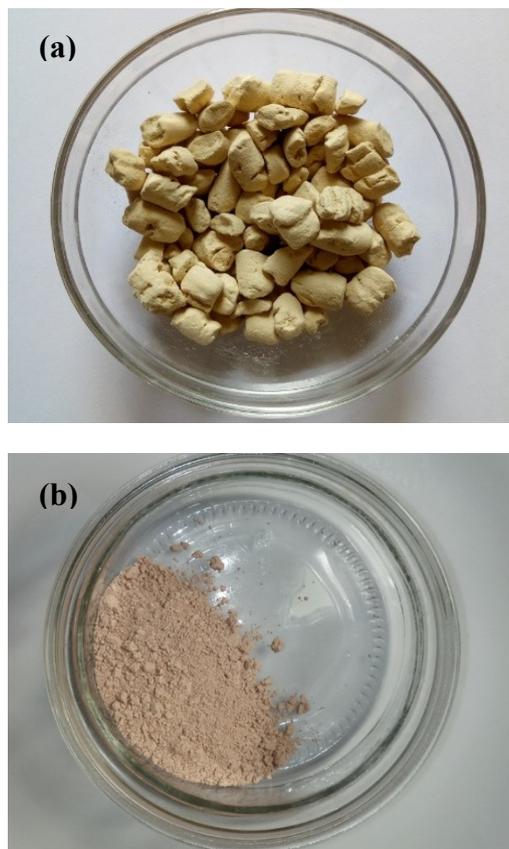
Figure 2. 4 : Photo de Carte de la situation géographique du gisement de kaolin de Tamazert [102]



Figure 2.5 : Photo de four électrique model Nabertherm utilise pour le traitement thermique (calcination) de Kaolin (université de Biskra)



**Figure 2.6 :** Évolution de la température en fonction du temps a l'intérieur du four électrique lors de traitement thermique (calcination) de kaolin



**Figure 2.7 :** Photo de kaolin (a) et de Métakaolin (b)

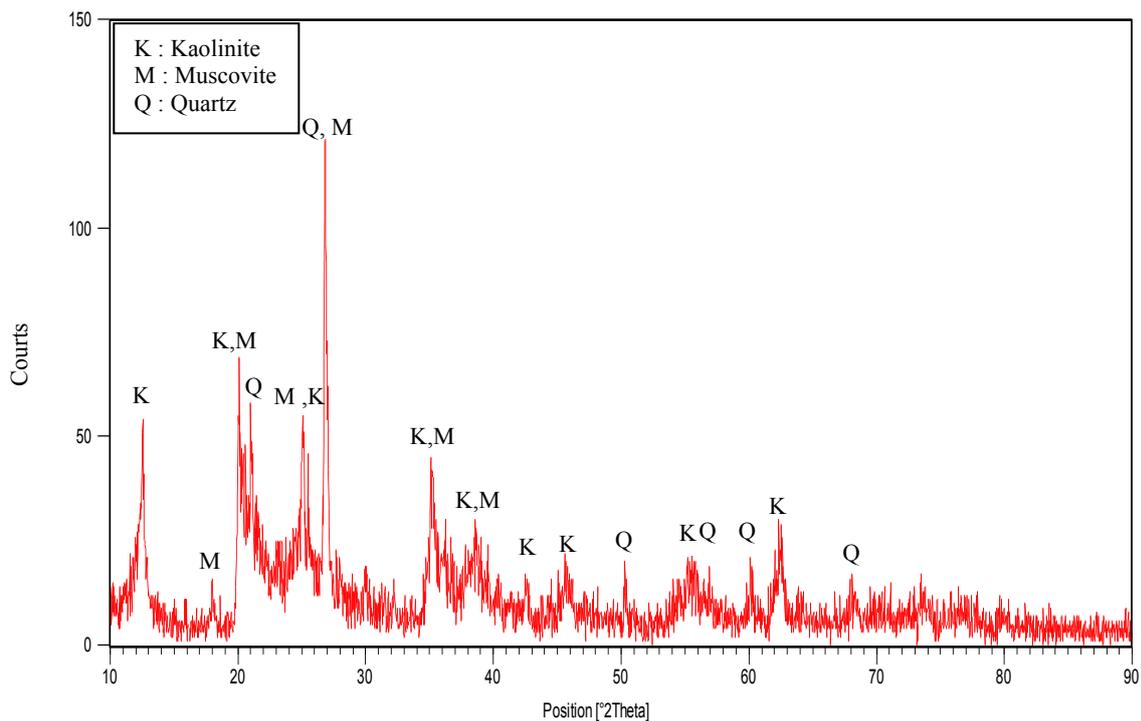


Figure 2.8 : Spectre de diffraction des rayons X du kaolin

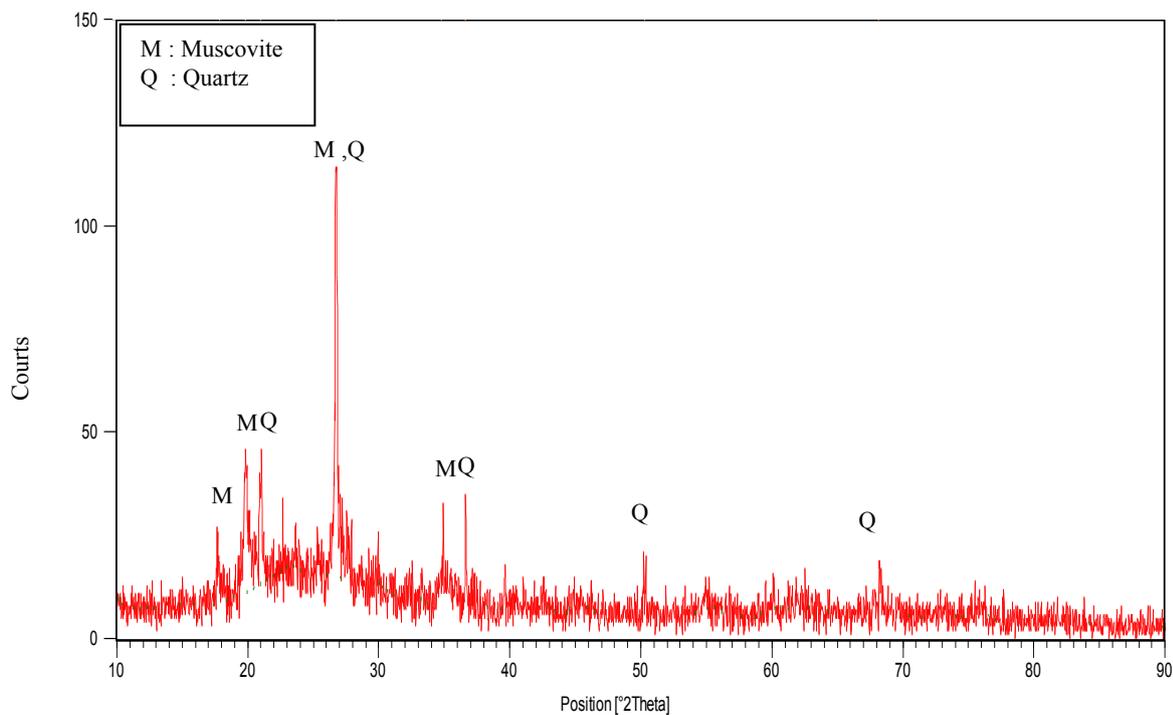
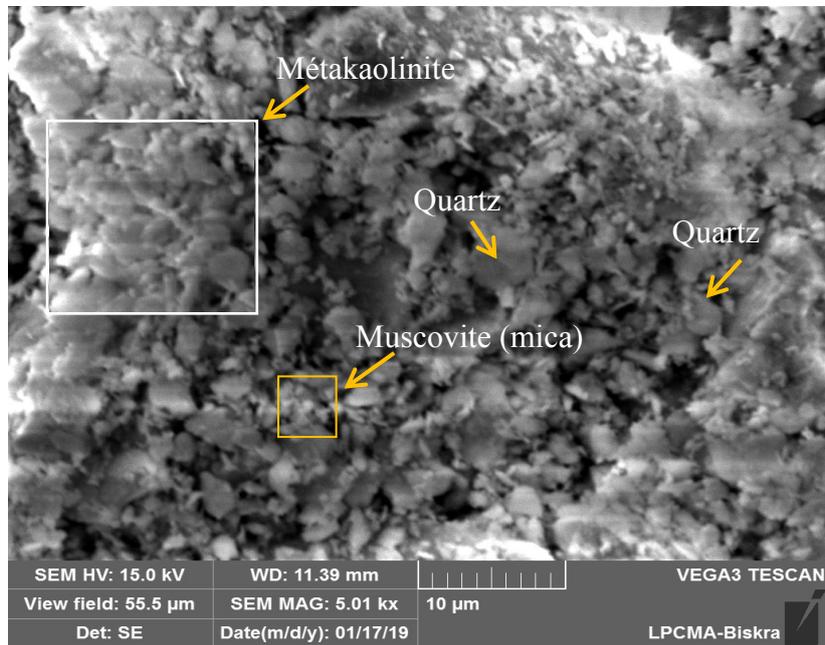
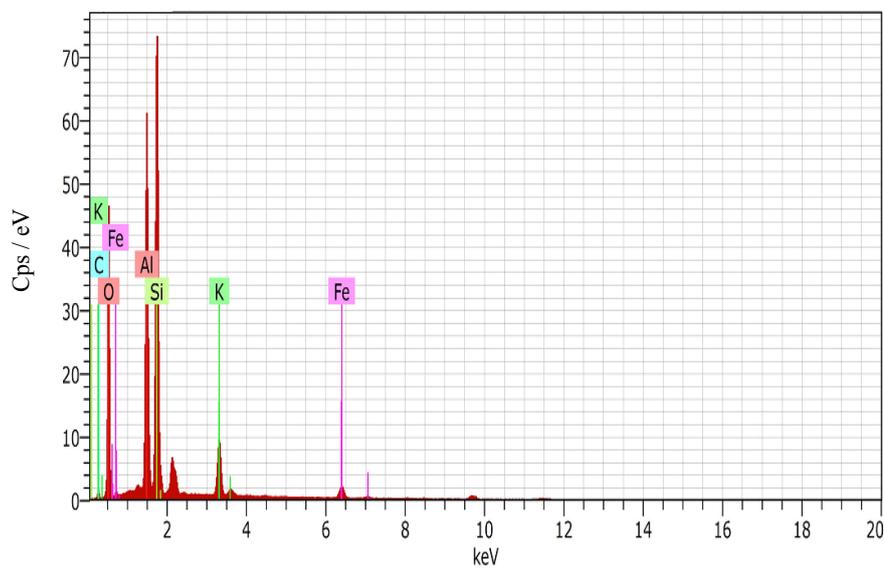


Figure 2.9: Spectre de diffraction des rayons X du métakaolin



(a)



(b)

Figure 2.10 : Observation au MEB des particules fines présentes dans le MK (a), et analyse EDS de muscovite (b).

### 2.2.5 Superplastifiant

Il se présente sous forme de liquide marron à base de sulfonât polynaphthalene. Ce haut réducteur d'eau est appelé «MEDAPLAST-SP40». Sa densité absolue est de 1,20 et sa concentration en particules solide est de 40 %. Le contenant de superplastifiant a été agité avant chaque utilisation afin de bien homogénéiser la solution. Sa composition chimique est donnée dans *le tableau (2.6)*.

**Tableau 2.6 :** *La composition chimique de superplastifiant utilise*

Caractéristique	Forme	Couleur	Densité	pH	Teneur cl <sup>-</sup>	Extrait sec
MEDAPLAST SP 40	Liquide	Marron	1.20	8.2	<1 g/l	40%

### 2.2.6 Eau de gâchage

L'eau utilisée est celle du robinet lié au réseau public, dont la température est comprise entre 18 et 20 C°. Nous supposons qu'elle répond à toutes les prescriptions de la norme (EN 1008) en matière de béton.

## 2.3 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Le programme expérimental de cette étude se répartit en quatre (4) phases. **La première phase** porte en premier parti sur l'étude de l'influence de métakaolin sur les propriétés physiques : temps de prise de ciment consistance de la pâte, la demande en eau et en adjuvant (superplastifiant). En deuxième parti sur l'influence de l'incorporation de MK en fonction de la quantité d'eau sur l'évolution des performances mécaniques de la pâte et du mortier (résistance à la compression et résistance à la flexion). Trois rapports E/C ont été étudiés dans cette phase 0,25, 0,35 et 0,40 pour la pâte et 0,45, 0,50 et 0,60 pour le mortier. **La deuxième phase** vise à étudier les propriétés de béton avec métakaolin frais et durci (demande en superplastifiant, masse volumique du béton frais, résistance à la compression, résistance à la traction par flexion, module d'élasticité dynamique, module d'élasticité statique) ;

**La troisième phase** aborde la mise en évidence de l'efficacité de métakaolin à l'amélioration de la durabilité de béton vis-à-vis au variation dimensionnelle (retrait, gonflement) , résistance aux agressifs, tel que les sulfates, l'acide et le gaz carbonique, et d'autre indicateur de durabilité tel que la porosité accessibilité à l'eau, perméabilité à l'air et résistance électrique.

**La quatrième phase** sert à comprendre les modifications importées par l'incorporation de métakaolin dans le béton sur la microstructure, les investigations de cette phase se focalisent sur les analyses microstructurales effectuées sur les pâtes telles que la diffraction des rayons X, et les observations au microscope électronique à balayage (MEB) sur le béton durci.

Dans tous ces sujets, l'effet et de la teneur en métakaolin a été évalué. Les liants contenant différentes teneurs en métakaolin (5 %, 10%, 15 % et 20 % de métakaolin en remplacement massique du ciment) en été préparés et leur comportement compare avec de comportement de ciment sans métakaolin.

### **2.3.1 Mélanges**

Comme mentionne auparavant, l'objectif principal de cette étude est d'évaluer expérimentalement l'effet de la substitution partielle de ciment par du métakaolin local sur les performances mécaniques et durabilité des mortiers et béton. Nous comparons pour cela les propriétés des mortiers et bétons témoins à base de ciment Portland sans métakaolin avec celle incorporant différentes proportions du métakaolin. L'étude à été réalisée sur trois niveaux sur la pâte cimentaire, mortier et finalement sur le béton.

#### **2.3.1.1 Formulation des pâtes**

Pour l'étude sur la pâte cimentaire, quarts taux de substitution ont été choisis. Le ciment sera remplacé par de métakaolin pour des taux 5 %, 10 % ,15% et 20 % de substitution en masse de ciment. Pour l'évaluation des propriétés mécaniques (résistance à la compression). Trois rapports massiques eau sur liants ( $E/(C+MK)$ ) ont été choisis : (0,25, 0,30 et 0,40) . Les proportions des mélanges cimentaires, ainsi que leurs codifications sont représentées dans le tableau 2.7.

Afin de suivie l'évolution des produits de l'hydratation de ciment portland seul et avec du métakaolin, une série de mélanges a été formulée composée de quatre mélanges cimentaires (P1, P2, P3 et P4), et un mélange avec 100% de ciment Portland a été utilisé

comme référence (P0). Le rapport (eau / liant) est prise constant pour tous les mélanges  $E/(C+MK) = 0,50$ . Les proportions des mélanges cimentaires, ainsi que leurs codifications sont représentées dans le tableau 2.8

**Tableau 2.7 : Compositions des pâtes relatives aux essais de résistances mécaniques**

Code de mélange	Rapport E/L	Type de liant	Matériaux cimentaires (%)		
			Clinker	Gypse	MK
<b>M0</b>	0.25	100% CEM I 42.5	95	5	0
<b>M1</b>	0.30	100% CEM I 42.5	95	5	0
<b>M2</b>	0.40	100% CEM I 42.5	95	5	0
<b>M3</b>	0.25	95% CEM I + 5% MK	90	5	5
<b>M4</b>	0.30	95% CEM I + 5% MK	90	5	5
<b>M5</b>	0.40	95% CEM I + 5% MK	90	5	5
<b>M6</b>	0.25	90% CEM I + 10% MK	85	5	10
<b>M7</b>	0.30	90% CEM I + 10% MK	85	5	10
<b>M8</b>	0.40	90% CEM I + 10% MK	85	5	10
<b>M9</b>	0.25	85% CEM I + 15% MK	80	5	15
<b>M10</b>	0.30	85% CEM I + 15% MK	80	5	15
<b>M11</b>	0.40	85% CEM I + 15% MK	80	5	15
<b>M12</b>	0.25	80%CEM I + 20% MK	75	5	20
<b>M13</b>	0.30	80%CEM I + 20% MK	75	5	20
<b>M14</b>	0.40	80%CEM I + 20% MK	75	5	20

Tableau 2.8 : Compositions de pâtes relatives aux essais microstructurale (DRX)

Code de mélange	Rapport E/L	Type de liant	Matériaux cimentaries (%)		
			Clinker	Gypse	MK
P0	0.50	100% CEM I	95	5	0
P1	0.50	95% CEM I + 5% MK	90	5	5
P2	0.50	90% CEM I + 10% MK	85	5	10
P3	0.50	85% CEM I + 1 5% MK	80	5	15
P4	0.50	80% CEM I + 20% MK	75	5	20

### 2.3.1.2 Formulation des mortiers

Les mortiers sont formulés de façon similaire au mortier normal. Le rapport sable sur ciment (S/C) est fixe à 3, un dosage en liant (C+MK) de 450 g, pour 3 éprouvettes (4×4×16) cm<sup>3</sup>. Chaque série de mélange formulé est composée d'un mélange témoin avec un ciment portland seul, et les quarts mélanges de mortier avec des taux de substitution de ciment par métakaolin, varie de 5 à 20%.

Pour l'étude de l'effet du métakaolin sur la rhéologie de mortier (consistance). Une série de mélange a été formulé tableau 2.9, composé de quatre mélanges cimentaire. Le rapport eau / liant est prise constant pour tous les mélanges ( $E/(C+MK) = 0,50$ ).

Pour l'effet du métakaolin sur la demande en eau et en adjuvants (superplastifiant), la quantité en eau de gâchage, et en superplastifiant calculé pour chaque mélange correspond aux quantités d'eau et en superplastifiant nécessaire pour avoir un étalement  $110 \pm 5\%$  conformément à la norme [ASTM C 1437 \[103\]](#).

Afin d'étudier en parallèle l'effet des différents taux de substitution de ciment par métakaolin, ainsi que l'influence du rapport ( $E/(C+MK) = 0,45, 0,50$  et  $0,60$ ) sur la résistance mécanique à la compression et à la résistance de traction par flexion du mortier, trois séries de mélanges ont été réalisées selon les proportions représentées dans le tableau 2.10.

Tableau 2.9 : Compositions des mortiers relatifs aux essais rhéologiques (consistance)

Code de mélange	MK (%)	Ciment (g)	MK (g)	Eau (g)	Sable (g)
MT	0	450.0	0	225	1350
MK5	5	427.5	22.5	225	1350
MK10	10	405.0	45.0	225	1350
MK15	15	382.5	67.5	225	1350
MK20	20	360.0	90.0	225	1350

Tableau 10 : Compositions des mortiers relatifs aux essais de résistances mécaniques

N.Série	Rapport (E/L)	C.Mélange	MK (%)	Ciment (g)	MK (g)	Eau (g)	Sable (g)	S-plastifiant (%)
1	0.60	MT	0	450.0	0	270	1350	/
		MK5	5	427.5	22.5	270	1350	/
		MK10	10	405.0	45.0	270	1350	/
		MK15	15	382.5	67.5	270	1350	/
		MK20	20	360.0	90.0	270	1350	/
2	0.50	MT	0	450	0	225	1350	0.22
		MK5	5	427.5	22.5	225	1350	0.39
		MK10	10	405.0	45.0	225	1350	0.70
		MK15	15	382.5	67.5	225	1350	0.92
		MK20	20	360.0	90.0	225	1350	1.00
3	0.45	MT	0	450.0	0	202.5	1350	0.74
		MK5	5	427.5	22.5	202.5	1350	0.99
		MK10	10	405.0	45.0	202.5	1350	1.42
		MK15	15	382.5	67.5	202.5	1350	1.85
		MK20	20	360.0	90.0	202.5	1350	2.37

2.3.1.3 Formulation du béton

La méthode retenue pour le présent travail de recherche est la méthode de Dreux-Gorisse [104]. Cette méthode a été retenue pour sa simplicité à déterminer les différents composants du béton.

Les résultats de la méthode de Dreux Gorisse, et après le traçage de la courbe granulair de référence représentée sur la figure 2.11, sont présentés dans le tableau ci-dessous.

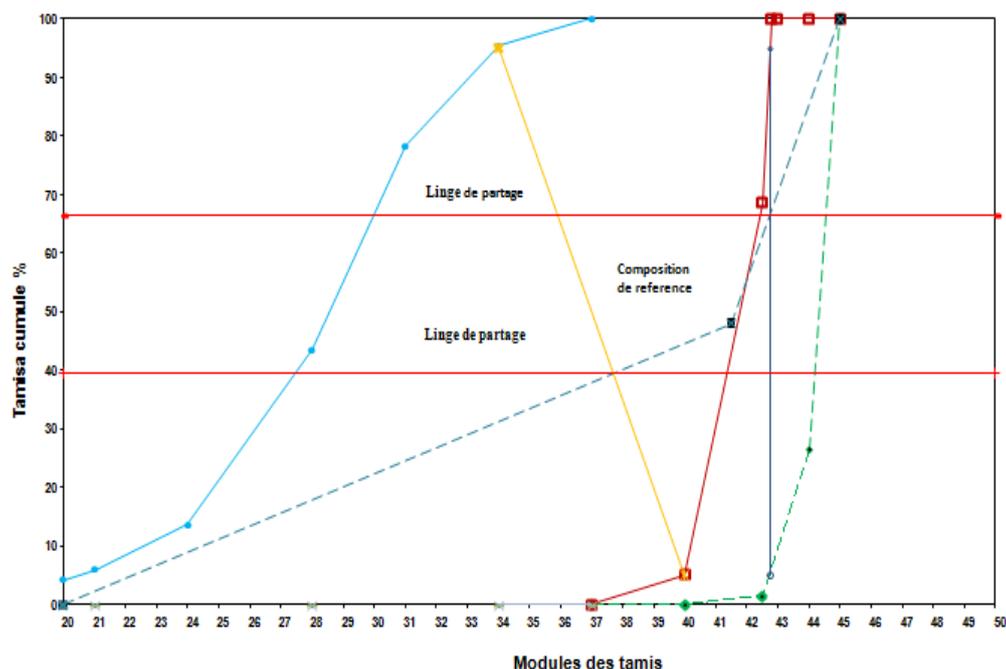


Figure 2.11 : Les courbes granulométriques

Tableau 2.11 : Compositions des bétons relatifs aux essais de résistances mécaniques et durabilité

Matériaux	Densité	Composition pour 1m <sup>3</sup> des bétons (Kg)				
		BT	BMK5	BMK10	BMK15	BMK20
Ciment	3.15	400	380	360	340	320
Métakaolin	2.50	-	20	40	60	80
Eau	1	180	180	180	180	180
Sable (0-5mm)	2.63	698	698	698	698	698
Granulat (5-15mm)	2.63	486	486	486	486	486
Granulat (15-25mm)	2.63	615	615	615	615	615
Superplastifiant (%)	1.20	0.5	0.65	0.82	0.96	1.20

## **2.4 CONFECTION DES MÉLANGES**

Dans les sections suivantes, nous présentons les procédures de confection de chaque mélange pâte, mortier et béton.

### **2.4.1 Confection des pâtes**

Le malaxage des pâtes a été effectué à l'aide d'un malaxeur conforme à la norme (NF EN 196-1) [105] avec récipient en acier inoxydable (cuve), batteur.

- La séquence du malaxage est conforme à la norme (NF EN 196-3) [106]. Cette introduction se fait comme suit :

1. On introduit l'eau en premier dans le malaxeur et on verse ensuite le ciment dans laps de temps compris entre 5 et 10s.
2. Aussitôt après, on met le malaxeur en marche à vitesse lente.
3. Après 90 s de malaxage, on arrête le malaxeur pendant 15 s. durant les 15 secondes, on enlève au moyen d'une raclette de caoutchouc le mélange adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.
4. On reprend ensuite le malaxage à vitesse lente pendant 90 s.
5. On arrête enfin le malaxeur et on commence les essais à l'état frais immédiatement.

### **2.4.2 Confection des mortiers**

Le malaxage des mortiers a été effectué à l'aide d'un malaxeur à axe vertical d'une capacité de 5 l. Le batteur de malaxeur pouvant tourner à deux vitesses (lente et rapide).

La séquence du malaxage est conforme à la norme (EN 196-1) [105]. Cette introduction se fait comme suit :

1. On introduit l'eau et le superplastifiant en premier dans le malaxeur et on verse ensuite le ciment.
2. Aussitôt après, on met le malaxeur en marche à vitesse lente.
3. Après 30 s de malaxage, on introduit régulièrement le sable pendant les 30 s suivantes.

4. On met alors le malaxeur à sa vitesse rapide et on continue le malaxage pendant 30s supplémentaires.
5. On arrête le malaxeur pendant 1 min et 30 s. Durant les 15 premières secondes, on enlève au moyen d'une raclette de caoutchouc le mélange adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.
6. On reprend ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s.
7. On arrête enfin le malaxeur et on commence les essais à l'état frais immédiatement.

### **2.4.3 Confection des bétons**

Le malaxage des bétons au laboratoire a été effectué dans un malaxeur d'une capacité de 180 l. Le but recherché est de répartir, le plus régulièrement possible, chaque constituant afin d'assurer un mélange homogène et d'obtenir ainsi les mêmes propriétés.

La séquence d'introduction des différents matériaux est faite selon la norme (EN 12390-2) [107]. Cette séquence se présente comme suit :

1. On verse d'abord le sable dans le malaxeur pour l'homogénéiser pendant environ 30 s.
2. On ajoute le liant (ciment et métakaolin) et on malaxe pendant 1 min.
3. On additionne les gravillons et on malaxe à sec durant 1 min.
4. On introduit ensuite les trois quarts de la quantité d'eau, et on malaxe pendant 2 min.
5. On ajoute, au fur et à mesure, le reste de l'eau et le superplastifiant et on malaxe durant 2 min environ jusqu'à l'homogénéisation de l'ensemble.
6. On arrête enfin le malaxeur et on commence les essais à l'état frais immédiatement.

## 2.5 ESSAIS UTILISÉS

Les différents essais considérés dans cette étude et effectués autant sur les bétons que sur les mortiers et pâtes sont décrits ci-après.

### 2.5.1 ESSAIS RELATIVES AU PHASE (I)

#### 2.5.1.1 Mesure de temps de prise et consistance de ciment

Le temps de début et la fin de pris a été mesure a l'aide d'appareille de Vicat présentée sur la figure 2.12 conformément à la norme (NF EN 196-3) [106]. L'essai consiste à mesure de l'enfoncement d'une aiguille de diamètre 1,13mm, fixe a la partie mobile de Vicat dont la masse totale est de 300 g, dans une pâte de ciment maintenue dans tronconique. Lorsque l'aiguille s'arrête a une distance de 4 mm + ou -1 mm) de base, c'est un début de temps de prise ; et lorsque l'annulaire ne s'enfonce pas plus de 0,5 mm par rapport au sommet du moule tronconique atteint le temps de fin de prise. L'appareil de Vicat est utilisé à la fois pour la détermination de la consistance normale ainsi qu'à la mesure du temps de début de prise. En effet, pour chaque liant utilisé, il y a une teneur en eau nécessaire qui donne à la pâte une consistance dite normale, on parle de consistance normalisée lorsque la sonde de diamètre 10 mm s'immobilise au plus tard 30 secondes après l'avoir l'achée a une distance  $d= 6\text{mm}$  (+ ou - 1 mm) du fond du moule.

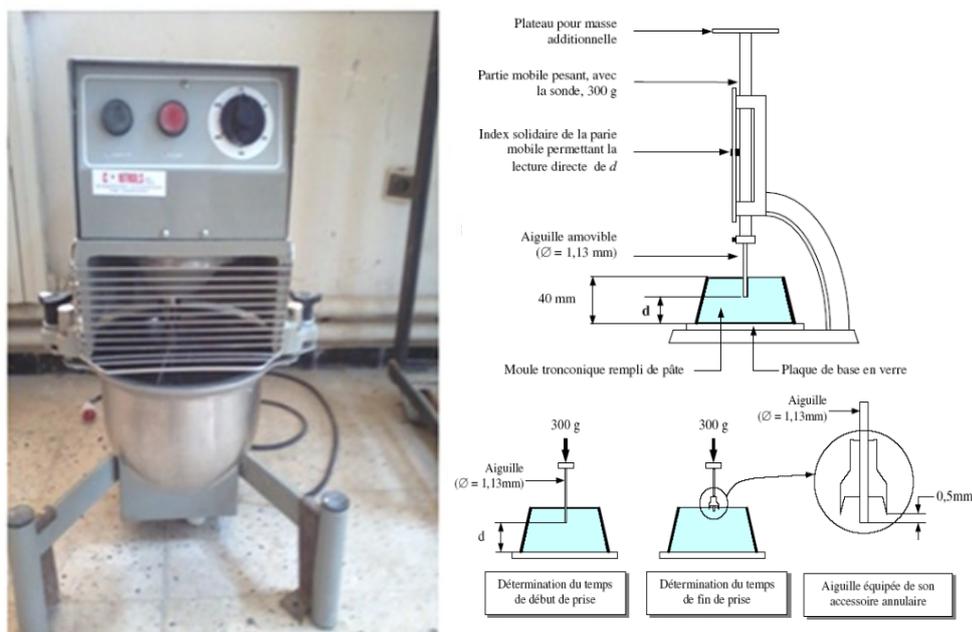


Figure 2. 12 : Mesure de temps de prise et consistance de ciment

### 2.5.1.2 Mesure de la consistance du mortier frais

L'essai d'étalement réalisé par une table à secousses représentée sur la figure 2.13. Le déroulement de cet essai a été réalisé selon la norme ASTM C 1437 [103]. L'essai consiste à mettre le mortier frais préparé dans un moule tronconique de diamètre inférieur : 100 mm, diamètre supérieur : 70 mm et de hauteur : 60 mm en deux couches. Ensuite, le moule est retiré et la table vibrante est lâchée 25 fois en 15 secondes. La valeur de l'étalement considéré, constitue la moyenne de la mesure de l'étalement de mortier sur deux directions perpendiculaires exprimés en pourcentage du diamètre initiale de base de mortier .L'étalement en (%) donné par la formule suivante :

$$\text{Étalement (\%)} = \left( \frac{D_{\text{moy}} - D_0}{D_0} \right) \cdot 100 \quad (1)$$

Où :

$D_{\text{moy}}$  : diamètre moyen de base de mortier (mm)

$D_0$  : diamètre initiale de base de mortier (mm).



Figure 2.13 : Mesure de l'étalement pour les mortiers à l'état frais

### 2.5.1.3 Mesure de la résistance à la traction par flexion

La résistance à la traction par flexion a été effectuée sur les éprouvettes prismatiques de mortier 40x40x160 mm conformément à la norme NF EN196-1 [105]. Les résistances à la traction par flexion ont été évaluées à 7, 28 et 90 jours, cet essai est réalisé avec une machine d'essais de résistance à la flexion permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10 KN avec une vitesse de mise en charge de 50 N/s  $\pm$  10N/s. avec un dispositif de flexion trois points. La valeur de la résistance considérée constitue la moyenne de la contrainte d'écrasement de trois éprouvettes.

$$R_f \text{ (MPa)} = \frac{1,5 \cdot F_f \cdot l}{b^3} \quad (2)$$

Où :

$F_f$  : la charge de rupture de l'éprouvette en flexion (N)

$l$  : la longueur entre l'entravé de l'éprouvette (mm)

$b$  : la dimension de la section (mm).

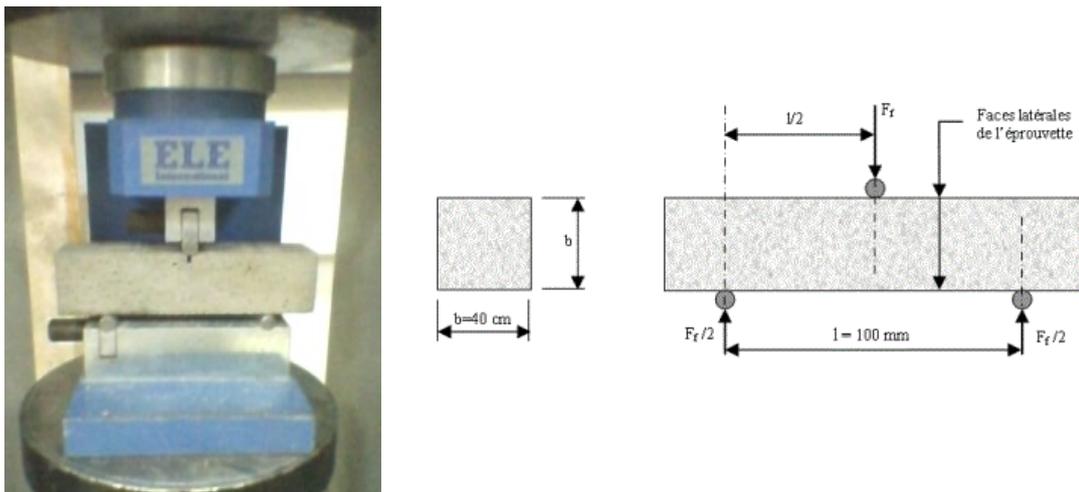


Figure 2.14 : Schéma du dispositif de charge en flexion pour les éprouvettes de mortiers

### 2.5.1.4 Mesure de la résistance à la compression

La résistance à la compression a été évaluée sur les demi-éprouvettes de mortier obtenues lors de l'essai de flexion trois points selon la norme NF EN 196-1 [105]. Les résistances en compression ont été évaluées à 7, 28 et 90 jours. Cet essai est réalisé par une machine d'essais à la compression permettant d'appliquer des charges jusqu'à 200 kN avec une vitesse de démontées en charge de  $2400\text{N/S} \pm 200\text{ N/s}$ . La valeur de la résistance considérée constitue la moyenne de la contrainte d'écrasement des 6 demi-prismes.

$$R_c \text{ (MPa)} = \frac{F_c}{b^2} \quad (3)$$

Où :

$R_c$  : Résistance à la compression exprimée en MPa.

$F_c$  : Force de rupture exprimée en Newton.

$b^2$  : Section du prisme donnée par  $40 \times 40\text{ mm}^2$

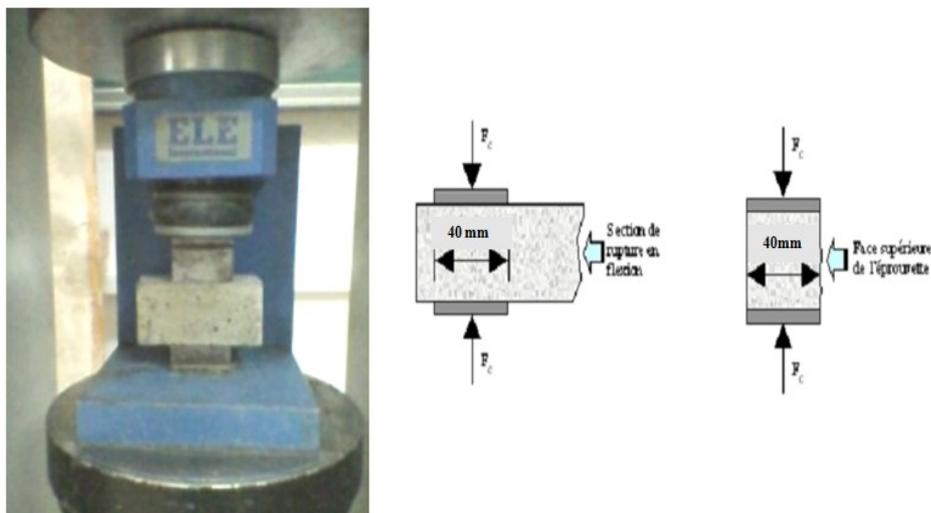


Figure 2.15 : Schéma du dispositif de charge en compression pour les éprouvettes de mortiers

## 2.5.2 ESSAIS RELATIVE AU PHASE II

### 2.5.2.1 Mesure de l'affaissement au cône d'Abrams (slump test)

L'affaissement du béton frais a été mesuré selon les normes [NF EN 12350-2](#) [108], afin de déterminer les propriétés du béton à l'état frais. L'équipement nécessaire à l'essai comprend un moule tronconique sans fond de 30 cm de hauteur, 20 cm de diamètre inférieur et 10 cm de diamètre supérieur, une plaque d'appui, une tige de piquage et un portique de mesure. Les étapes suivies pour la réalisation de cet essai, consistent à humidifier la plaque d'appui, huiler légèrement le moule tronconique, introduire le béton dans le moule en trois couches de hauteurs égales mises en place avec la tige de piquage qui est actionnée 25 fois par couche, araser le béton sur le bord supérieur en roulant la tige de piquage horizontalement et procéder au démoulage en soulevant le moule avec précaution. Le béton n'étant plus maintenu, il s'affaisse plus ou moins en fonction de sa consistance.

Après 01 minute du démoulage, nous mesurons à l'aide du portique, la hauteur d'affaissement jusqu'au point le plus haut du béton frais. La mesure arrondie au centimètre, caractérise l'affaissement

Pour l'effet du métakaolin sur la demande en (superplastifiant), la quantité en superplastifiant calculé pour chaque mélanges correspond aux quantités en superplastifiant nécessaire pour avoir un étalement  $100 \pm 5\text{mm}$  conformément à la norme [NF EN 12350-2](#) [108]



**Figure 2.16 :** *Mesure de l'affaissement au cône d'Abrams*

### 2.5.2.2 Mesure de la masse volumique apparente

L'essai de détermination de la masse volumique apparente à l'état frais du béton suit la référence normative [NF EN 12350-6\[109\]](#). Pour chaque formulation, nous avons mesuré la masse volumique apparente du béton frais en remplissant un récipient de  $6.43\text{dm}^3$  (cf. Figure 2.17) après le malaxage. La masse volumique apparente est donnée par l'équation suivante :

$$\rho = \frac{M2 - M1}{V} \quad (4)$$

où :

$\rho$  (kg/m<sup>3</sup>) : masse volumique du béton frais,

M2 (kg) : masse du récipient plus la masse de béton contenu dans le récipient,

M1 (kg) : masse du récipient,

V (m<sup>3</sup>) : volume du récipient.



**Figure 2.17** : Mesure de la masse volumique apparente de béton frais

### 2.5.2.3 Résistance de compression

Il est réalisé, conformément à la norme (EN 12390-3) [110], sur des éprouvettes cylindriques de (16 x 32 cm) mûries à l'eau. Les résultats de la résistance à la compression obtenus à 28, 90 et 180 jours représentent la moyenne de trois échantillons. La machine utilisée pour l'écrasement uniaxial des cylindres est une presse hydraulique dont la capacité maximale est de 2000 kN en compression et la vitesse de chargement est gardée constante durant toute la durée de l'essai 0.5MPa/s .La charge de compression est appliquée jusqu'à rupture de l'éprouvette. La contrainte de rupture est obtenue par la formule suivante :

$$R_c \text{ (MPa)} = \frac{F_c}{S^2} \quad (5)$$

Où :

R<sub>c</sub> : Résistance à la compression exprimée en MPa.

F<sub>c</sub> : Force de rupture exprimée en Newton.

S : Section d'éprouvette en mm<sup>2</sup>



Figure 2.18: Presse hydraulique

### 2.5.2.4 Résistance de traction par flexion :

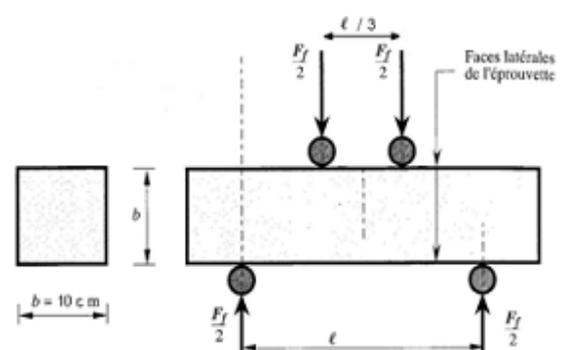
Les essais de traction par flexion sont utilisés très couramment au laboratoire pour déterminer la résistance en traction du béton, Il est réalisé, selon la norme (EN 12390-5) [111], sur des éprouvettes prismatiques de  $(10 \times 10 \times 40) \text{ cm}^3$  mûries à l'eau. La résistance en traction par flexion 4 points obtenue à 90 et 180 jours provient de la moyenne des résultats sur trois échantillons. L'appareil utilisé est une presse hydraulique dont la capacité maximale est de 2000kN. La vitesse de chargement doit être constante et égale à  $0,05 \pm 0,01 \text{ MPa/s}$ .

$$R_f = \frac{1,8 \cdot F_f}{b^2} \quad (6)$$

Où :

$F_f$  : la charge maximale appliquée par la presse sur l'éprouvette prismatique.

$b$  : la dimension de la section (10 cm).



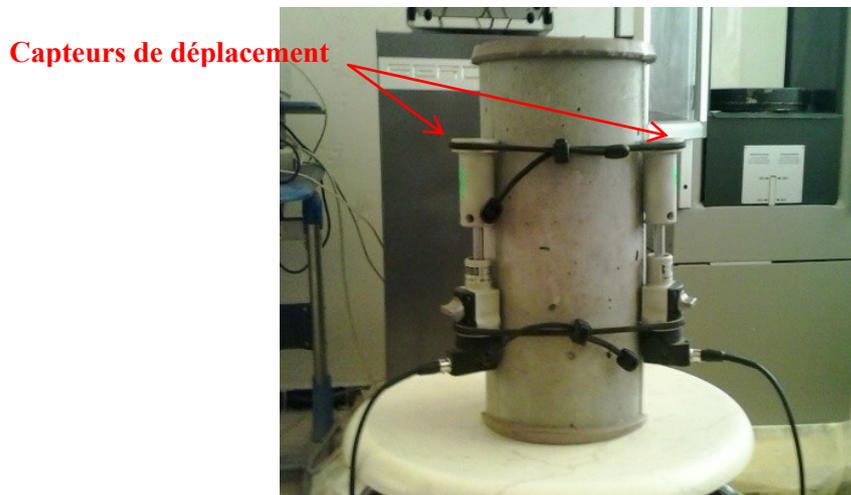
**Figure 2.19 :** *Éprouvette mise en place dans la presse hydraulique pour déterminer la résistance en traction par flexion 4 points*

### 2.5.2.5 Mesure du module élastique :

La mesure du module d'élasticité est effectuée sur des éprouvettes 16 x 32 cm pour une échéance de 180 jours suivant les recommandations (RILEM CPC8) [112]. Le test consiste en 3 cycles de chargement-déchargement entre 0,5 MPa et le tiers de la résistance en compression du béton déterminée préalablement. Les vitesses démontées en charge et de déchargement sont de 0,5 MPa/s. Après 3 cycles, l'éprouvette soumise à un chargement jusqu'à la ruine. Le module d'élasticité est alors déterminé en prenant la moyenne des modules sécants obtenus sur les courbes de chargement des derniers cycles. Pour réaliser cet essai, trois capteurs de déplacement extensomètre électronique de haute précision fixé sur le corps de l'éprouvette avec colliers élastiques situés sur des génératrices espacées de 120° pour mesurer le déplacement relatif lors de l'essai. Ils sont reliés à une unité Data log, lui-même relié à un ordinateur pour l'enregistrement des données.



**Figure 2. 20 :** *Éprouvette mise en place dans la presse hydraulique pour la mesure du module élastique statique*



**Figure 2.21** : *Eprouvette équipée avec des capteurs de déplacement pour la mesure du module d'élasticité*

#### 2.5.2.6 Mesure du module élastique dynamique :

La détermination du module d'élasticité dynamique est effectuée sur des éprouvettes prismatiques de 10 x 10 x 40 cm<sup>3</sup>. Le principe de cette méthode consiste en mettant un échantillon en vibration soit par un amplificateur électromécanique ou par impact engendré par la frappe d'une bille et de détecter sa fréquence de résonance. Chaque mélange de béton dans cette étude a été testé pour évaluer leur fréquence de résonance fondamentale longitudinale, transversale et de torsion en suivant les recommandations de la norme [ASTM C 215 \[113\]](#). Comme il est montré dans les Figures (2.22, 2.23 et 2.24) pour chaque mode de vibration la position d'accéléromètre et la position d'impacte a été modifiée. Un système électronique de fréquence de résonance de type V-E-1000 E-Meter MkII, fourni par JAMES Instruments, a été utilisée pour cette raison, qui permet l'identification rapide de la fréquence de résonance fondamentale par l'analyse de spectre de fréquence en utilisant la transformée de Fourier. Les valeurs expérimentales du module d'élasticité dynamique, longitudinale, transversale et de torsion ont été calculées, à partir des différentes fréquences de résonances on utilisant les formules incluses dans la méthode d'essai [113].

a) Module d'élasticité dynamique longitudinale

$$E_{DL} = D.M.(n')^2 \quad (7)$$

où

M : masse de l'éprouvette (kg)

n' : fréquence de résonance fondamentale longitudinale (Hz)

D :  $4(L/bt)$  pour prisme ( $Ns^2 / (kg\ m^2)$ )

L = longueur de l'éprouvette (m)

b, t = dimension de section de prisme (m)

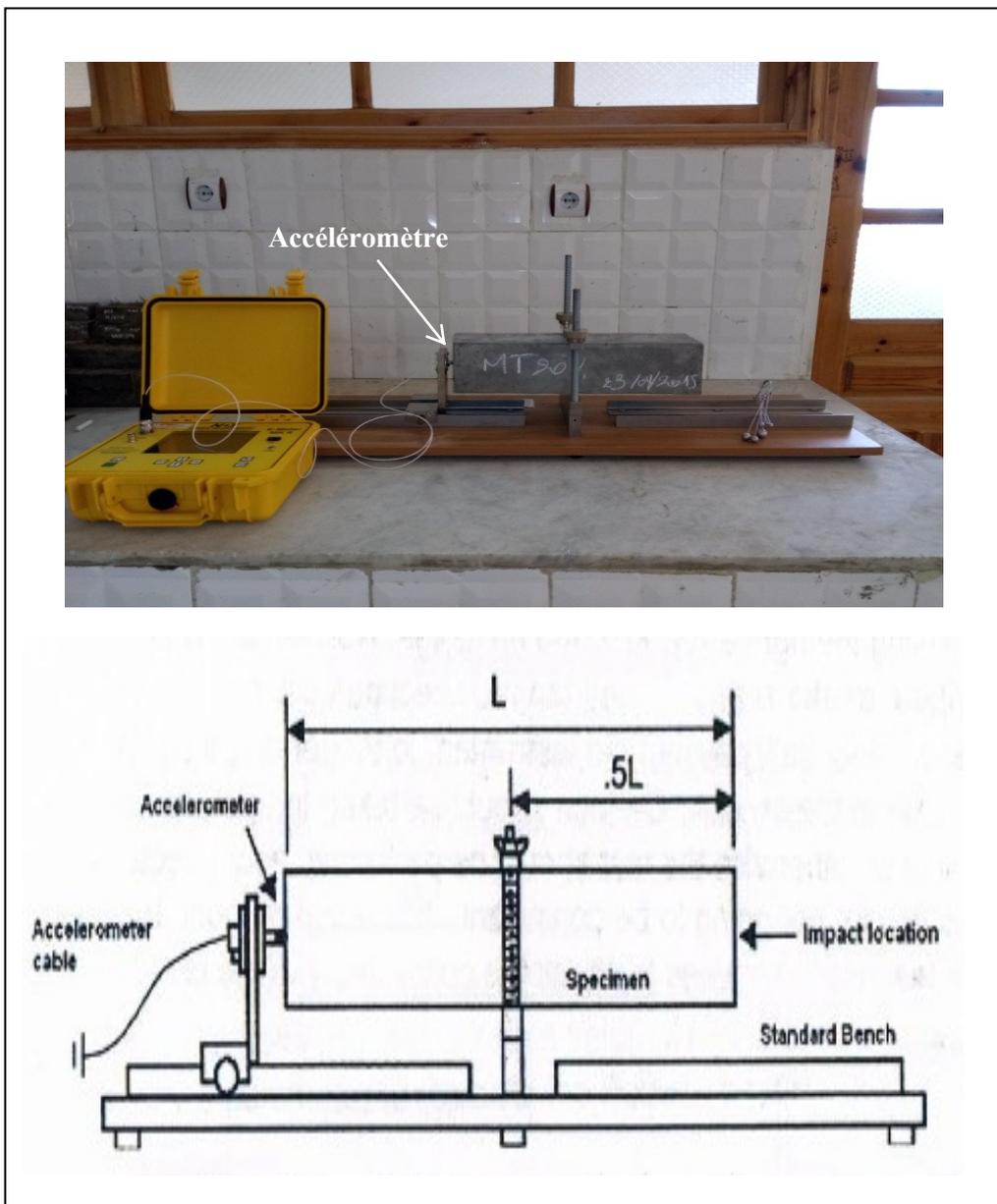


Figure 2.22 : Montage pour mesurer la fréquence de résonance longitudinale

b) Module d'élasticité dynamique transversale

$$E_{DT} = D.M n^2 \quad (8)$$

où

M : masse de l'éprouvette (kg)

n: fréquence de résonance fondamentale transversale (Hz)

D :  $4(L/bt)$  pour prisme ( $Ns^2 / (kg m^2)$ )

L= longueur de l'éprouvette (m)

b, t= dimension de la section de prisme (m)

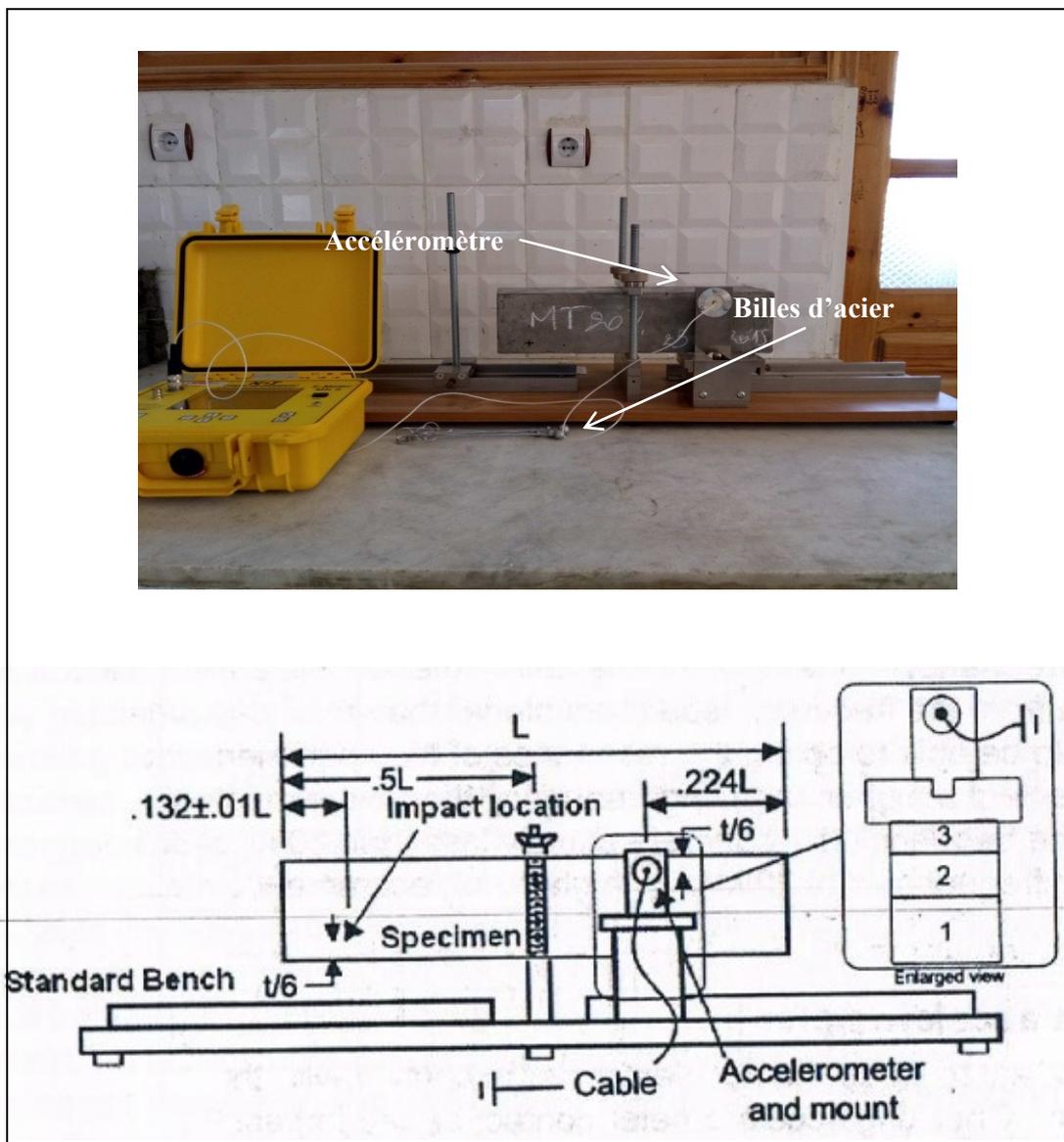


Figure 2.23 : Montage pour mesurer la fréquence de résonance transversale

c) Module d'élasticité dynamique de torsion

$$G_D = B.M.(n'')^2 \tag{9}$$

où :

M : masse de l'éprouvette (kg)

n'' : fréquence de résonance fondamentale de torsion

B :  $4.L.R/A$ , ( $Ns^2/(kg\ m^2)$ )

R=1.183 dans le cas de prisme de section carré

A= la surface de la section de l'éprouvette ( $m^2$ )

L= longueur de l'éprouvette (m).

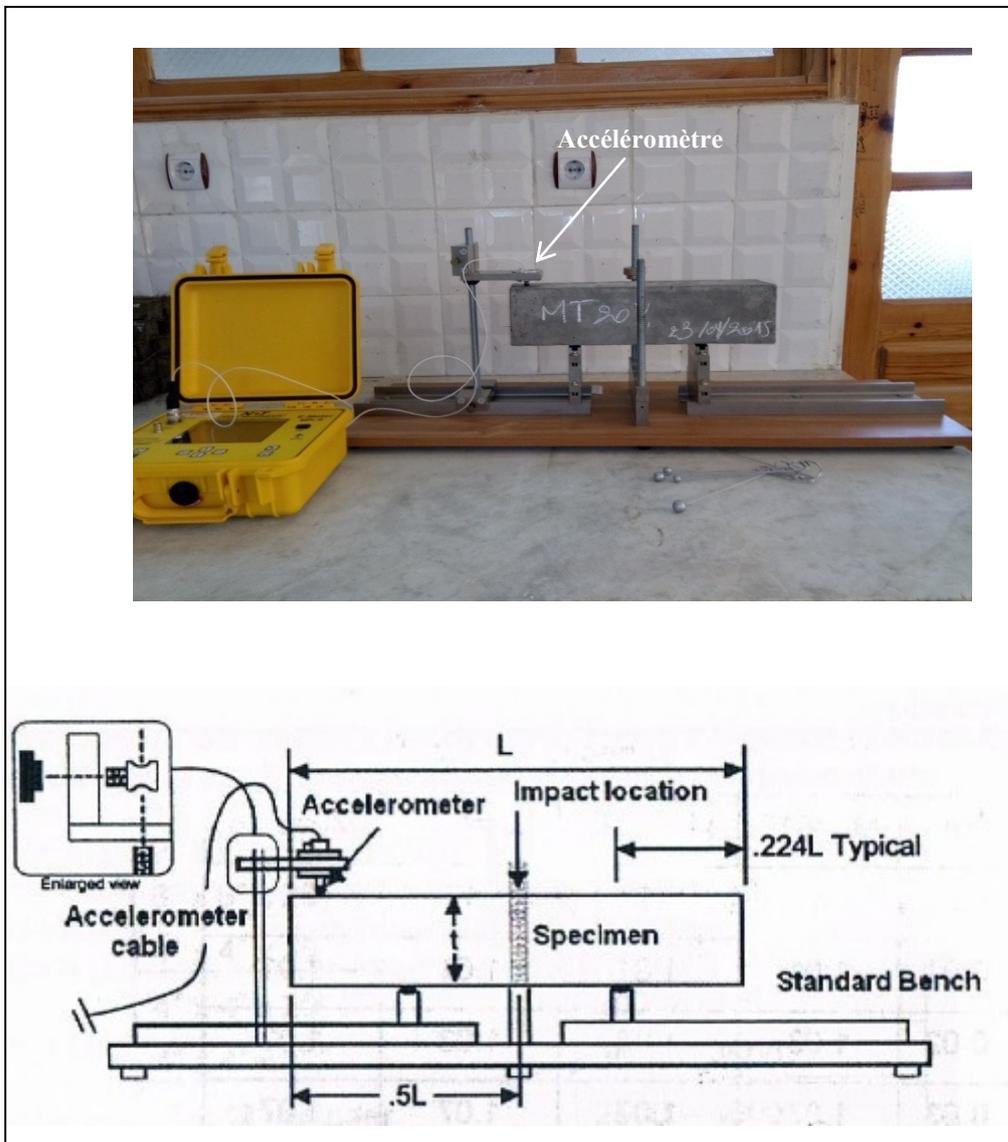


Figure 2.24 : Montage pour mesurer la fréquence de résonance de torsion

### 2.5.2.7 Auscultation sonore

L'objectif de la technique est de mesurer le temps de propagation des ondes ultrasonores dans le béton. La vitesse ultrasonore est déduite par l'écartement considéré entre deux transducteurs piézoélectriques. L'essai de la vitesse de propagation du son suit la référence normative [NF EN 12504-4 \[114\]](#), on utilisant un système portable qui est composé d'un générateur d'impulsion (58-E0048) et de deux transducteurs (émetteur et récepteur) de 54 KHz de fréquence (Fig 2.25). Ce système permet de réaliser des mesures sur éprouvettes en laboratoire, sur corps d'épreuve du site test et sur ouvrages réels. Le générateur envoie une impulsion électrique qui est convertie en des ondes de pression (longitudinales) par l'émetteur.

Les ondes ultrasonores traversent le couplant et se propagent dans le béton. Elles sont reçues par le récepteur et sont converties en une impulsion électrique qui revient au générateur. Le temps de propagation des ondes ultrasonores dans le béton, noté T en  $\mu$ s, s'affiche sur l'écran de l'appareil. À partir du temps mesuré, la vitesse ultrasonore, notée V en m/s, est calculée pour chaque mesure par la relation.

$$V = \frac{L}{T} \quad (10)$$

Avec :

L : est la distance considérée entre émetteur et récepteur (ex. épaisseur d'éprouvettes ou distance E-R dans le cas d'une configuration indirecte).

La vérification et l'étalonnage de l'appareil se fait au début des mesures. Le temps de référence doit correspondre à la valeur marquée sur la barre de calibration du matériau synthétique. Le couplant utilisé est la graisse. Il est appliqué à chaque nouvelle mesure afin d'avoir un bon contact entre les deux transducteurs et le béton.

Les mesures d'ultrason sont effectuées en mode de propagation d'ondes ultrasonores directe sur éprouvettes. La vitesse ultrasonore directe est calculée par la moyenne de trois mesures effectuées dans les trois axes des faces opposées pour chaque éprouvette. Dans ce cas, les transducteurs sont positionnés au centre de deux faces.



**Figure 2.25 :** Montage du dispositif de mesure le temps de propagation des ondes ultrasonores

### 2.5.3. ESSAIS RELATIVE AU PHASE III

#### 2.5.3.1 Mesure du retrait et gonflement :

Les mesures de retrait de séchage et gonflement ont été réalisées conformément à la norme [NF P15-433\[115\]](#), et effectuée sur des éprouvettes prismatiques de dimensions (4 x 4 x 16 cm<sup>3</sup>), ces éprouvettes sont équipées de plots métalliques à chaque extrémité. A près démoulage a 24 heures, les éprouvettes ont été pesé et leur longueur initiale, mesurée avec un dilatomètre équipé d'un comparateur permettant de réaliser des mesures avec une précision inférieure ou égale à 0,005 mm. une tige en invar de 160 mm de longueur permet de régler le zéro du dilatomètre.

Les éprouvettes ont été conservées dans les conditions de laboratoire avec température moyenne de (20 ±2) C° et humidité relative moyenne de (50 ± 5) %, pour la mesure de retrait, et dans l'eau à température ambiante (20 ± 2)C° pour la mesure de gonflement jusqu'à leur test. Les mesures de variation de la longueur de l'échantillon ont été effectuées toutes les 24 heures pendant les trois premières semaines puis trois fois par semaine durant 120 jours. Les résultats de retrait et de gonflement obtenus à différents âges

des éprouvettes représentent la moyenne de mesures sur trois échantillons. La variation relative de longueur est généralement désignée par ( $\epsilon$ ) et a pour expression :

$$\Delta l(t) = l(t) - l(t_0) = dl(t) - dl(t_0) \quad (11)$$

$$\epsilon(t) = \frac{\Delta l(t)}{L} = \frac{\{dl(t) - dl(t_0)\}}{L} \quad (12)$$

Avec :

$\epsilon(t)$ : La variation relative de longueur ;

$\Delta l(t)$  : La variation de longueur au temps t ;

L : la longueur de la tige étalon soit 160 mm ;

$dl(t_0)$  : la longueur de l'éprouvette au temps  $t_0$ , elle est prise au moment du démoulage, soit après 24h de la confection des éprouvettes ;

$dl(t)$  : la valeur lue sur le comparateur au temps t.

L : la longueur de la tige étalon soit 160 mm .



**Figure 2.26:** *Dispositif de la mesure de retrait et gonflement*

### 2.5.3.2 Mesure de la Porosité accessible à l'eau

La détermination de la Porosité accessible à l'eau a été effectués selon recommandation de l'AFREM [116], l'essai est réalise sur trois échantillons. Ils sont conserves dans des sacs étanches, puis mis dans une étuve à une température de 105 C° jusqu'a masse constante. Lorsque les L'échantillons sont entièrement secs, ils sont immerges dans l'eau. Des mesures de masse sont effectuées au l du temps jusqu'a saturation complète.

Nous considérons qu'un échantillon est sature ou sec lorsque l'écart entre deux mesures successives de masse espacées de 24 heures ne s'écartent pas plus de 0,05% .Une fois que L'échantillon est sature, une pesée en état sature immerge est réalise sur une balance hydrostatique (Fig.2.27), puis elle est suivie du pesage en état sature après avoir essuyé l'échantillon avec un linge pour enlever les surplus d'eau de la surface. La porosité est déterminée selon l'équation :

$$\epsilon = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sat} - M_{sat}^{imm}} \quad (13)$$

Avec :

$M_{sat}$  et  $M_{sat}^{imm}$  : sont la masse saturée d'un échantillon mesurée dans l'air et dans l'eau respectivement.

$M_{sec}$  : est la masse sèche obtenue après séchage à l'étuve.



**Figure 2.27:** Dispositif de la mesure de la porosité du béton(balance hydrostatique)

2.5.3.3 Mesure de la perméabilité à l'air :

Des éprouvettes de dimension de 30 x 30 x 10 cm<sup>3</sup> ont été coulées pour les mesures de perméabilité à l'air. La perméabilité à l'air du béton a été mesurée en utilisant la méthode Figg [117]. Cette méthode d'essai consiste à percer un trou typiquement de 40 mm de profondeur sur 10 mm de diamètre dans la surface supérieure du béton. Ces trous ont été bouchés avec de bouchons en polyéthylène ayant la tête scellée avec un scellant à la silicone. Une aiguille hypodermique ensuite été poussée dans le bouchon. Quatre mesures ont été effectuées pour chaque mélange du béton étudié pour la mesure de perméabilité d'air. L'aiguille hyperdermique a été soumise à une pression de vide d'environ -55 kPa à l'aide d'une pompe à vide manuelle. Le temps, pris pour la pression pour varier de -55 kPa à -50 kPa a été enregistré pour le calcul du taux d'exclusion d'air en utilisons la formule suivante :

$$AER = \frac{t}{\left[\frac{55 \cdot v}{59} - v\right] \frac{55.5}{100}} = 19.05 \frac{t}{v} \quad (14)$$

$$AER = 0.247 \cdot t$$

Avec :

t : temps mesure (s) ;

v : volume de trou d'essai de l'appareil (ml), pour la norme poroscope : v = 77,1 ml

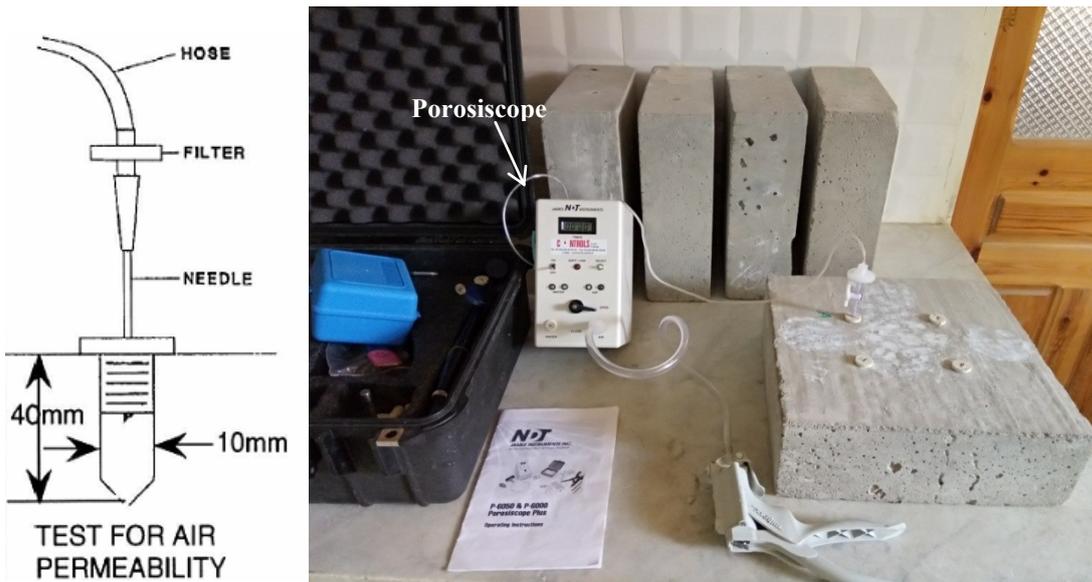


Figure 2.28 : Dispositif expérimentale de mesure de la perméabilité à l'aire

### 2.5.3.4 Mesure de la résistance aux acides

Pour la détermination de la résistance chimique vis-à-vis l'attaque d'acide sulfurique, des éprouvettes cubiques de mortier 50 x 50 x 50 mm<sup>3</sup> sont confectionnées selon la norme [ENV 196-1\[105\]](#). Démoulées à 24 heures, les éprouvettes sont conservées dans l'eau à 20 C° jusqu'au 28ème jour. Après 28 jours de cure sous l'eau, les éprouvettes sont pesées pour déterminer leurs masses avant l'attaque chimique puis elles sont immergées dans la solution d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) à différentes concentrations : 0,5 %, 1 % et 3%. La résistance due aux agressions chimiques des éprouvettes immergées dans ces solutions acides est évaluée selon la Norme [ASTM C 267-96 \[118\]](#). Les éprouvettes sont nettoyées 3 fois avec l'eau pour éliminer le mortier altéré puis laissées sécher pendant 30 minutes. Ensuite on procède à la pesée des éprouvettes avec une balance de précision de 0,01g. Cette opération est effectuée chaque 7 jour durant 90 jours après l'immersion dans la solution. Les solutions d'attaque sont renouvelées chaque semaine, de telle façon à maintenir un pH constant. La perte de masse est donnée par la formule suivant :

$$\text{Perte de masse (\%)} = \left[ \frac{M_1 - M_2}{M_1} \right] 100 \quad (15)$$

Avec :

M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> : sont la masse des éprouvettes avant et après immersion respectivement



**Figure 2.29 :** Conservation des éprouvettes et mesure de masse avant après immersion.

### 2.5.3.5 Mesure de la résistance aux sulfates

Les mesures ont été réalisées selon les recommandations de la norme [ASTM C1012-95\[119\]](#). Sur des éprouvettes de mortier 25x25x28,5 cm<sup>3</sup> muni des plots en acier inoxydable. Après démoulage à 24 h, les éprouvettes sont conservées dans l'eau de robinet jusqu'à 28 jours, les éprouvettes ont été sorties de l'eau et numérotées et leur longueur initiale, mesurée avec un rétractomètre ont été relevées. Ont été, ensuite immergées dans une solution de sulfate de sodium à 20 C° (50 g/litre de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). La solution de sulfate a été renouvelée tous les quinze (15) jours durant toute la période de conservation.

Les mesures d'allongement sont effectuées à 7,14,28,56,90 et 180 jours, les éprouvettes ont été sorties, et essuyées par un chiffon humide et les mesures des longueurs ont été effectuées. De la même manière, l'opération a été répétée pour la série des éprouvettes conservées dans une solution de sulfate de magnésium (50 g/litre de MgSO<sub>4</sub>). La quantité de sulfate de magnésium était ajustée pour maintenir une quantité équivalente de sulfate (SO<sub>4</sub>) comme dans l'étude de sodium. La moyenne arithmétique des déformations relatives (en %) propre aux deux modes de conservation a été alors retenue.

$$\Delta L = \frac{L_x - L_i}{285} \times 100 \quad (16)$$

Avec :

$\Delta L$  = changement de longueur à l'âge de x, (%) ;

$L_x$  = valeur de mesure de longueur de l'échantillon à l'âge de x [ millimètre ] ;

$L_i$  = valeur de mesure de longueur initial de l'échantillon de quatre semaines [millimètre ].



Figure 2.30 : Conservation des éprouvettes et mesure d'allongement

### 2.5.3.6 Résistivité électrique

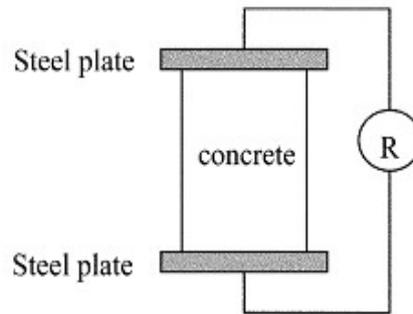
L'essai de résistivité électrique apparent est un essai non destructif qui peut être utilisé pour mesurer la résistivité électrique du béton saturé pour fournir une indication rapide sur différents paramètres liés à la durabilité, par exemple la vitesse de corrosion, le coefficient de diffusion du chlorure la teneur en eau, la porosité et (Weydert et Gehlen [167] ; Castellote et Andrade [168] ; Andrade et al. [169] ; Warkus et Raupach [170] ; l'AFGC, 2004[158] ).

L'essai de résistivité est effectué conformément à la norme [AASHTO TP 119 \[120\]](#). Le principe de la mesure consiste à l'injection de courant dans le matériau et à mesurer la différence de potentiel qui en résulte. Deux électrodes sont placées sur les deux faces avec une éponge humide parallèles de l'éprouvette et on applique une tension puis on mesure la différence de potentiel aux bornes de l'éprouvette et l'intensité de courant dans le circuit. La résistivité électrique ( $\rho$ ) est calculée en utilisant la valeur de résistance,  $R$ , et facteur géométrique ( $k$ ), présent par l'équation (18).

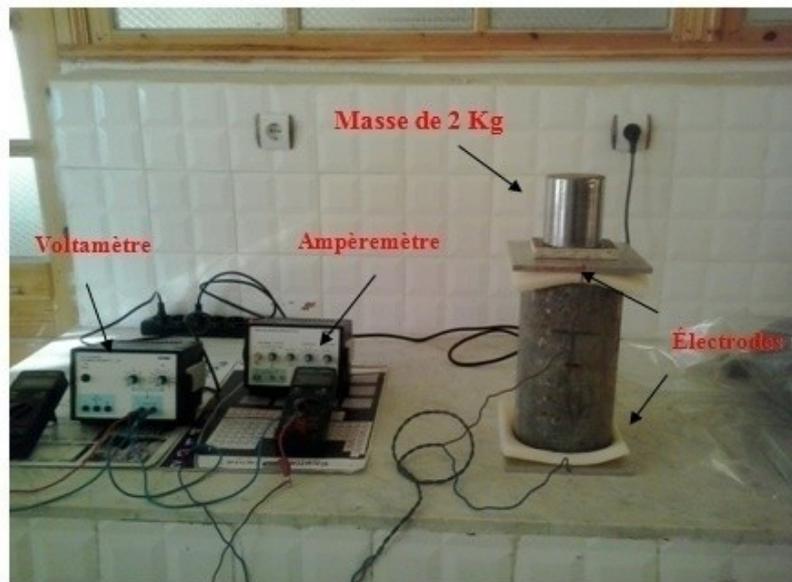
$$\rho = R \times K = R \times \frac{A}{L} \quad (17)$$

$$\rho = \frac{V \cdot A}{I \cdot L} \quad (18)$$

Où  $\rho$  : est la résistivité électrique en  $\Omega \cdot m$  ;  $V$  : est la différence de potentiel aux bornes de l'éprouvette d'essai ;  $A$  et  $L$  : sont respectivement la section et la longueur de l'éprouvette ;  $I$  : l'intensité de courant dans le circuit en (A) .



**Figure 2.31** : Principe de l'essai de résistivité électrique selon [Ozkan Sengul \[121\]](#)



**Figure 2.32 :** Montage du dispositif expérimental de mesure de la résistivité électrique

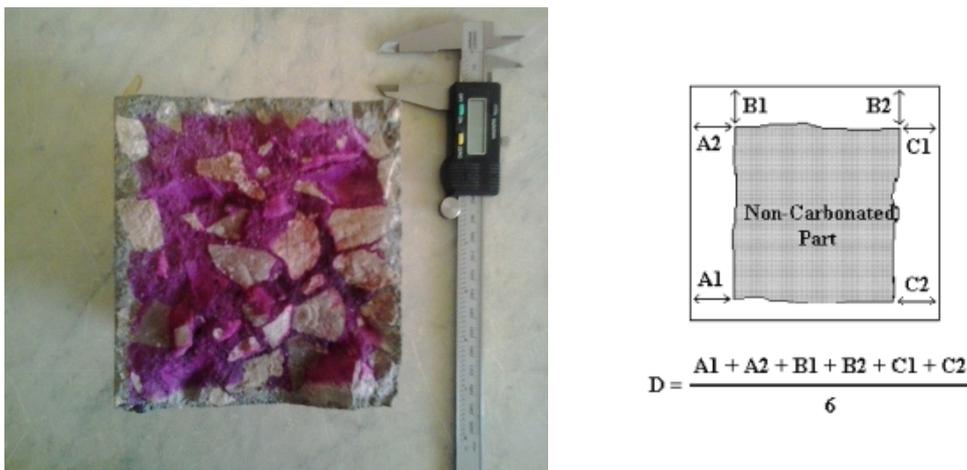
### 2.5.3.7 Mesure de carbonatation

L'essai de carbonatation naturelle a été mené selon la procédure recommandée par la norme (EN12390-10) [122] sur des éprouvettes prismatiques 10 x 10 x 40 cm<sup>3</sup>. Après démoulage, les échantillons sont conservés dans des conditions naturelles de laboratoire avec une humidité relative de 55 ± 5 % et une température de 20 ± 2 °C après 3 ans d'exposition au condition de laboratoire les éprouvettes ont été prises puis fendus sous presse hydraulique sur les surfaces fendues, un indicateur de pH à base de solution phénolphtaléine a été pulvérisé, faisant apparaître une zone non colorée supposée carbonatée et une zone colorée en rose (pH > 9) supposée non carbonatée. La profondeur de carbonatation mesurée à partir du front séparant les deux zones à l'aide d'un pied à coulisse jouge de profondeur (1/10 mm), la profondeur carbonatée faisant la moyenne sur 6 points.

$$X_c = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (19)$$

Avec :

X<sub>c</sub> : moyenne des X<sub>i</sub> mesures élémentaires sur un échantillon et n, nombre de mesures.



**Figure 2.33 :** illustration de la méthode d'évolution de la profondeur carbonatée à l'aide d'un indicateur coloré (la phénolphtaléine)

## 2.5.4 ESSAIS RELATIFS À LA PHASE IV

### 2.5.4.1 Diffraction des rayons

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Elle permet de distinguer clairement les phases cristallisées des phases amorphes. Le principe général consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à examiner l'intensité des rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace.

On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  "deux thêta" du faisceau :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (20)$$

Où

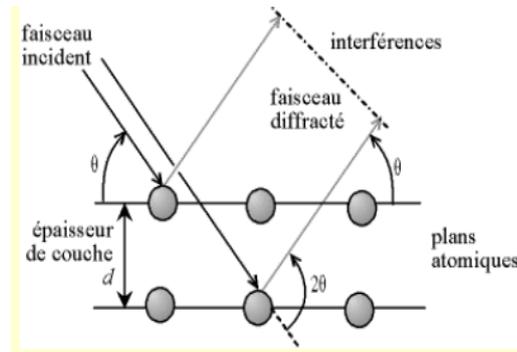
$d$  : est la distance des plans réticulaires ;

$\lambda$  : la longueur d'onde ;

$n$  : l'ordre de la réflexion.

Cette relation, montre qu'il suffit de mesurer les angles de Bragg ( $\theta$ ) pour déterminer les dimensions et la forme de la maille élémentaire du cristal. Le dispositif expérimental utilisé est un diffractomètre de type (D8 ADVANCE) de poudre à compteur courbe de laboratoire de l'université de Mohamed Khider Biskra fonctionne avec la raie  $\alpha_1$  du

Cuivre :  $\lambda = 1,54056$  angström, sur une plage de 10 à 90°. Les échantillons des pâtes de ciment durci sont broyés manuellement jusqu'à une finesse inférieure de 45  $\mu\text{m}$ . Ils sont ensuite étales sur une lame de verre qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique).



**Figure 34:** Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives



**Figure 2.35 :** Photo de diffractomètre de type (D8 ADVANCE) de l'université de Biskra.

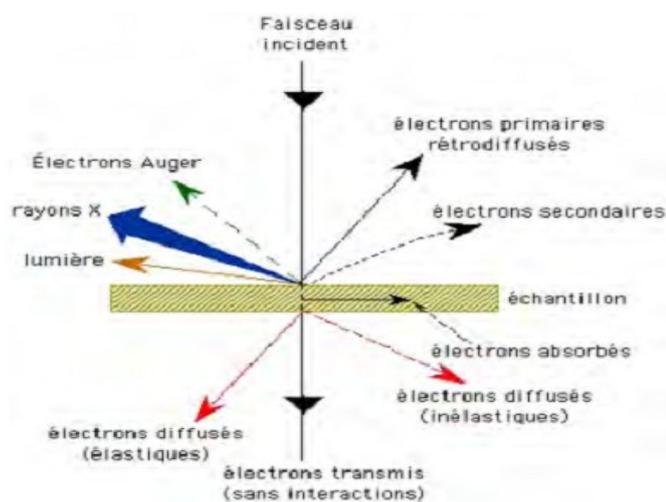
#### 2.5.4.2 Observation au microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage est l'une des techniques les plus utiles pour étudier la microstructure des matériaux il a été largement utilisée pour étudier quantitativement et qualitativement l'évolution de la microstructure des matériaux à base

de ciment au cours de leur hydratation. En utilisant un faisceau d'électrons après avoir mis sous vide l'échantillon. Les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon ; ils sont diffusés de manière élastique et inélastique, la zone inencee prenant la forme d'une poire.

Certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est à dire en conservant leur énergie cinétique : ce sont les électrons dits « rétrodiffusés ». Au cours de la rencontre avec la matière, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron dit « secondaire ». L'énergie des électrons secondaires étant faible (quelques électrons-volts), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière.

L'atome ainsi ionisé se désexcite, un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vide, ce qui provoque soit l'émission d'un photon X (émission secondaire), soit d'un électron Auger.



**Figure 2. 36 :** Ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau [123]

Le microscope électronique utilisé dans le cadre de cette étude de marque **JEOL JSM 6390 LV**, associé à un système d'analyse à dispersion d'énergie (EDS). L'agrandissement peut varier théoriquement jusqu'à 300000.

Pour l'analyse sur MEB nous avons utilisé des échantillons massifs. Une fois le polissage terminé, et pour augmenter la conductivité de leur surface, les échantillons ont été métallisés sous vide (une couche mince d'or et de palladium de 100-200 Å a été appliquée sur la surface).

Les observations ont été effectuées on électrons secondaire, et pour une observation optimale, nous utilisons un courant de sonde de 15 kV.



**Figure 2. 37 :** *Photo de microscope électronique à balayage de l'université de Biskra*

## **2.6 Conclusion de chapitre 2**

À partir des résultats d'essais de caractérisation de matériaux (kaolin et métakaolin) les remarques suivantes peuvent être faites :

- Les résultats d'analyse par fluorescence X montrent que kaolin teste est composé essentiellement de silice ( $\text{SiO}_2 = 49,3 \%$ ) et d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3 = 33,0 \%$ ) indiquant la présence de kaolinite  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2$  avec un rapport ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,49$ ). De plus, il contient d'autres oxydes secondaires ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ ) atteints un pourcentage de 5,74 %, ce qui montre que le kaolin teste n'était pas pur ;
- Les résultats d'analyse par diffraction par rayons X montrent que le kaolin teste est composé minéralogiquement de la kaolinite ( $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2$ ), en plus d'une phase de muscovite ( $\text{KAl}_2[(\text{OH},\text{F})_2]\text{AlSi}_3\text{O}_{10}$ ) et du Quartz ( $\text{SiO}_2$ ) ;

- L'examen du diffractogramme de kaolin calciné montre la disparition des pics caractérisant la kaolinite et la présence d'une phase amorphe caractérisée par un halo à  $2\theta^\circ/18-30^\circ$  qui confirment la déshydroxylation du kaolin (transformation de la kaolinite en métakaolinite (AS<sub>2</sub>) selon l'équation (20) [95-96]).



- Le métakaolin obtenu par calcination de kaolin est composé minéralogiquement principalement de métakaolinite, de muscovite et de quartz (SiO<sub>2</sub>) ;
- Le métakaolin teste répond à toutes les exigences de la norme ASTM C618-12a en termes de critères chimiques : la somme composition chimique SiO<sub>2</sub> + AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 93,32 % > 70 % selon les spécifications de la norme ASTM C 618-12 a [34], le métakaolin teste peut être classé comme pouzzolane de classe (N). la valeur de la perte au feu (P.A.F) du MK teste a pour valeur 1,47% qui est largement plus faible que celle indiquée par la même norme (P.A.F max=10%). De plus, la valeur de trioxyde de soufre de métakaolin teste (SO<sub>3</sub> = 0,02 %) est inférieure à celle exigée par la norme ASTM C 618 -12a[34] (SO<sub>3</sub> max < 4%) ;
- La microscopie à balayage (MEB) associée à un système d'analyse à dispersion d'énergie (EDS) permet l'observation de la texture de l'échantillon et la caractérisation de sa composition minéralogique. L'examen de micrographie nous a permis d'observer, que le métakaolin testé est constitué d'agglomération des particules qui ont de forme des plaquettes de différente dimension accolées les uns aux autres. De plus, la micrographie de métakaolin a montré la présence des particules de quartz et de muscovite associées avec le métakaolinite.

# Chapitre 3

---

## RESULTATS DE LA PHASE1 : PROPRIETES PHYSICO - MÉCANIQUE DES LIANTS ET MORTIERS AVEC ET SANS MÉTAKAOLIN

### 3.1. Introduction

L'introduction des additions minérales en substitution du ciment en pâte, mortier et béton peuvent influencer sur les propriétés du matériau, telles que le temps de prise la demande en eau et en adjuvant et enfin sur la durabilité de ses matériaux. Les modifications induites par les additions minérales dépendent essentielle a leur composition minéralogique d'un part et de leur taux d'introduction et également de leur mécanisme d'action d'autre part. Au niveau de substitution normalement utilisée, l'incorporation d'additions minérales peu entrain une amélioration des propriétés mécaniques, cette amélioration est due a la formation de nouveaux hydrates et de la consommation de la Portlandite ; une densification de la microstructure de la zone de transition entre pâte cimentaire et granulats ; une diminution de la taille des pores ; une accélération d'hydratation du ciment.

De ces considérations, les objectifs peuvent être énoncés pour la présente phase, d'abord, et en premier temps évaluer l'influence du contenu de métakaolin sur les propriétés physiques du ciment à savoir le temps de prise et consistance normale. En suite, et en deuxième temps, évaluer les modifications induites par du métakaolin sur les propriétés rhéologiques du mortier : maniabilité, besoin en eau et en superplastifiant, et finalement, il se termine par l'évaluation de l'influence de taux d'incorporation du métakaolin et l'âge de durcissement, et le rapport (E/C) sur les performances mécaniques de pâte et mortiers durcis.

## 3.2. Effets de métakaolin sur le temps de prise et consistance normale

### 3.2.1 Temps de prise et consistance normale

L'effet de métakaolin sur le début et la fin de prise a été déterminé conformément à la norme NF EN 196-3 [106], sur une pâte à consistance normale. Le rapporte eau/liant, requis pour la fabrication d'une pâte de ciment de consistance normale en fonction de la quantité de ciment substituée par du métakaolin est présente dans le tableau 3.1. Il est possible de remarquer que le remplacement du ciment par du métakaolin, engendre une augmentation de la quantité d'eau nécessaire pour l'obtention de la consistance normale proportionnelle avec la quantité du ciment substituée par du métakaolin, à titre d'exemple, pour des teneurs de substitution de ciment par 5 % et 20 % en métakaolin, la quantité d'eau fait augmenter de 3,5 % et 38 % respectivement. Cette plus grande quantité d'eau exigée pour les pâtes contenant de métakaolin, est nécessaire pour la lubrification des particules de métakaolin et leur dispersion dans l'eau de gâchage, et pour donner au mélange la consistance de référence ( $6 \pm 1$  mm). Cette modification de besoin en eau, induit par le métakaolin qui a de caractère physique est dû d'une part à la finesse du métakaolin qui relativement plus élevée à celle du ciment portland seul. D'autre part, à la morphologie des particules du métakaolin qui tendant à modifier considérablement les frictions inter granulaire dans les mélanges cimentaires, et par conséquent, une augmentation de la quantité d'eau nécessaire pour l'obtention de la consistance normale. Ces résultats sont conformes à ce qui a été rapporté dans la littérature [Badogiannis et al. \[59\]](#) ; [Batis et al. \[23\]](#) ont montrant que l'augmentation de taux d'incorporation du métakaolin engendre une augmentation significative de la demande en eau et du temps de prise. En comparant au ciment Portland seul, on attribue ce phénomène à la finesse élevée du métakaolin. De même, [Janotka et al. \[63\]](#) ont étudié la consistance et le temps de prise de ciment Portland incorporant du métakaolin slovaque contenant différents teneurs en métakaolin. Le mélange contenant de ciment Portland seul a montré la plus faible demande en eau, tandis que le mélange cimentaire incorporant du métakaolin contenant une teneur élevée en métakaolin a montré une demande en eau la plus élevée, en comparant à d'autres mélanges cimentaires. Selon ces auteurs [Janotka et al. \[63\]](#) ceci peut être dû à la surface spécifique de métakaolin testé et aussi à sa réactivité pouzzolanique.

Concernant l'effet du métakaolin sur le temps de prise, on peut remarquer que l'incorporation du métakaolin dans le ciment n'a pas affecté significativement le temps de prise. Par exemple, pour la pâte de consistance normale contenant 20% de métakaolin, le

temps de prise du ciment est légèrement plus long que celui de la pâte témoin (135 minutes), soit une augmentation d'environ 8%. Cela est probablement dû à l'effet de dilution du ciment par le métakaolin (diminution de la teneur en constituants actifs anhydres du ciment ( $C_3S$  et  $\beta$ - $C_2S$ ), alors que les pâtes contenant une teneur plus faible en métakaolin présentent un temps de prise légèrement plus court, qui peut être attribué à l'accélération du processus d'hydratation du ciment induite par les particules très fines de métakaolin (effet filler).

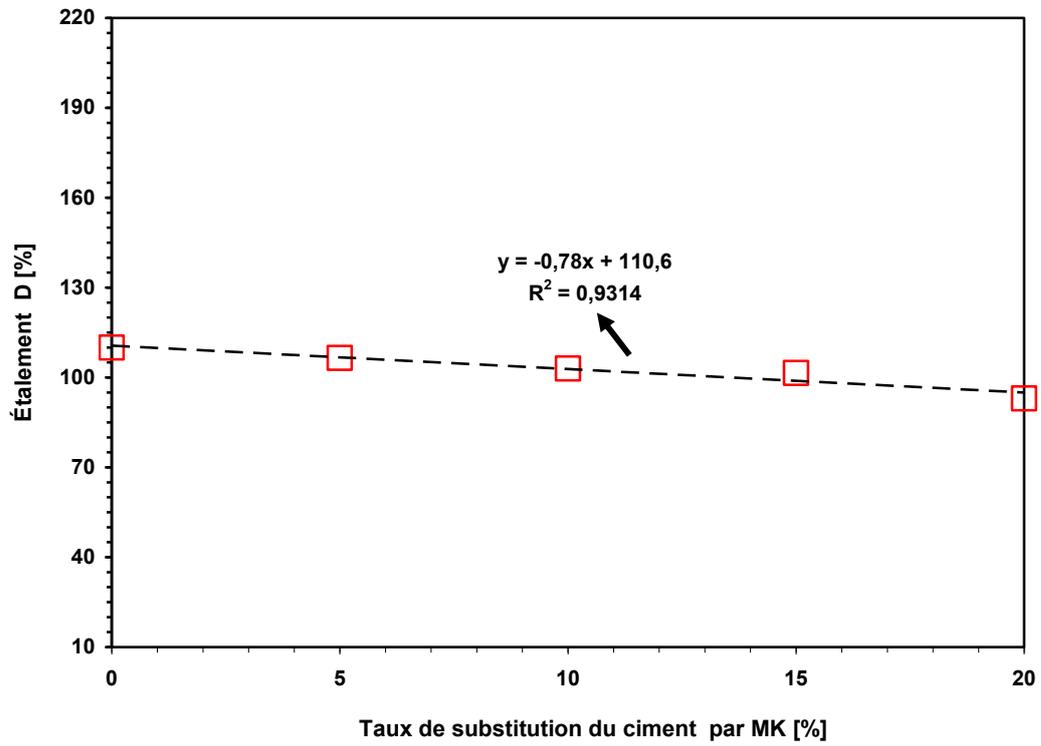
**Tableau 3.1 :** *Temps de début et de fin de prise pour différents types des liants étudiés*

Type de liant	MK, (%)	Consistance normale , H <sub>2</sub> O (%)	Temps de prise, minutes	
			Début de prise	Fin de prise
P0	0	27,0	125	205
P1	5	28,0	120	205
P2	10	31,5	120	210
P3	15	34,5	125	215
P4	20	37,5	135	220

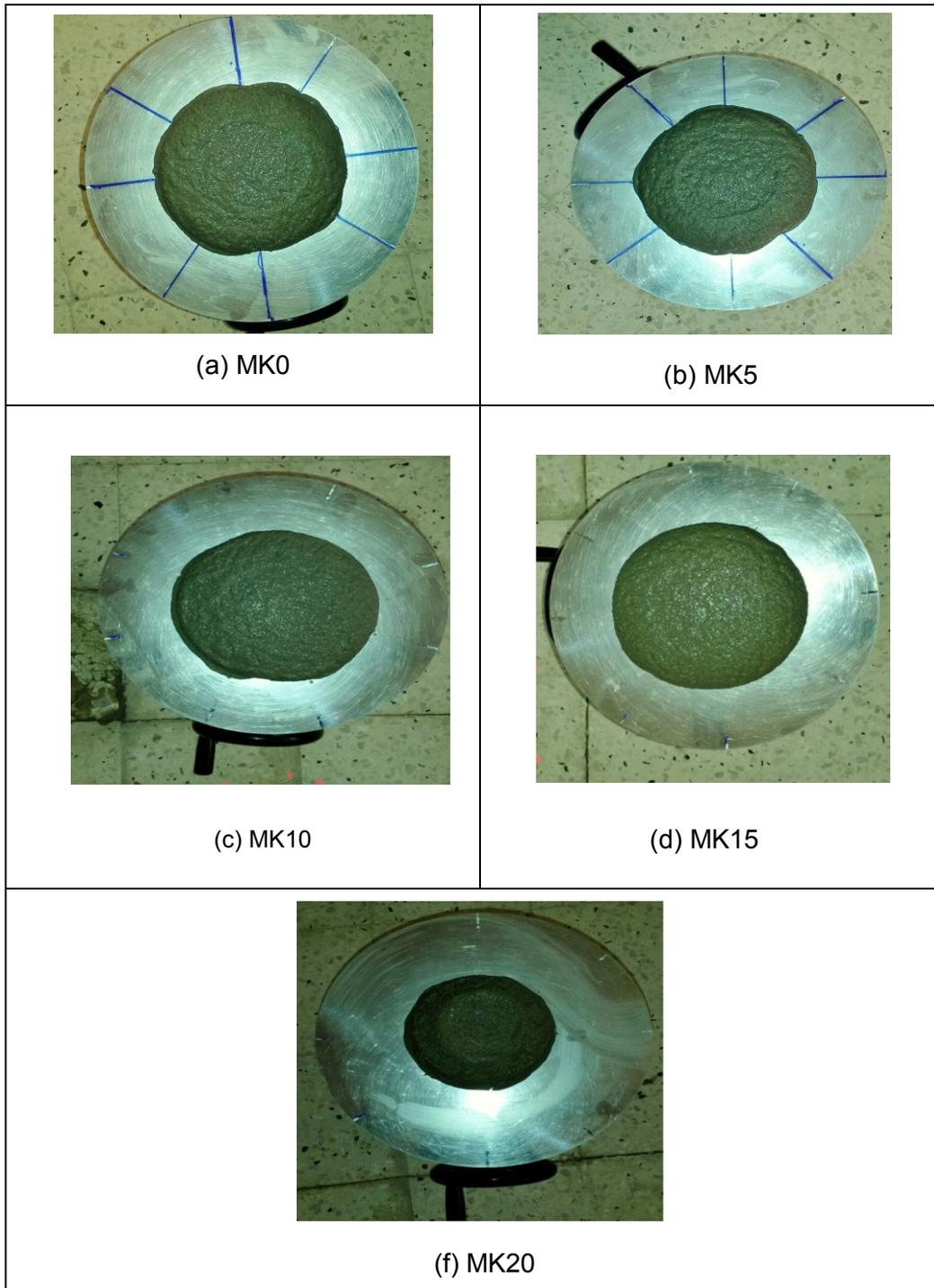
### 3.3. Effets de métakaolin sur la demande en eau et superplastifiant

#### 3.3.1. Effets de métakaolin sur la consistance et demande en eau

L'effet de l'incorporation du métakaolin dans le mortier sur la consistance de référence ( $110 \pm 5 \%$ ) [103] a été évalué en mesurant l'étalement du mortier à l'état frais sur une table à secousses conformément à la norme *ASTMC1437* [103]. La figure (3.1) présente les résultats de l'évolution de l'étalement de mortier frais en fonction du taux de substitution du ciment par du métakaolin avec un rapport eau/liant pris constant. Il est possible de remarquer que l'augmentation de taux d'incorporation de métakaolin dans la matrice cimentaire entraîne une diminution de l'étalement du mortier frais proportionnelle avec le taux d'incorporation du métakaolin. En effet, le mortier incorporant 20 % de métakaolin présente la consistance la plus faible avec un étalement de 93 %, soit une diminution d'environ 20 % par rapport au mortier de référence sans du métakaolin. Ces résultats sont en accord avec les observations faites précédemment sur la pâte cimentaire à consistance normale, démontrant que l'incorporation du métakaolin dans la matrice cimentaire exige plus d'eau en comparant avec celle préparée avec ciment sans du métakaolin. Cependant, on s'attendait à ce que la finesse de métakaolin inférieure à celle du ciment, que les particules de métakaolin incorporant au mélange comblent les vides entre les grains de ciment ce qui permet la libération de l'eau piégée dans ces vides. Cette eau libérée devient donc améliorant la maniabilité, tel n'est pas absolument le cas, pour le mortier incorporant du métakaolin, cela est dû au fait que les particules du métakaolin plus fin remplissent les vides et libère l'eau piégée, mais absorbent en même temps une partie de cette eau libérée ce qui rend plus faible l'amélioration de la maniabilité. Additionnelle, à cet effet, s'ajoute la forme irrégulière des grains du métakaolin qui tendant à augmenter le besoin en eau. La contribution du métakaolin à la diminution de maniabilité a été déjà constatée par *Kim et al.* [58] ont montrés, en étudiant l'étalement des mortiers incorporant différents taux du métakaolin et de laitier granulé de hauts fourneaux, que le mortier avec du métakaolin et laitier présentant un étalement plus faible que celle du mortier de référence. Dans ce cas, elle est d'autant plus faible que la quantité du métakaolin est importante. Par ailleurs, l'examen visuel du mortier frais figure (3.2) montre que la présence de métakaolin dans le mortier semble avoir un effet bénéfique sur le ressuage. Les mortiers à base de ciment contenant du métakaolin sont plus cohésifs et moins sensibles au phénomène de ressuage.

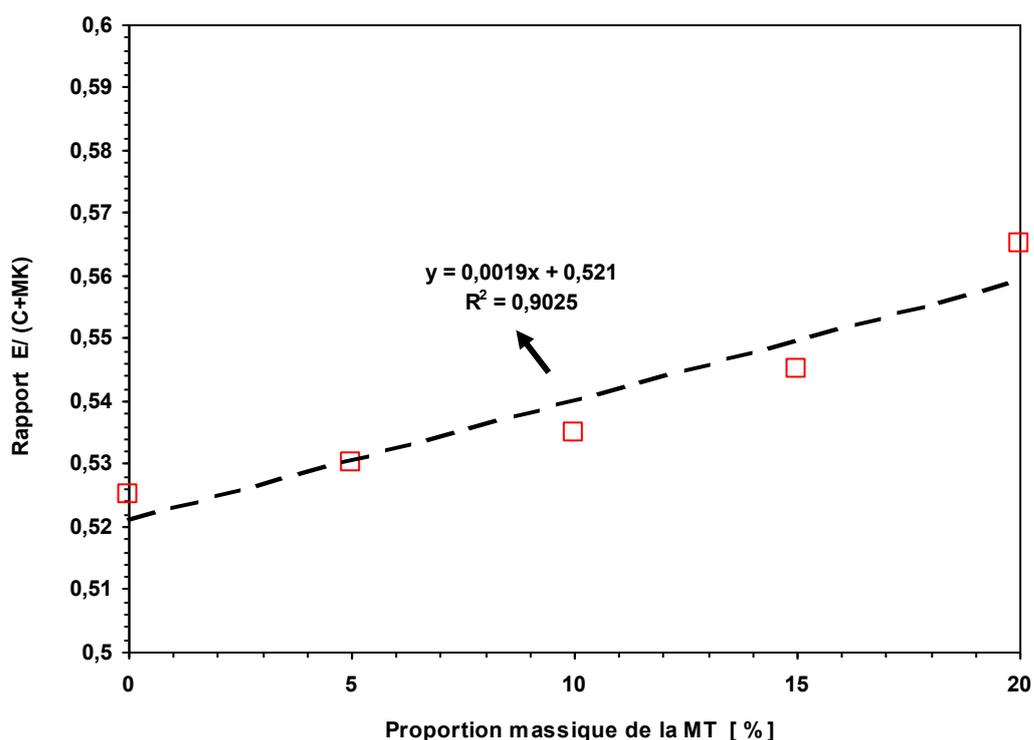


**Figure 3.1 :** Variation de l'étalement des mortiers, en fonction du taux de substitution du ciment par du métakaolin.



**Figure 3.2.** : Photo d'étalement des mortiers étudiés en fonction du taux de substitution du ciment par métakaolin.

Afin de quantifier la modification induite par le métakaolin sur la demande en eau, la quantité d'eau a été ajustée à chaque fois pour tous les mortiers confectionnés pour acquérir la consistance du mortier de référence ( $110 \pm 5$  %) [103]. La figure (3.3) présente la variation du besoin en eau de mortier en fonction de la teneur de substitution de ciment par du métakaolin, on peut remarquer que la demande en eau est d'autant plus importante que le taux de substitution du ciment par le métakaolin est élevé, Ce comportement est similaire a celle observée sur la pâte, cependant, le taux d'augmentation en demande en eau du mortier est plus petit comparant a celle observée sur la pâte cimentaire. À titre d'exemple, la demande en l'eau augmente de 20 % pour le mortier contenant 20 % du métakaolin tandis que pour la pâte de ciment et pour la même proportion de MK l'augmentation elle est approximativement de l'ordre 38 %. La diminution de quantité d'eau dans les mortiers, comparativement, a celle obtenue pour la pâte cimentaire, peut être attribuée à l'effet favorable de la présence de sable dans le mortier.



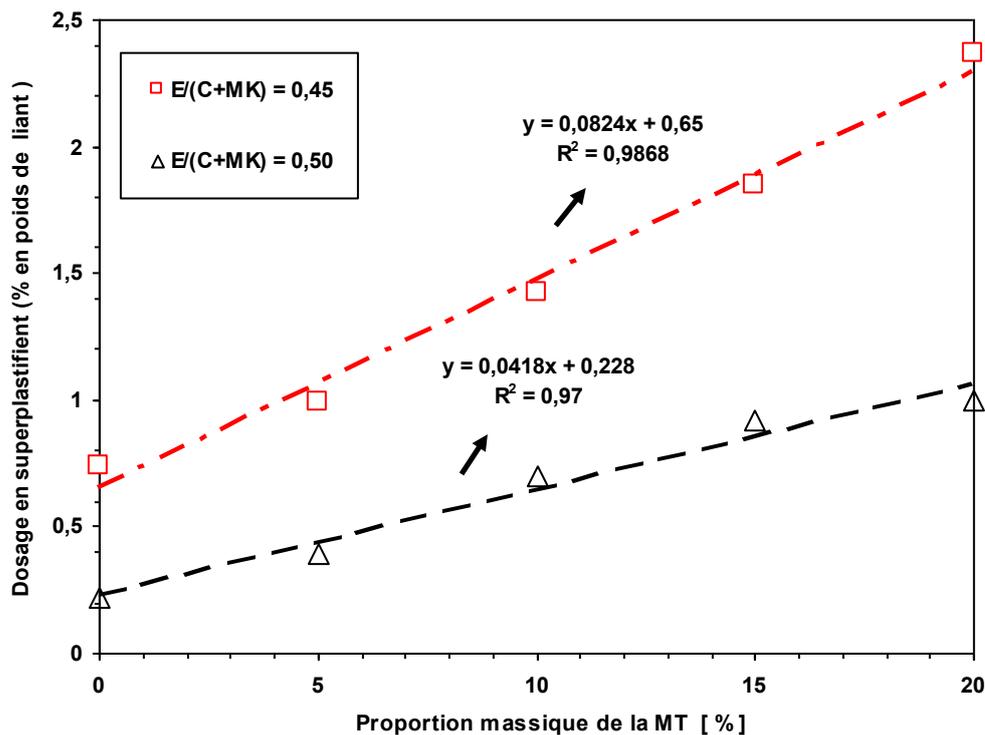
**Figure 3.3 :** Variation du besoin en eau des mortiers, en fonction du taux de substitution du ciment par métakaolin.

### 3.4. Effets de métakaolin sur la demande en superplastifiant des mortiers à même consistance

L'utilisation des additions minérales en substitution du ciment engendre généralement une augmentation du besoin en eau pour les mortiers à même consistance. L'introduction d'un adjuvant fluidifiant en quantité appropriée permet de contenir l'effet granulaire de l'addition sur le besoin en eau et de ramener toutes les formulations de mortier à une quantité d'eau constante tout en maintenant inchangée la consistance du mélange frais. Dans ces conditions, l'effet granulaire de l'addition se traduit automatiquement en un besoin en adjuvant variable selon l'intensité du frottement des grains solides dans le mélange.

La figure 3.4 présente l'évolution de la demande en superplastifiant des mortiers en fonction du taux de substitution du ciment par du métakaolin et de rapport (E/L). La quantité d'adjuvant (superplastifiant) a été ajustée à chaque fois pour tous les mortiers confectionnés pour acquérir la consistance du mortier de référence ( $110 \pm 5\%$ ) [103]. Les résultats obtenus montrant que l'évolution de la demande en superplastifiant permettant d'obtenir une maniabilité constante en fonction de taux incorporant de métakaolin dans le mortier, suivent la même tendance de la variation de la demande en eau, observée sur la pâte de ciment et mortiers non-adjuvants. Nous pouvons remarquer que le dosage en superplastifiant nécessaire pour maintenir une maniabilité constante, augmente avec l'augmentation du taux de substitution du ciment par du métakaolin et ceci indépendamment de rapport eau/liant. Par ailleurs, on peut constater que la demande en superplastifiant est d'autant plus importante que le rapport  $E/(C+MK)$  est faible. En effet, pour la série de mortier confectionnée avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,50$  la substitution partielle de ciment par 5 %, 10 %, 15 % et 20 % a conduit à une augmentation de dosage de superplastifiant d'ordre de 0,3 %, 0,7 %, 0,9 % et 1 % respectivement. Tandis que, pour les mortiers préparés avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,45$ , l'augmentation de dosage en superplastifiant est d'ordre de 0,9 %, 1,42 %, 1,85 % et 2,37 % respectivement. L'augmentation de la demande en superplastifiant des mortiers contenant du métakaolin est liée au phénomène de floculation résultant de la finesse du métakaolin plus élevée à celle du ciment seul, qui est d'autant plus élevée que la teneur de substitution de ciment par du métakaolin est élevée, qui nécessite des quantités de superplastifiant importantes pour lubrifier l'ensemble des particules des métakaolins et assurer leur dispersion dans la structure granulaire. L'effet de la finesse du MK sur l'augmentation de la demande de superplastifiant a aussi été confirmé par nombreuses études P. Dinakar et al. [56] et Khatib et al. [71] portant

sur l'incorporation du métakaolin dans le béton rapportent que l'augmentation de dosage de superplastifiant du béton contenant du métakaolin est essentiellement due à la finesse du métakaolin. En outre, les propriétés texturales et morphologique des particules du métakaolin peut contribuer aussi d'augmenter le besoin en superplastifiant. Il a été, en effet, démontré par plusieurs études [124, 125,126] que les additions minérales de forme irrégulière montrent des besoins en eau deux à quatre fois supérieure à ceux des additions de forme angulaire ou arrondie. En effet, les observations au microscope électronique à balayage ont montré que les grains du métakaolin sont essentiellement constitués d'agglomérats des particules. Ces particules sont elles-mêmes formées d'un empilement de plaquettes, ceci pourra donc expliquer l'augmentation de la demande de superplastifiant de mortier à base de ciment contenant du métakaolin.



**Figure 3.4 :** Demande en adjuvant (SP %) pour des différents mortiers en fonction du teneur de substitution du ciment par métakaolin et rapport  $(E/(C+MK))$

### 3.5. Effets de métakaolin sur les propriétés mécaniques de la pâte durci.

#### 3.5.1. Effets de métakaolin sur la résistance en compression de la pâte durci

L'évolution de la résistance à la compression de ciment, contenant différente teneur de substitution de ciment par du métakaolin, en fonction du temps à 7,28 et 90 jours et pour rapport eau - liant  $E/(C + MK) = 0,25, 0,30$  et  $0,40$  sont représentées par les figures (3.5, 2.6 et 2.7) respectivement. À court terme, à 7 jours nous pouvons observer que le mélange contenant 10 % du métakaolin développe de résistance à la compression la plus élevée qui dépasse celle du mélange de référence, et ceci, quel que soit le rapport  $E/(C+MK)$ . À titre d'exemple, elle atteint une valeur maximale de 88,50 MPa, 75,05 MPa et 26,45 MPa pour les rapports  $E/(C+MK) = 0,25, 0,30$  et  $0,40$  respectivement, soit un gain de résistance de l'ordre de 7,53 %, 3,5 % et 3,9 % respectivement. Par ailleurs, on remarque que l'augmentation de la teneur de substitution de ciment par du métakaolin au-delà de cette proportion 10 % conduit à une diminution légère de la résistance. Il apparaît donc, que 10 % du MK est l'optimum de substitution du ciment par de métakaolin à cet âge (7jours). Ces résultats sont en accord avec ceux de [Wild.S et al \[15\]](#), et [Maria C.G. Juengera, Rafat Siddique \[127\]](#), qui montrent que la substitution partielle du ciment par le métakaolin engendre une amélioration de la résistance à la compression, la contribution du métakaolin à l'amélioration de la résistance à la compression étant la combinaison de trois effets principaux des additions minérales sur les propriétés des matériaux de ciment. Ces effets sont : (i) un effet physique appelé "effet filler", (ii) un effet physico-chimique qui agit sur l'accélération de l'hydratation du ciment portland qui a un impact maximum dans les premières heures (iii) un effet chimique réaction pouzzolanique du métakaolin avec le Portlandite qui apporte leur grande contribution à la résistance entre 7 et 14 jours [\[23, 31, 35 à 37\]](#). Ces effets agissent simultanément et de manière complémentaire sur l'amélioration des performances mécaniques des matériaux cimentaires.

À moyen terme tout comme à long terme, on peut observer que la résistance en compression des mélanges cimentaires contenant 15 % de métakaolin est fortement supérieure à celle de mélange de référence et supérieure aux mélanges cimentaires contenant 5 %, 10 % et 20 % de métakaolin, et cela indépendamment du rapport  $E/(C+MK)$  utilisé. De plus, nous remarquons que l'augmentation de la teneur de substitution du ciment par du métakaolin au-delà de ce taux, entraîne par l'effet de dilution du ciment [Wild.S et Khatib \[15\]](#), et [Maria C.G. Juengera, Rafat Siddique \[127\]](#), une diminution légère des résistances, mais toujours avec des

résistances équivalant voir supérieur au mélange de référence. Il semble donc que 15 % MK est l'optimum de substitution du ciment par métakaolin à moyen et à long terme. À titre d'exemple, pour le mélange cimentaire contenant 15 % de métakaolin préparé avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,25$ , présent a 28 jours et 90 jours des résistances maximales de 115 MPa et 120 MPa, respectivement, soit un gain de résistance de l'ordre de 26 % et 10 % respectivement.

Par ailleurs, la comparaison du gain de résistance obtenu à 28 et 90 jours avec celle enregistrée à court terme à 7 jours, indique que la contribution du métakaolin dans l'évolution de la résistance par leur effet pouzzolanique est relativement plus importante à moyen terme comparant à court terme. Cela confirme les observations faites par [Poon CS et al \[128\]](#) ; et [Lino Maia et al \[129\]](#) démontrant que le métakaolin engendre une activité pouzzolanique plus élevée, particulièrement pour des âges postérieurs, cela pourrait également expliquer l'amélioration significative de la résistance apportée par du métakaolin a moyen et à long terme. Pour l'effet du rapport eau/liant sur l'évolution de résistances des mélanges contenant différentes proportions du métakaolin. Les résultats montrent la tendance classique correspondante à l'augmentation de la résistance avec la diminution du rapport  $E/(C+MK)$ , et cela, indépendamment de la teneur de substitution de ciment par du métakaolin. À titre d'exemple, pour les mélanges contenant 5 %, 10 %, 15 %, et 20 % du métakaolin la diminution de rapport eau/ liant de 0,30 à 0,25 conduit a 7 jours a des gains de résistance d'ordre de 15,53 %, 18.0 %, 11,50 % et 15,7 %, et 90 jours a de gain de résistance 17 %, 15 %, 15 % et 13 %, respectivement. On peut conclure, que la résistance à la compression varie inversement avec le rapport  $E/(C+MK)$  et par conséquent avec la porosité. En effet, la diminution de la quantité d'eau dans la pâte cimentaire, tout en assurant une consistance appropriée conduite une diminution de volume des pores capillaires qui a pour effet d'augmenter la résistance. Ces résultats sont en accord, avec ceux observés par [Guettala.S et Mezghiche \[130\]](#) qui ont mené, des études similaires sur la réactivité de sable de dune, rapportant que la résistance en compression de pâte de ciment contenant différentes proportions de sable de dune est significativement améliorée avec la diminution du rapport  $E/(C+Sd)$ . Selon les auteures, l'amélioration de la résistance est liée, à une modification de la structure poreuse entraînant par conséquent une augmentation de volume des pores fins et une diminution de volume des gros pores.

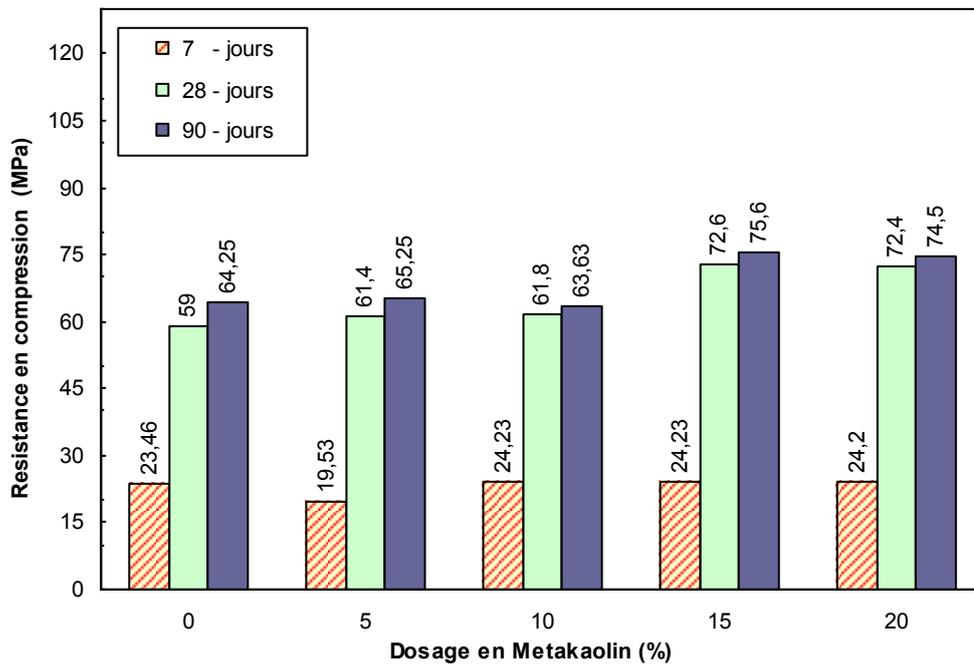


Figure 3.5 : Évolution de la résistance a la compression de pâtes de ciment en fonction du temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin avec  $E/(C+MK)=0,40$

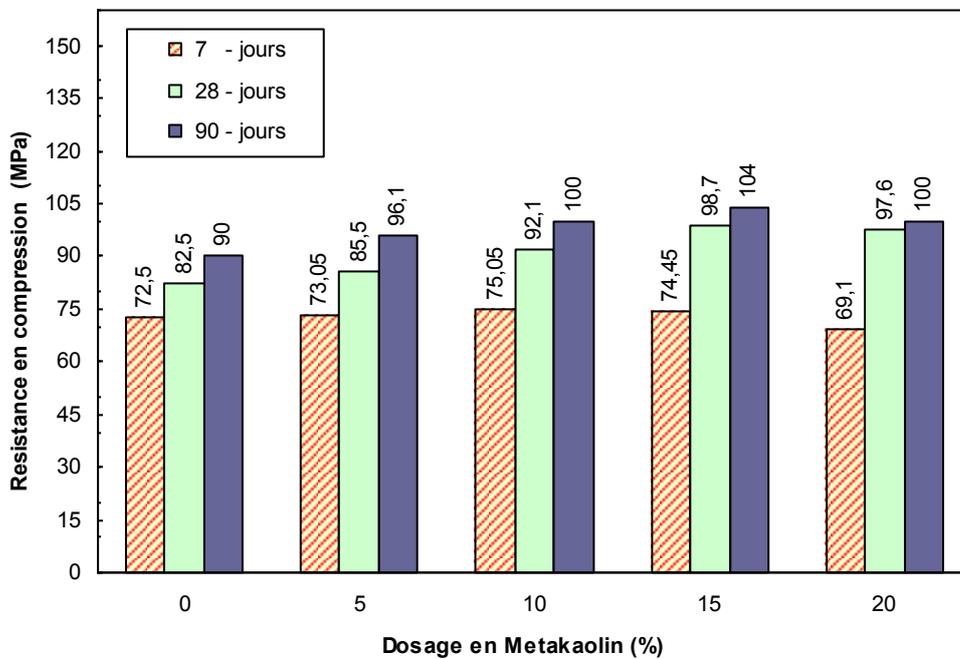
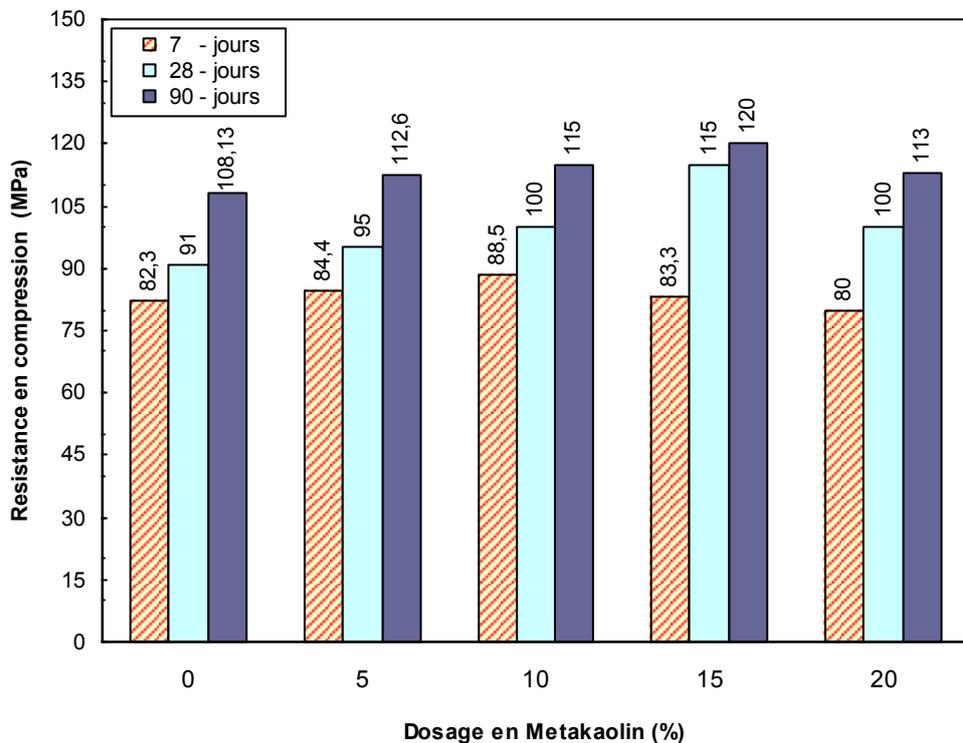


Figure 3.6 : Évolution de la résistance a la compression de pâtes de ciment fonction du temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin avec  $E/(C+MK)=0,30$ .



**Figure 3.7:** Évolution de la résistance à la compression de pâtes de ciment fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin avec  $E/(C+MK)=0,25$

### 3.6. Effets de métakaolin sur la résistance en compression et résistance en traction par flexion de mortier durci

#### 3.6.1 Effets de métakaolin sur la résistance en compression de mortier durci

Le mortier est un mélange d'un liant cimentaire, eau, sable et éventuellement des adjuvants minéraux et chimiques. La présence de sable dans le mortier a une grande influence sur les propriétés du mortier aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci. En effet, les propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression, la résistance à la flexion dépend de plusieurs facteurs : le rapport (E/L), compositions de ciment, le volume pâte/granulats et la qualité de la zone de transition pâte cimentaire granulats. La substitution partielle d'une fraction de ciment par additions minérales engendre une modification importante de la microstructure de la matrice cimentaire et de la zone de transition de ce fait, il est très important d'évaluer la contribution du métakaolin sur les différentes propriétés mécaniques du mortier durci.

Les figures (3.8, 3.9 et 3.10) présentent l'évolution de la résistance à la compression des mortiers contenant différente teneur de substitution de ciment par la métakaolin 5 %, 10 %, 15 % et 20 %, et pour différents rapports Eau/ liants étudiés. Il possible de remarque, à court terme (7jours), pour la série des mortiers confectionné avec de rapport ( $E/L = 0,60$ ) que la résistance de tous les mortiers est relativement faible (16 MPa à 22MPa). La substitution partielle de ciment par du métakaolin engendre une diminution de la résistance en compression. Cette diminution de la résistance est proportionnelle avec le taux de l'incorporation du métakaolin dans le ciment, et elle d'autant plus important que le taux de substitution de ciment par du métakaolin est élevée. À titre d'exemple, pour des teneurs de substitution de ciment par 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin, le taux de diminution de la résistance est d'ordre 2,1 %, 10,3 %, 16,38 % et 22 % respectivement par rapport a celle du mortier de référence. Cela est attribué d'une part a à la réactivité pouzzolanique relativement lente de MK à jeune âge et d'autre part l'effet de dilution du ciment par du métakaolin [Wild.S et Khatib \[15\]](#), et [Maria C.G. Juengera, Rafat Siddique \[127\]](#).

En revanche pour les deux séries du mortier confectionné avec des rapports  $E/(C+MK)$  0,45 et 0,50 et pour même échéance 7 jours, nous pouvons observer que les mortiers contenant de métakaolin présente des résistances variant de (24,20 MPa à 29,38 MPa) et (30,81 MPa à 33,10 MPa) respectivement. Nous remarquons que les résistances en compression de deux séries de mortiers croissent pour faible taux d'incorporation de MK et atteignent un maximum pour 10 % de métakaolin, puis commencent à décroître proportionnellement aux taux de substitution de ciment par MK. Cette légère augmentation de résistance avec l'incorporation de 10 % de métakaolin ce traduit par une moyenne de gain de résistance d'ordre 1,63 % et 5,67 % pour les rapports  $E/(C+MK) = 0,50$  et 0,45 respectivement L'amélioration de la résistance à court terme est liée principalement à l'effet accélération d'hydratation de ciment et à l'effet filler de métakaolin [Wild.S et Khatib \[15\]](#). En effet, compte tenu de la finesse relativement élevée du métakaolin, les particules du métakaolin comportent comme des sites de nucléation pour l'hydratation du ciment Portland, en plus elles peuvent s'insérer facilement entre les grains de ciment et remplir certains pores, et densifiant en conséquence la matrice cimentaire.

À 28 jours, nous pouvons observer que tous les mortiers contenant de métakaolin présentent des résistances à la compression équivalentes, voire supérieures à celles du mortier témoin et cela dépend du rapport  $E/L$  et du taux de substitution du ciment par de métakaolin.

Pour les deux séries des mortiers contenant de MK confectionné avec du rapport  $E/L = 0,45$  et  $0,50$  respectivement, on peut constater que les résistances tend à augmenter avec l'augmentation de taux d'incorporation de MK jusqu'à teneur 15 %, au-delà de ce taux elle diminue. La moyenne de gain de résistance pour les mortiers contenant 15 % de métakaolin préparés avec de rapport  $E/L = 0,45$  et  $0,50$  est d'ordre 26,05 et 29,80 % respectivement. L'amélioration de résistance de mortier contenant de métakaolin est liée à trois effets principaux pour lesquels le métakaolin contribuera d'améliorer la résistance : l'effet pouzzolanique qui dépend essentiellement de la réactivité du métakaolin et l'effet filler, et effet accélérateur, qui est l'effet physique, qui tend à accélérer la vitesse d'hydratation du ciment [Wild.S et Khatib \[15\]](#). En effet, la présence des particules fines tend souvent à augmenter le nombre de sites de nucléation et précipitation d'hydrates tels que C-S-H, C-A-H, C-A-S-H [Prince W., Castanier G., Gafferi J.L.I \[41\]](#). La formation des nouveaux hydrates supplémentaires contribue à la densification de la matrice cimentaire et par conséquent à l'amélioration des propriétés mécaniques. Par ailleurs, pour la série des mortiers contenant de métakaolin confectionné avec de rapport  $E/L = 0,60$ , on constate que l'incorporation de métakaolin engendre une légère amélioration de la résistance comparativement aux autres mortiers incorporant de MK préparé avec des rapports  $E/L$  0,45 et 0,50. Cette faible amélioration des résistances des mortiers contenant de MK ayant de rapport ( $E/L = 0,60$ ) est attribuée probablement à la porosité des mortiers plus importante en présence de MK, cet effet est plus remarquable et a pour effet plus important sur l'évolution de la résistance à court terme.

À 90 jours, tous les mortiers incorporants de métakaolin préparés avec des rapports  $E/(C+MK) = 0,45$  et  $0,50$ , respectivement, développent des résistances à la compression équivalente, voire supérieure à celles des mortiers, témoin. En revanche, on remarque que le taux optimal de remplacement du ciment par le métakaolin pour les mortiers ayant des rapports  $E/(C+MK) = 0,45$  et  $0,50$  à cet âge se décale vers 20% et 10% de MK avec un gain moyen de résistance de 16.90 et 15.54 respectivement. De plus, on peut observer que le gain de résistance de mortier incorporant de métakaolin à cet âge est inférieur à celle enregistrée à 28 jours. À titre exemple pour la série de mortier avec de rapport de  $E/(C+MK) = 0,50$ . L'amélioration de la résistance du mortier contenant du métakaolin à long terme reflète principalement à la poursuite d'hydratation de ciment et d'autre part, à la réaction pouzzolanique de métakaolin tardif [\[35,43\]](#). Ces résultats sont en concordance avec ceux de

Badogiannis et al [37] et de Caldarone et al [55]. Qui ont montré que la métakaolin engendre une activité pouzzolanique plus élevée, particulièrement pour des âges postérieurs. Badogiannis et al [37] ont observé que les métakaolin ont un effet très positif sur la résistance après 2 jours et particulièrement à 28 et 180 jours. D'autres études conduites par Caldarone et al [55] ont montré que la substitution du ciment par du métakaolin de 5 à 10 % engendre une augmentation de la résistance jusqu'à 365 jours. Ces mêmes autres rapportant que ces échantillons ont montré une augmentation de la résistance d'ordre de 10 % plus élevée par rapport aux échantillons incorporés avec la même quantité par la fumée de silice. Pour la série, des mortiers confectionné avec de rapport  $E/L = 0,60$ , on peut observer que les mortiers contenant de métakaolin présentent des résistances a la compression légèrement inférieur a celle de mortier de référence. Cela est dû comme on a expliqué précédemment à la porosité initiale importante de mortier et aussi peut être dû au métakaolin eu même qui tend à augmenter la porosité totale de mortier ayant de rapport  $E/L$  supérieur à 0,5.

Nos résultats confirment que l'incorporation du métakaolin dans le ciment a pour effet assez perceptible sur la résistance de mortier a moyen et a long terme et pour des rapports  $E/(C+MK)$  faible, et un effet moins important pour du rapport  $E/(C+MK)$  élevé ( $> 0,50$ ) . Ainsi, les résultats obtenus montre que l'optimum de remplacement du ciment par de métakaolin varie de 10 % à 20 %, et qui dépend principalement du rapport  $E/(C+MK)$ , et de l'âge de durcissement.

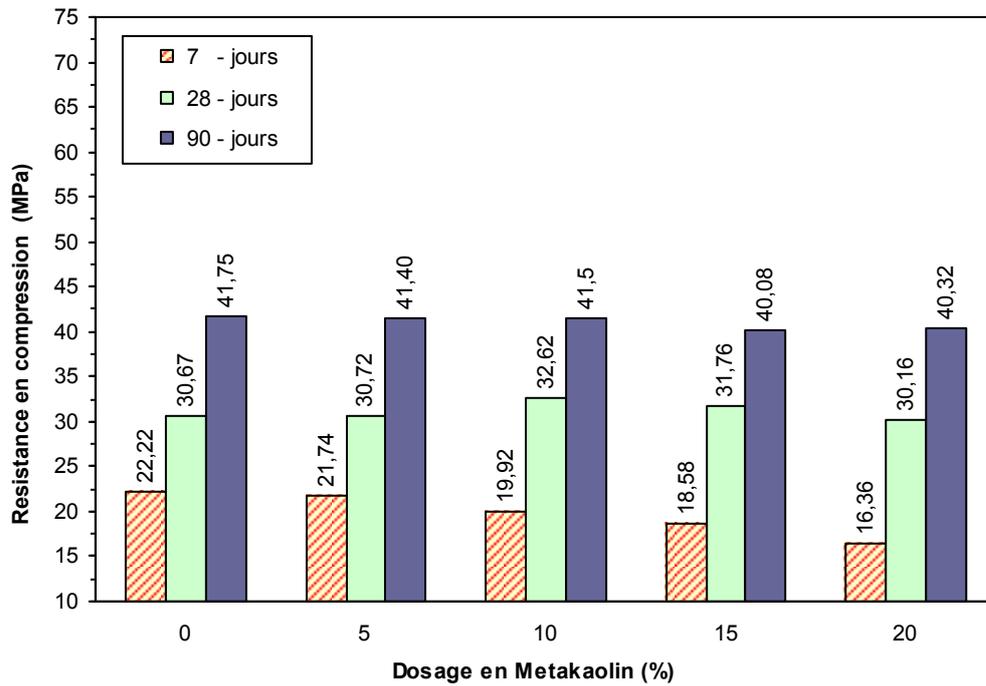


Figure 3.8 : Évolution de la résistance à la compression du mortier en fonction du temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin pour  $E/(C+MK) = 0,60$

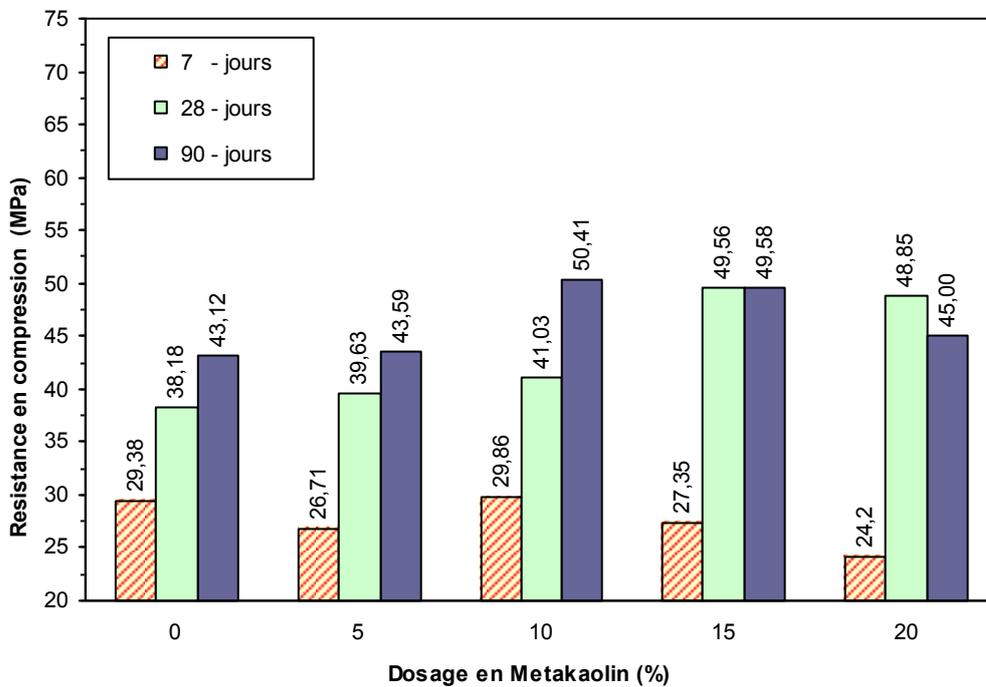


Figure 3.9 : Evolution de la résistance a la compression du mortier en fonction du temps, et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin pour  $E/(C+MK) = 0,50$ .

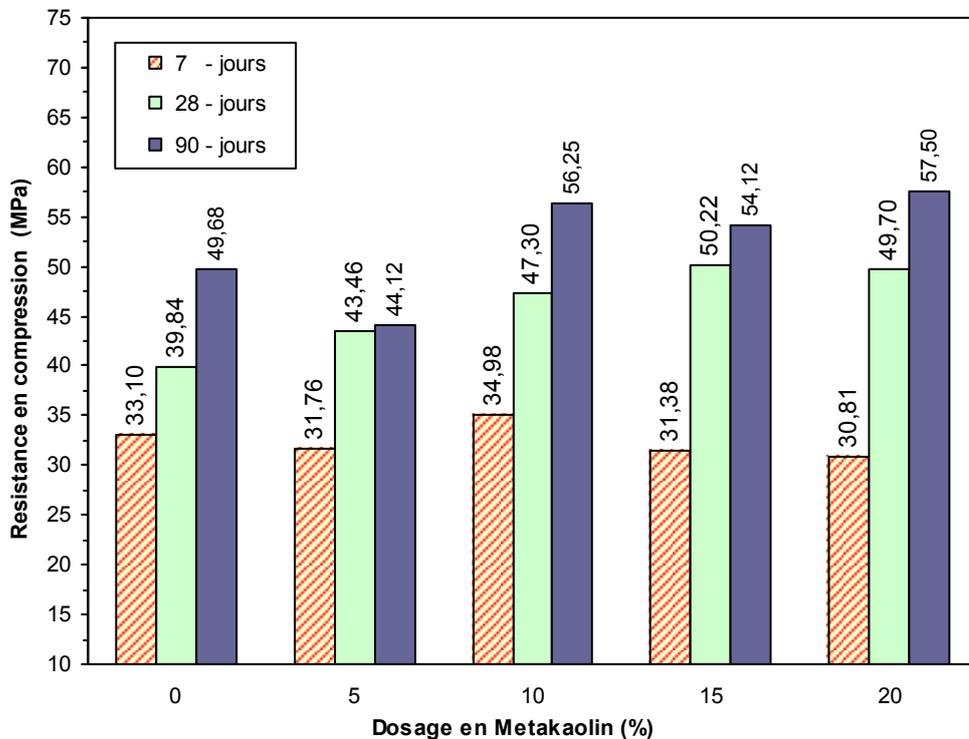


Figure 3.10 : Évolution de la résistance à la compression du mortier en fonction du temps, et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin pour  $E/(C+MK) = 0,45$

### 3.6.2. Effets de la teneur de métakaolin et rapport (E/L) sur la résistance en traction par flexion de mortier durci.

Les figures (3.11 ; 3.12 et 3.13) présentent l'évolution de la résistance à la traction par flexion des mortiers contenant différents teneurs de substitution de ciment par le métakaolin et pour différents rapports  $E/(C+MK)$ . Il est possible de remarquer, qu'au jeune âge (7 jours) les mortiers contenant du métakaolin développent des résistances inférieures à celle du mortier de référence sans métakaolin, et cela, pour rapport  $E/(C+MK) = 0,45$  aucune amélioration n'a été enregistrée pour les 04 taux de substitution de ciment par de métakaolin étudié. Nous pouvons, constater plus tôt une diminution de la résistance qui est plus importante pour de taux incorporation élevée de MK. À titre exemple la substitution de ciment par 15 % et 20 % de métakaolin engendre une diminution de la résistance de traction de 14,6 % et 11,11 % respectivement.

En revanche, pour les séries des mortiers confectionnés avec des rapports  $E/(C+MK) = 0,50$  et  $0,60$  nous remarquons une tendance similaire à celle observée pour la série de mortier confectionné avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,45$  qui ont montré que le remplacement d'une fraction de ciment par de métakaolin conduit à des résistances inférieures voire équivalentes à celle de mortier à base de ciment portland seul. Cependant, il est important de noter que l'incorporation de métakaolin pour de taux supérieurs à 10 % pour le cas de séries de mortier confectionné avec de rapport  $E/(C+MK)$  égale  $0,50$  et  $0,60$  n'a pas conduit à une baisse importante de la résistance comparativement à celle enregistrée pour la série de mortier confectionné avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,45$ . Ces résultats confirment que la réaction pouzzolanique du métakaolin est plus lente au départ, qui se traduit par des performances mécaniques moins intéressantes mais qui tend à se développer plus tard dans le temps. Cela est dû à la présence, des impuretés dans le métakaolin qui ont pour effet de diminuer l'efficacité de la réaction pouzzolanique par effet de dilution. [Andriolo et al. \[27\]](#).

À moyen terme (28 jours), pour la série de mortier confectionné avec du rapport  $E/(C+MK) = 0,60$ , on peut constater que tous les mortiers incorporants du métakaolin ont montré des résistances légèrement supérieures à celle du mortier témoin. À titre d'exemple, les mortiers incorporant 5%, 10 %, 15 % et 20 % de métakaolin ont développé des résistances d'ordre 7,79 MPa, 7,16 MPa, 7,72 MPa et 7,58 MPa respectivement tandis que le mortier de référence sans métakaolin a montré une résistance d'environ 6,95 MPa. En effet, la substitution partielle de ciment par 5 % du métakaolin donne un gain de résistance le plus élevé qui atteint 12,24 % . En revanche, pour la série des mortiers confectionnés avec des rapports  $E/(C+MK) = 0,5$ , on constate que les mortiers incorporant de métakaolin présentent des résistances équivalentes, voire inférieures, à celle de mortier de référence. En effet l'incorporation 5%, 10 %, 15 % et 20 % de métakaolin engendre une diminution de résistances d'ordre 38 %, 22,2 %, 5,40 % et 7,40% respectivement. Pour la série des mortiers confectionnée avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,45$  nous pouvons observer une légère amélioration des résistances des mortiers contenant de métakaolin. De plus, la moyenne de taux de diminution de résistance est inférieure à celle enregistrée pour la série des mortiers confectionnés avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,5$ .

Il a été clairement observé à moyen terme que l'utilisation d'un rapport  $E/L = 0,60$  a pour effet très bénéfique sur la résistance à la traction des mortiers incorporant de métakaolin comparativement avec l'utilisation d'un rapport  $E/L$  inférieur de  $0,60$ . Ce comportement de métakaolin peut être expliqué par l'effet que l'utilisation d'un rapport  $E/L$  supérieur à  $0,60$  favorise un meilleur remplissage de la zone de transition interfaciale pâte cimentaire et grains

de sable par les produits d'hydratation de ciment et les produits de réaction pouzzolanique de métakaolin, ce qui a pour conséquence l'augmentation de la compacité de la zone de transition pâte cimentaire et sable [Goldman et al. \[131\]](#).

À long terme comme à 28 jours tous les mortiers contenant de métakaolin préparé avec de rapport  $E/L = 0,60$  développant des résistances à la traction supérieure à celle de mortier témoin. On peut constater également que les résistances tend à augmenté avec l'augmentation de taux d'incorporation de MK jusqu'à teneur 15 %, au-delà de ce taux, elle déminer légèrement. Une tendance, similaire peut observer pour la série de mortiers contenant de métakaolin confection avec de rapport  $E/L = 0,50$ , avec un taux optimal d'incorporation de métakaolin de 10 %, et un gain de résistance maximale de 10,38 %. En revanche, dans le cas de série de mortiers avec de rapport  $E/(C+MK) = 0,45$ , nous pouvons observer que le mortier contenant 20% de métakaolin présente une résistance à la traction la plus élevée de tous les mortiers étudiés, avec une moyenne de gain de résistance relativement importante 20 % ,cependant pour des taux de remplacement inférieur de 20 % de métakaolin les mortiers affichant des résistances équivalentes a celle de mortier témoin. L'amélioration de la résistance à la traction des mortiers contenant du métakaolin à long terme est attribuée à la densification de la zone de transition liée principalement à l'effet pouzzolanique de métakaolin tardive [35,43]. En effet, compte tenu de leur réactivité pouzzolanique le métakaolin contribue à la diminue de taux de portlandite  $Ca(OH)_2$  située dans la zone de transition, au profit de la formation de nouveaux hydrates C-S-H, C-A-H,C-A-S-H qui contribuant a densifié cette zone, qui a pour effet d'améliore l'adhérence entre la pâte cimentaire et les grains de sable.

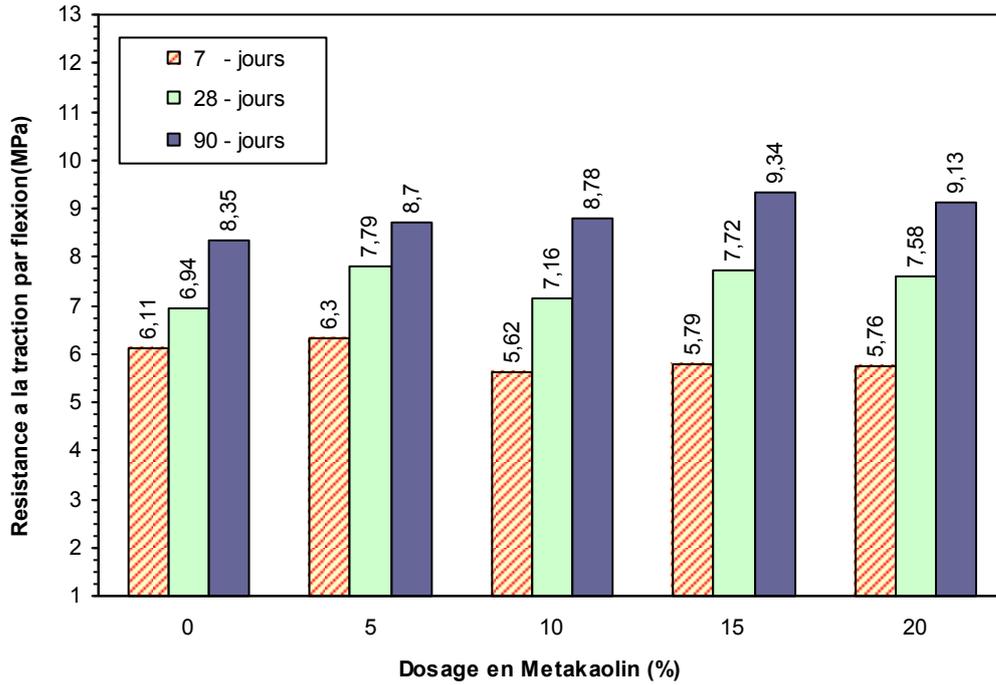


Figure 3.11 : Évolution de la résistance à la traction par flexion du mortier en fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin ( $E/(C+MK) = 0,60$ )

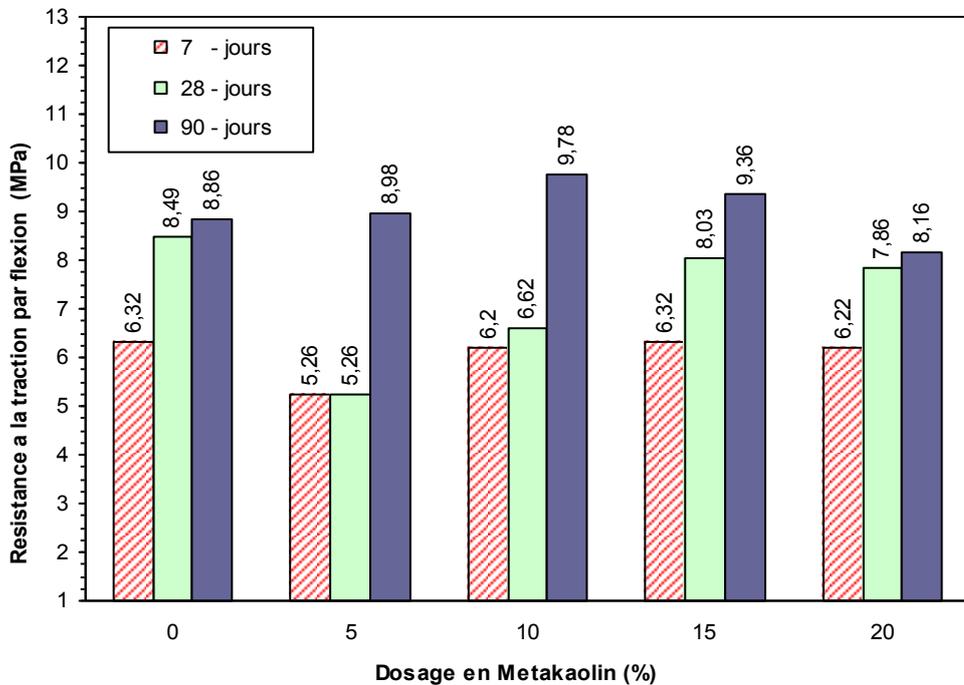
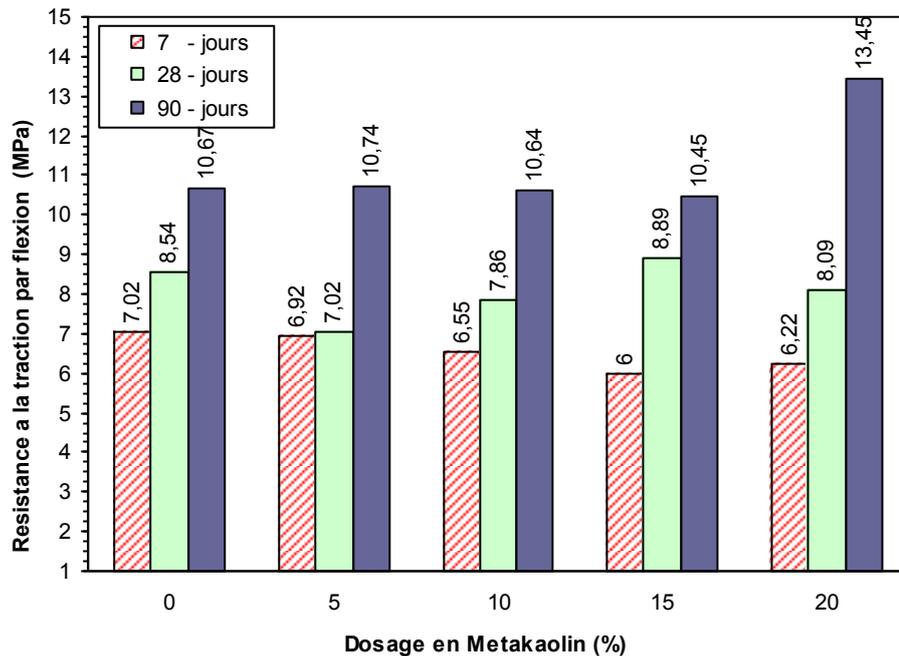


Figure 3.12 : Évolution de la résistance à la traction par flexion du mortier en fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin ( $E/(C+MK) = 0,50$ )



**Figure 3.13** : Évolution de la résistance à la traction par flexion du mortier en fonction de temps et de teneur de substitution de ciment par du métakaolin  $E/(C+MK) = 0,45$

## 7. Conclusion de chapitre 3

À partir des résultats d'essais effectués sur la pâte cimentaire et mortier frais et durci incorporant différents taux du métakaolin, les remarques suivantes peuvent être faites :

- Le rapport ( $E/(C+MK)$ ) requis pour avoir une consistance normale de la pâte cimentaire est considérablement augmenté avec l'augmentation de taux de substitution de ciment par du métakaolin ;
- Pour le temps de prise, l'incorporation du métakaolin dans le ciment a engendré une légère modification de temps de prise ;
- La demande en eau et en adjuvant (superplastifiant) du mortier incorporant du métakaolin, augmentent avec l'augmentation de taux d'incorporation du MK, cependant la demande en eau enregistrée sur le mortier est plus faible en comparant à celle observée pour la pâte cimentaire, ainsi les résultats la demande en superplastifiant du mortier contenant de MK est plus importante lorsque le rapport ( $E/(C+MK)$ ) est plus faible ;
- La résistance à la compression de tous les mélanges quel que soit le taux d'incorporation du métakaolin augmente pour tous les âges considérés dans cette étude par la réduction du rapport ( $E/(C+MK)$ ) ;

- L'effet de l'incorporation du MK sur l'évolution de la résistance à la compression est plus remarquée à moyen et à long terme ;
- Les résultats de cette étude ont montré que l'incorporation du métakaolin contribue significativement à l'augmentation de la résistance à la compression lorsqu'il est utilisé jusqu'à 20 %, et qui dépend essentiellement de leur taux d'incorporation, et de rapport ( $E/(C+MK)$ ) et l'âge de réalisation de l'essai compression. Il note aussi que l'optimum de taux de substitution de ciment par du MK pour la résistance à la compression à court terme est 10 % MK, tandis que, à moyen et à long terme varie entre 15 % à 20 % de MK ;
- La résistance à la compression et à la traction par flexion du mortier incorporant du métakaolin dépend de taux d'incorporation du métakaolin et de rapport ( $E/(C+MK)$ ) et l'âge de réalisation de l'essai compression ;
- Les résultats de la présente étude ont montré, que en conservant une maniabilité constante pour tous les mélanges l'incorporation de métakaolin dans le mortier améliore la résistance à la compression et à la flexion de mortier à moyen et à long terme ;
- Les résultats ont montré aussi, que le métakaolin développe une performance plus remarquable en utilisant un rapport ( $E/L$ ) faible ( $E/(C+MK) < 0,60$ ) ;
- L'optimum de taux de substitution de ciment par du MK pour la résistance à la compression et à la flexion de mortier varie en fonction du rapport  $E/(C+MK)$  et l'âge ;
- L'optimum de taux de substitution de ciment par du métakaolin pour la résistance à la compression de mortier à court terme est obtenu pour teneur 10 % de MK pour rapport ( $E/L = 0,45$  et  $0,50$ ), tandis qu'à long terme l'optimum de la teneur de MK pour la résistance à la compression a été obtenu pour teneur 15 % à 10 % de MK pour rapport  $E/L = 0,60$  et  $0,50$  respectivement et pour 20 % de MK pour rapport  $E/L = 0,45$  ;
- Pour la résistance à la traction l'optimum de taux de substitution de ciment à court et à moyen terme est obtenu pour teneur 5 % de MK pour rapport  $E/(C+MK) = 0,60$ , tandis que à long terme l'optimum de la teneur de MK pour la résistance à la traction par flexion est obtenue pour 15 %, 10 % et 20 % de MK pour rapport  $E/(C+MK) = 0,60$ ,  $0,50$  et  $0,45$  respectivement.

## Chapitre 4

---

### RESULTATS DE LA PHASE II : ETUDE DE PROPRIÉTÉS REHOLOGIQUE ET MÉCANIQUE DU BÉTON AVEC ET SANS MÉTAKAOLIN

#### 4.1. Introduction

Une bonne résistance à la compression est la performance le plus souvent recherchée pour le béton durci. La résistance dépend d'un certain nombre de paramètres : le type et le dosage du ciment, la porosité du béton, le rapport dosage en eau et de ciment. Afin d'améliorer les propriétés mécaniques, particulièrement la résistance à la compression, l'utilisation de quelques pouzzolanes a été rapportée par plusieurs chercheurs. Par l'addition de quelques matériaux pouzzolaniques (fumée de silice, pouzzolane ou cendres volantes) au ciment, plusieurs propriétés du béton peuvent être améliorés à savoir, l'ouvrabilité, la durabilité, les propriétés mécaniques, la résistance aux fissures et la perméabilité. L'utilisation du kaolin calciné, sous forme du métakaolin, comme matériau pouzzolanique pour le mortier et le béton a suscité une attention considérable ces dernières années. Le métakaolin est une pouzzolane artificielle ultrafine, produite par déhydroxylation l'argile kaolinite à des températures allant de 700 à 900 C °, à laquelle l'eau chimiquement liée est éliminée et la structure cristalline se transforme en un aluminosilicate amorphe déshydroxylé constitué de particules lamellaires. Plusieurs études, ont montrent que l'incorporation du métakaolin dans le béton comme substitution du ciment influencer favorablement sur les propriétés mécaniques et de durabilité. Le métakaolin est bien connu pour augmenter la résistance à la compression du béton, pour la résistance en flexion et module d'élasticité bien qu'il y ait peu de littérature, il y a un bon accord que MK améliore la résistance à la flexion du béton et module d'élasticité.

Ce chapitre se focalise, sur l'effet de taux d'incorporation du métakaolin dans le ciment Portland sur les propriétés rhéologiques et mécaniques du béton. Les résultats du chapitre précédent ont montré que le métakaolin améliorer de façon significativement les propriétés

**CHAPITRE 4**                    **Etude de propriétés rhéologique et mécanique du béton avec et sans métakaolin**

mécaniques de la pâte cimentaire et de mortier durci et ceci malgré une demande relativement élevée en demande en eau et superplastifiant. L'objectif principal de cette partie de l'étude consiste à vérifier si cette amélioration se traduit au niveau du béton. Les performances mécaniques, retenues se résument essentiellement à la mesure de la résistance à la compression, résistance à la traction par flexion, module d'élasticité dynamique longitudinal, module d'élasticité dynamique transversal et de torsion, et finalement le module d'élasticité.

## **4.2. Effets de métakaolin sur les propriétés du béton frais**

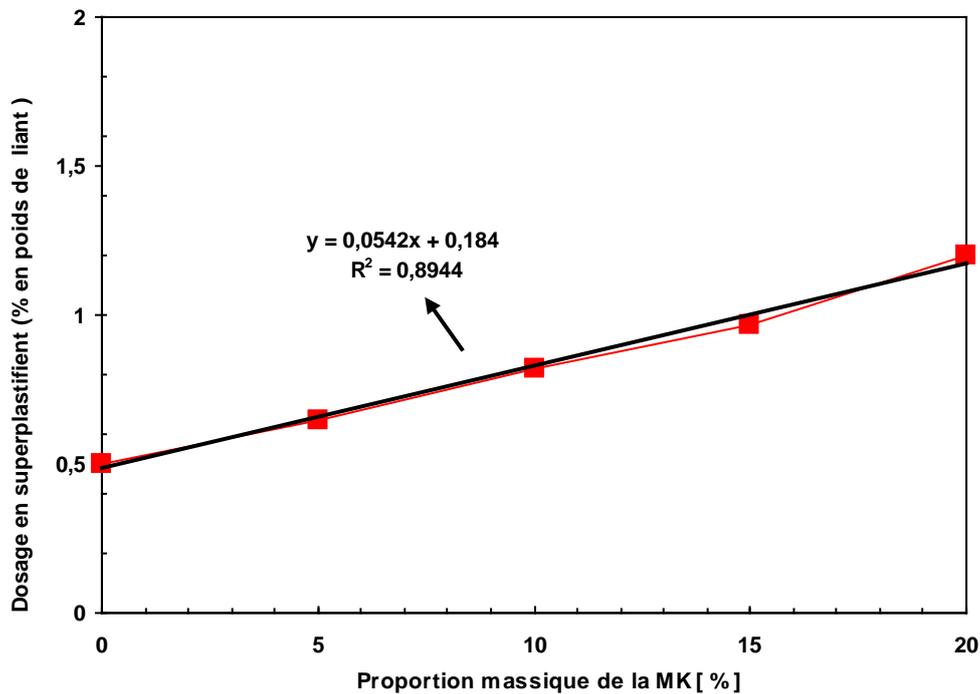
### **4.2.1. Demande en superplastifiant, et densité du béton**

Les caractéristiques rhéologiques des bétons déterminent leur aptitude à l'écoulement et au remplissage des moules. L'essai d'affaissement au cône d'Abrams est couramment utilisé pour caractériser l'ouvrabilité des bétons, on mesure l'affaissement verticalement au bout d'une minute mesurée selon NF EN 12350 - 2 [108]. La figure (4.1) montre la variation du dosage en superplastifiant de béton en fonction du taux de substitution du ciment par du métakaolin à même maniabilité  $100 \pm 10$  millimètres. On peut observer que l'augmentation de taux d'incorporation de métakaolin dans le béton entrain une augmentation de dosages de superplastifiant, qui varie de 0,65 % à 1,2 %, ces résultats sont accord avec les résultats obtenus sur le mortier. Cependant, la demande en superplastifiant est relativement moins importante dans le cas du béton, on comparant à celle observée pour le mortier. Cela, peut être attribué à la présence de gros granulats dans le béton qui résulte une structure granulaire plus optimisée ce qui traduit par une faible demande en superplastifiant. La forte demande en superplastifiant pour les bétons contenant de métakaolin est attribué d'une part, aux propriétés texturales et morphologique des particules de métakaolin qui est caractérisé par une structure irrégulière sous forme des plaquettes [33 et 174], qui tendent d'augmenter le besoin en superplastifiant et d'autre part à la finesse du métakaolin. En effet, les forces de cohésion qui est la cause principale d'agglomération des particules de ciment due aux forces d'attraction électrostatique entre les particules de ciment, devient dominante en raison de l'augmentation de la mouillabilité de surface spécifique. Par conséquent, le phénomène de floculation devient plus prédominant avec l'augmentation de taux de remplacement du ciment par de métakaolin. La présence d'un agent de dispersant sur la surface des grains de ciment, cause la défloculation des particules de ciment aggloméré ce qui offre au béton la maniabilité nécessaire. Nehdi et al. [133]. Ces résultats sont accord en parfait avec ceux de P. Dinakar et al. [56] qui montrent une augmentation de la demande en superplastifiant avec l'augmentation de la quantité d'incorporation du métakaolin dans le béton. De même, Quian et Li [54] qui ont mené des études similaires rapportent que l'augmentation de taux d'incorporation du métakaolin dans le béton diminue considérablement l'affaissement, tandis que l'augmentation de dosage en superplastifiant augmenter l'affaissement les résultats de la densité de béton frais contenant différents taux d'incorporation de

métakaolin sont présents dans le tableau (4.1), on peut, observe que la densité de béton frais du béton contenant de MK varie de 2400 à 2441 kg/m<sup>3</sup>. L'augmentation légère de la densité du béton contenant des taux élevés de métakaolin est due probablement à l'effet filler de MK [64]. qui a pour conséquence d'augmentation de la compacité du béton.

**Tableau 4.1 :** *Demande en superplastifiant, et densité de béton frais*

Désignation	Demande en superplastifiant, % (NF EN 12350-5 [111])	Densité de béton, (Kg/m <sup>3</sup> ) (NF EN 12350-6 [109])
BT	0.50	2427.56
BMK5	0.65	2400.24
BMK10	0.82	2405.95
BMK15	0.96	2436.27
BMK20	1.20	2441.08



**Figure 4.1 :** *Variation du dosage en superplastifiant en fonction du taux de substitution du ciment par du Métakaolin à même maniabilité*

### **4.3. Effets de métakaolin sur les propriétés du béton durci**

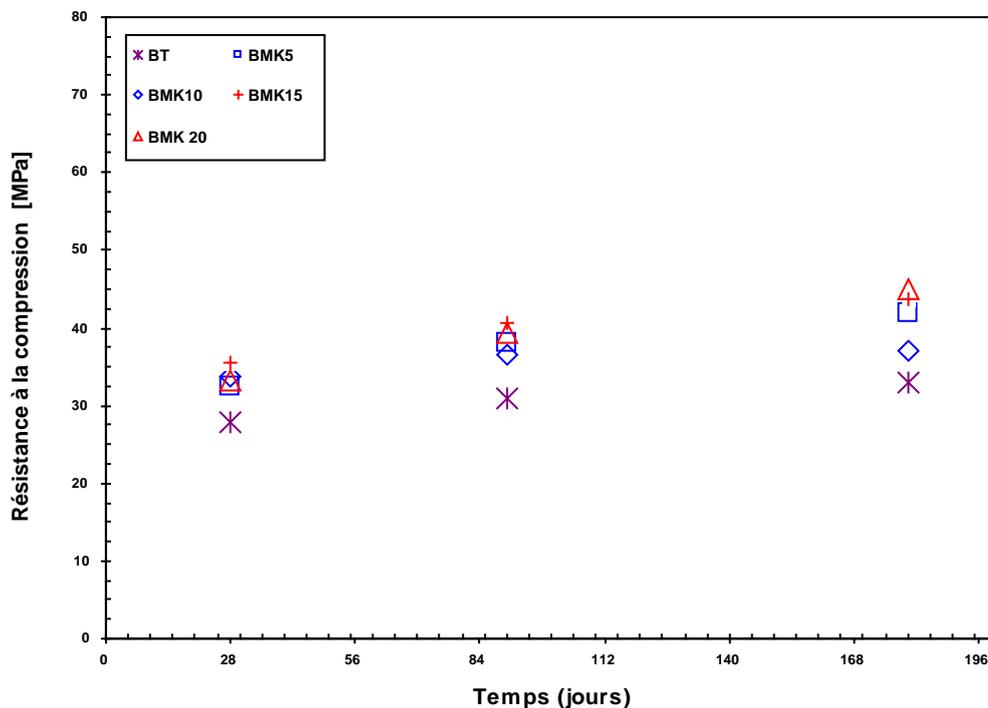
#### **4.3.1 Résistance à la compression**

Pour connaître la durabilité du béton, il faut étudier son comportement vis-à-vis d'un certain nombre de mécanismes qui le dégrade ou adopter un critère global de référence pour caractériser la qualité du béton. La résistance en compression est le critère de premier ordre puisqu'une résistance à la compression élevée est un indice de bonne qualité du béton, et elle dépend de la porosité du béton. Dans ce contexte l'utilisation des ajouts minéraux comme la pouzzolane, cendre volante, la fumée de silice et métakaolin, contribuant à l'amélioration des propriétés mécaniques de béton durci par la formation de gel supplémentaire C-S-H similaire à celle produite par le ciment portland seul, cette dernière confère au béton durci sa résistance mécanique [Neville AM \[134\]](#).

La figure (4.2) présente les résistances en compression obtenue à 28, 90 et 180 jours pour le béton contenant de ciment seul et avec métakaolin. Nous pouvons observer une évolution différente de la résistance au cours du temps entre les bétons incorporants du MK et le béton avec de ciment portland seul. Les valeurs de la résistance à la compression varient entre 27,84 à 32,0 MPa et 32,37 à 45,0 MPa pour le béton témoin et le béton incorporant différentes proportions du métakaolin respectivement. À moyen terme à 28 jours, on observe que les bétons à base de ciment avec MK ont développé des résistances plus élevées à celle du béton à base de ciment sans métakaolin, le béton contenant 15% de métakaolin, a montré une résistance à la compression maximum de tous les bétons examinés à 28 jours. La même tendance a été également notée à long terme (90 jours), le béton incorporant de 15% de MK a présenté également la meilleure résistance à la compression (40,76 MPa) une fois comparée à tous les autres bétons testés, avec un gain de résistance d'ordre 31%. En revanche, le béton incorporation 20% du MK produit de résistance à la compression, légèrement inférieure comparée au béton incorporant 15% métakaolin, avec une moyenne de gain de résistance 27%. L'amélioration de la résistance à la compression du béton incorporant du MK est liée aux trois facteurs principaux pour laquelle le MK contribué à améliorer la résistance de béton durci : l'effet de filler ou de "remplissage", l'effet d'accélération de l'hydratation du ciment et la réaction pouzzolanique de MK avec la portlandite ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) [\[15\]](#). Ceci est dû au fait que les particules de métakaolin remplissent les vides entre les grains de ciment habituellement occupés par l'eau, ce qui permet un meilleur remplissage des vides par les particules de

métakaolin. En outre, les particules de MK réagissent aisément avec l'eau et l'hydroxyde de calcium, un sous-produit de l'hydratation des silicates de calcium dans le ciment, et produisent des hydrates supplémentaires de silicate de calcium et de silicoaluminat de calcium C-S-H, C-A-H, C-A-S-H [35, 41 à 43]. Ces nouveaux hydrates supplémentaires réduisent la porosité du béton en remplissant les pores capillaires, et améliorent par conséquent la microstructure du béton durci. Ceci se traduit par le développement de béton incorporant du MK des résistances plus élevées par rapport au béton témoin.

Après 90 jours de cure, on observe une continuité de la contribution positive du MK dans l'augmentation de la résistance et cela indépendamment de la teneur d'incorporation du MK. Les résultats des résistances à la compression obtenues à 180 jours montrent aussi, que la contribution maximale de MK a eu lieu à 180 jours avec l'incorporation 20% de MK avec une moyenne de gain de résistance enivrant 37 %. Cette amélioration de la résistance à cet âge (180 jours) peut être expliquée par l'existence d'une réaction pouzzolanique tardive de MK [35 et 43] qui contribue à améliorer la résistance du béton à long terme et qui dépend essentiellement de la quantité de portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans la matrice cimentaire.



**Figure 4.2 :** *Évolution de la résistance à la compression du béton en fonction du temps et de taux de substitution (%) du ciment par métakaolin.*

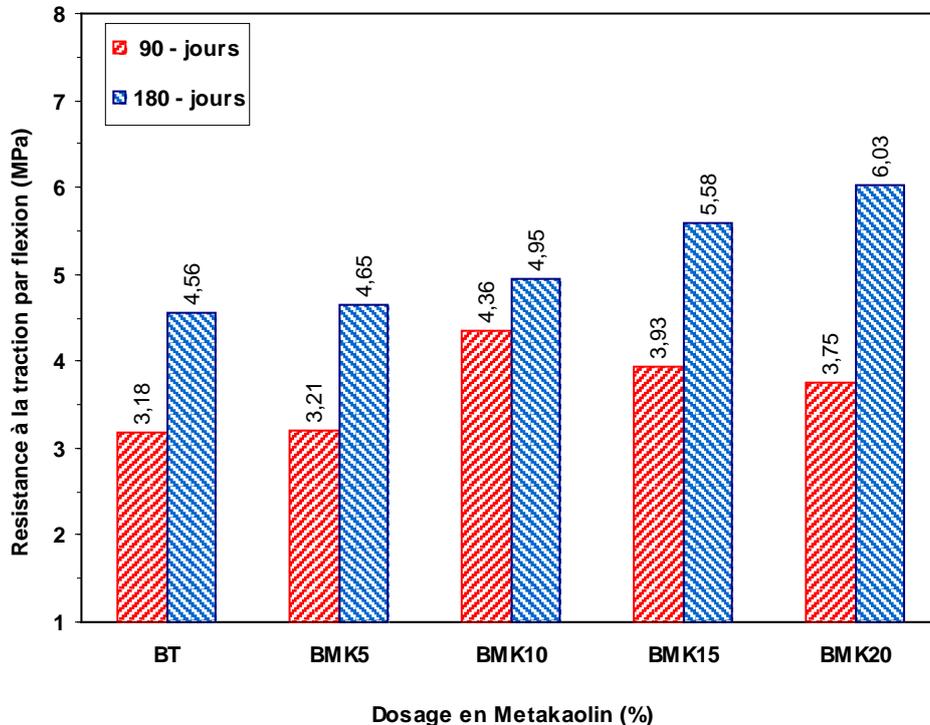
### **4.3.2. Résistance à la traction par flexion**

Bien que le béton ne soit pas conçu pour résister aux forces de traction, la connaissance de la résistance à la traction permet d'estimer la charge à laquelle les fissures se développeront ultérieurement. En effet, dans la plupart des cas, le comportement des éléments en béton est modifié par le développement de ses fissures. Cette propriété présente un intérêt majeur pour le dimensionnement des planchers, d'autoroutes et d'aérodromes.

La figure (4.3) présente les résultats de la variation de la résistance à la traction de béton obtenue par flexion 4 points à 90 et 180 jours en fonction de la teneur de substitution de ciment par du métakaolin. Comme peut-être vue dans la figure (4.3). La valeur la plus élevée de la résistance à la traction par flexion à long terme (180 jours) a été obtenue pour le béton incorporant 20 % du MK avec une valeur de résistance de 6,03 MPA ce qui représente 13% de sa résistance a la compression, tandis qu'à 90 jours, la valeur maximum de la résistance à la traction par flexion a été obtenue par l'incorporation de 10 % du MK . Par ailleurs, il est possible de constater que le taux de gain en résistance à la flexion du béton incorporant du MK est relativement plus faible par rapport à celui obtenu en résistance à la compression. À titre d'exemple, à 180 jours la moyenne de gain de la résistance à la compression des bétons contenant 5% à 20% du MK était approximativement 15 %, 25%, 34%, et 37% respectivement. Tandis que le taux du gain de la résistance à la traction était environ 7%, 22%, 31% et 32 % pour les bétons contenant 5%, 10%, 15% et 20% de MK respectivement, une tendance similaire à celle-ci a été également observée par [Qian et Li \[54\]](#), [Kim et al. \[58\]](#) qui ont montré l'effet positif de MK dans l'amélioration de la résistance à la flexion du béton, [Kim et al. \[58\]](#) ont constaté que la résistance a la flexion du béton croît avec l'augmentation de la teneur de substitution de ciment par métakaolin pour teneur de substitution entre 10% et 15% MK, tandis que diminuer pour teneur 20% de MK. L'amélioration de la résistance à la traction de béton incorporant de métakaolin peut s'expliquer par l'amélioration d'adhérence entre la pâte de ciment et les granulats liée à la densification de la zone de transitions pâte de ciment et granulats. De même [Asbridge et al \[132\]](#). Suggèrent que la zone de transitions diminuée, car les métakaolins améliorent l'adhérence entre la pâte de ciment et les granulats [\[132\]](#).

La figure (4.4) illustre la relation entre la résistance à la compression et la résistance à la traction par flexion à 90 et 180 jours de béton incorporant 10%, 15% et 20% de MK. Il est

possible, d'observe a 90 jours que le rapport entre la résistance à la flexion et la résistance à la compression varie entre 8 et 10 % ce qui est inférieur à la moyenne trouvée dans la littérature pour les bétons courants (10 % -15 %). De plus, on observe qu'il existe une faible relation entre la résistance à la compression et la résistance à la flexion. L'utilisation de la relation classique pour estimer la résistance à la traction  $f_t$  d'un béton, selon une loi de puissance de la forme :  $f_t = k \cdot f_c^n$ , avec :  $n$  et  $k$  est des constants. À permis d'obtenir un coefficient de régression ( $R^2 = 0,18$ ). Par ailleurs, à 180 jours, on constate que le rapport ( $f_t/f_c$ ) varie de (11% à 13%). Les résultats montrent que l'évolution de la résistance à la traction en flexion est bien corrélée avec la résistance à la compression comparativement à celle observée à 90 jours. En revanche, l'utilisation du modèle classique pour prédire la résistance à la traction a donné un coefficient de régression ( $R^2 = 0,57$ ). Par conséquent, on peut déduire que le modèle empirique classique utilisé pour estimer la résistance à la traction à partir de la résistance à la compression peut être appliqué au béton incorporant de MK durci à 180 jours. Alors qu'à 90 jours, le modèle de loi de puissance ne donne pas de résultats vraiment fiables, donc un ajustement pour les deux paramètres ( $k$  et  $n$ ) de ce modèle est important, ou bien un autre modèle peu être proposé dans ce cas.



**Figure 4.3 :** *Variation de la résistance à la traction par flexion du béton en fonction du temps et de taux substitution du ciment par de métakaolin*

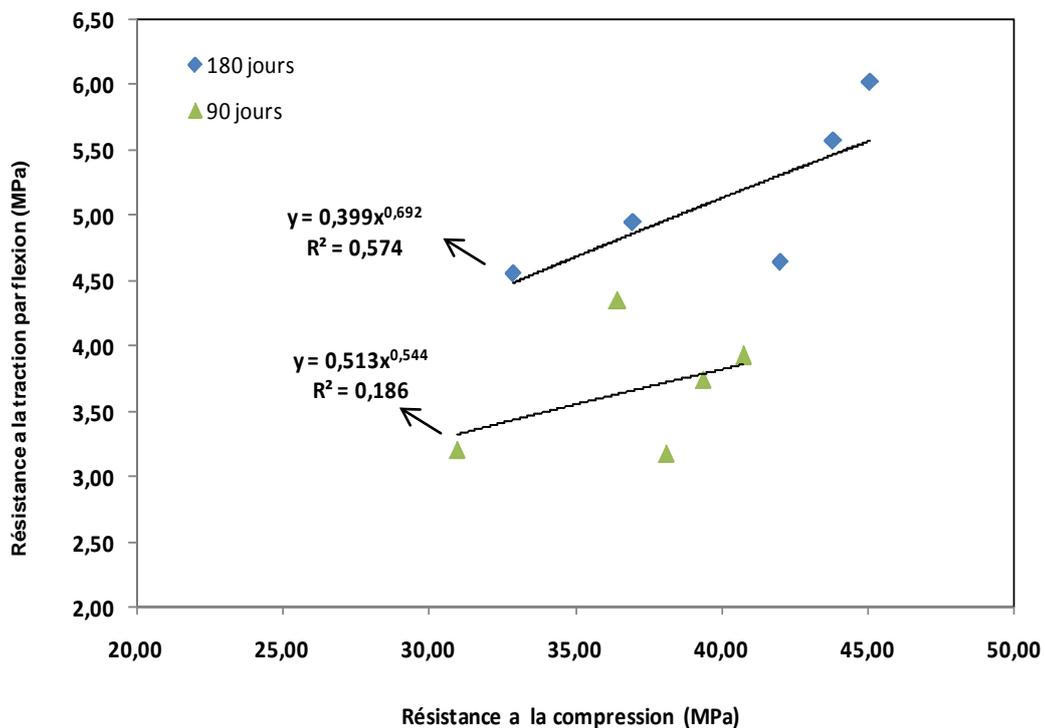
**Tableau 4.2 :** Résistance à la traction par flexion et la résistance à la compression à 90 et 180 jours, en fonction de taux substitution du ciment par métakaolin.

Désignation	Temps (jours)					
	90			180		
	fc	ft	ft /fc	fc	ft	ft /fc
BT	30,94	3,18	0,10	32,89	4,56	0,13
BMK5	38,09	3,21	0,08	42,00	4,65	0,11
BMK10	36,45	4,36	0,11	37,00	4,95	0,13
BMK15	40,76	3,93	0,09	43,83	5,58	0,12
BMK 20	39,35	3,75	0,09	45,10	6.03	0,13

Avec :

**fc** : résistance à la compression ;

**ft** : résistance à la traction par flexion.



**Figure 4.4 :** Corrélation entre la résistance à la traction par la flexion et la résistance à la compression du béton à 90 et 180 jours.

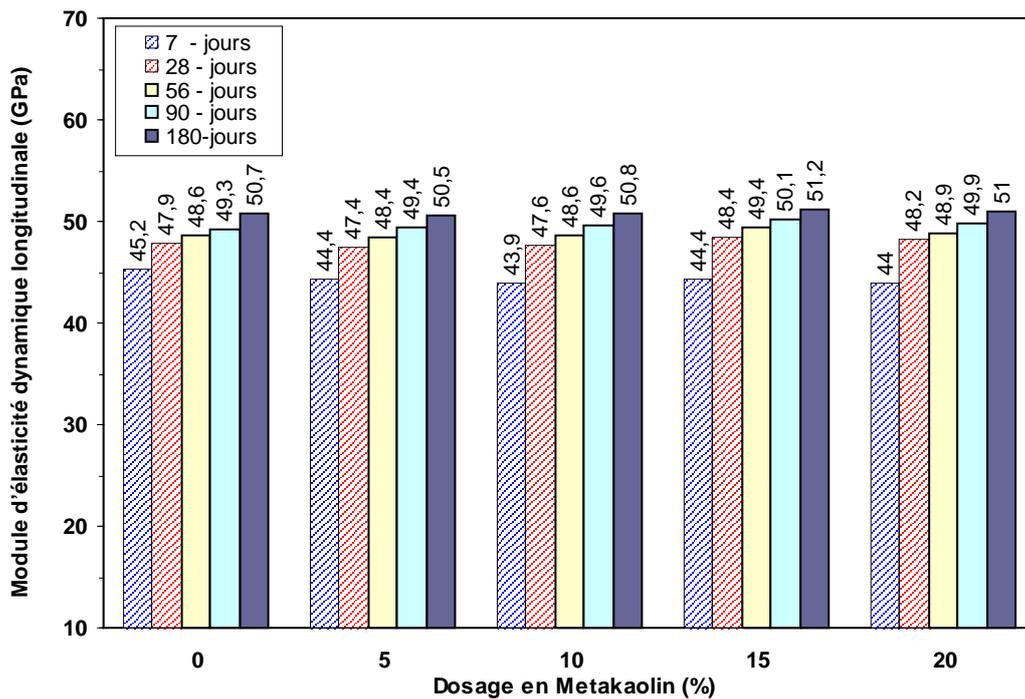
#### **4.4. Effets de métakaolin sur les propriétés dynamiques.**

##### **4.4.1. Module d'élasticité dynamique longitudinal ( $E_{DL}$ ).**

La figure (4.5) montre l'évolution de module d'élasticité dynamique longitudinal calculé à partir des fréquences de résonance fondamentale longitudinale des bétons contenant du ciment portland seul et avec différentes proportions de métakaolin 5%, 10 %, 15 % et 20 % pour échéances 7, 28, 56, 90 et 180 jours. Il est possible de constater en premier temps que le module d'élasticité dynamique longitudinal pour tous les bétons suivant un développement semblable, aucune chute n'a été enregistrée pour tous les bétons à base de ciment seul et avec du métakaolin. En deuxième temps, on peut remarquer qu'à court terme (7 jours), que l'incorporation du métakaolin dans le béton engendre une légère diminution de module d'élasticité dynamique longitudinal, et cela, quelle que soit le taux de substitution de ciment par du métakaolin avec un taux moyen de diminution d'ordre de 2%. À titre d'exemple pour une teneur de substitution de ciment par 5 %, 10 %, 15 % et 20 % de métakaolin, le taux de diminution du module d'élasticité du béton est d'ordre 1,7% , 2,9% , 1,7 % , 2,6% respectivement. Ce comportement a déjà été observé par [Jamal M. Khatib et Roger M. Clay \[71\]](#) qui ont montré que pour la période de 1 à 7 jours de cure, le module d'élasticité dynamique du béton contenant du métakaolin était légèrement plus faible comparant à celle du béton témoin . Selon [M. Khatib et Roger M. Clay](#) cela est étroitement lié à la cinétique des réactions pouzzolaniques, du métakaolin moins perceptible à cet âge [71]. De plus la substitution d'une fraction de ciment par de MK conduit à une diminution de matériau réactif de ciment ( $C_2S$  et  $C_3S$ ) l'effet de dilution de ciment, et d'augmentation le rapport E/C effectif, ce qui a pour conséquence d'augmenter la porosité initiale du béton.

En revanche, entre 7 et 28 jours on peut constater une accélération de la cinétique d'évolution de module d'élasticité dynamique longitudinale des bétons contenant du métakaolin plus importante que celle de béton témoin. En effet, à cet âge (28 jours) les bétons contenant des tenures élevées de métakaolin développant des modules d'élasticité dynamiques équivalentes, voire légèrement supérieures à celles de béton témoin. À titre d'exemple les bétons incorporant 5% ,10%, 15% et 20% du métakaolin affichant des modules d'élasticité dynamiques 47,4 GPa, 47,60GPa, 48,4GPa, 48,20GPa respectivement, tandis que le béton témoin affiche un module d'élasticité dynamique de 47,9 GPa. Cette amélioration des valeurs du module d'élasticité dynamique longitudinale à cet âge est due principalement à l'effet chimique du métakaolin (réaction pouzzolanique), et à leur

effet filler et probablement a son effet comme site de nucléation pour l'hydratation du ciment portland. De plus, compte tenu de la finesse de métakaolin relativement plus élevée a celle de ciment seul, les particules de métakaolin peuvent s'insérer facilement entre les grains et remplir certains pores et densifiant par conséquent la structure de la matrice cimentaire en diminuant la porosité du béton. Par ailleurs, en ce concerne l'évolution de module d'élasticité dynamique longitudinale à long terme (180 jours), on observe une continuité de l'augmentation de module d'élasticité dynamique. les bétons incorporant 10% , 15% et 20% du métakaolin, ont présenter de modules d'élasticité dynamiques légèrement supérieure a celle fournie par le béton témoin, cela est dû a la poursuite d'hydratation de ciment et de la réaction pouzzolanique de MK qui contribuant a la densification de la structure poreuse de la matrice cimentaire liée a la formation des hydrates supplémentaires [35, 41 à 43].



**Figure 4.5 :** *Module d'élasticité dynamique longitudinal ( $E_{DL}$ ) du béton pour différentes teneur de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7, 28,56 ,90 et 180 jours).*

#### 4.4.2. Module d'élasticité dynamique transversale $E_{DT}$ , et vitesse de propagation ultrason.

La figure 4.6, présente les valeurs du module d'élasticité dynamique transversal, de béton incorporant (5 % à 20 %) de MK pour échéance 7, 28, 56, 90 et 180 jours. Nous pouvons observer que tous les bétons indépendamment de l'âge de cure et de taux d'incorporation du métakaolin affichant des valeurs de module du module d'élasticité dynamique transversal inférieur a celle du module d'élasticité dynamique longitudinal. À court terme (7 jours) le béton témoin présente un module élastique dynamique transversal légèrement supérieur à celles du béton incorporant de métakaolin. À titre, d'exemple, les valeurs du module d'élasticité dynamique transversal est 49,80 GPa, 51 GPa, 49 GPa et 48,50 GPa, pour les bétons incorporant 5 %, 10 %, 15 % et 20 % de métakaolin respectivement, tandis que le béton témoin sans métakaolin a montré un module d'élasticité dynamique transversal d'environ 51 GPa. À 28 jours, tous les bétons incorporants du métakaolin développent des modules élastiques dynamiques transversaux équivalents, voire légèrement supérieurs à celle de béton témoin, cette augmentation est attendue due a la poursuite d'hydratation de ciment et l'avancement de la réaction pouzzolanique du métakaolin qui contribuant a la densification de la matrice cimentaire. Au-delà de 28 jours de durcissement, il y a une légère augmentation de module d'élasticité dynamique transversale pour le béton incorporant de métakaolin et béton témoin sans MK. À long terme (180 jours), l'évolution du module d'élasticité dynamique transversal du béton avec métakaolin montre la même tendance que celle du module d'élasticité dynamique longitudinal, le béton incorporant 20% de métakaolin présente le module d'élasticité le plus élevé de 58,40 GPa, tandis que le béton incorporant 5% de métakaolin présente le module d'élasticité le plus faible avec une valeur de 56 GPa.

La variation des valeurs de vitesse de propagation d'ultrason, de béton témoin, et avec différentes proportions de métakaolin en fonction de temps est présentée sur la figure (4.7) A 28 jours, et selon la classification de Whitehurst [135] de la vitesse de propagation des ultrasons. La vitesse de propagation des ultrasons pour le béton témoin et le béton contenant du métakaolin demeurent dans la classe de bonne qualité, et cela quel que soit le taux d'incorporation de MK dans le béton. En outre, il est important de noter que les bétons incorporant 10 %, 15 % et 20 % de MK ont présenté des valeurs de vitesse de propagation des ultrasons légèrement supérieures à celles du béton témoin, à l'exception du béton

contenant 5 % de MK, qui a présenté une valeur de 4088 m/s, la plus faible de tous les bétons étudiés. Tandis que le béton incorporant 15% du MK a enregistré le meilleur résultat avec une augmentation maximale de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores d'environ 4.84%, ceci est probablement dû à la densification de la microstructure et à la diminution de la porosité résultant de la réaction pouzzolanique substantielle du métakaolin utilisé. Alors que, lorsque le taux de l'incorporant de métakaolin atteint 20%, on observe une légère diminution de la vitesse de propagation des ultrasons qui est égale à 1.27%. Ceci est principalement dû à la microstructure moins dense du béton qui résulte de la diminution de la quantité de produits d'hydratation due à la diminution de la teneur de matériaux réactifs du ciment dans le mélange, effet de dilution [Wild.S et Khatib \[15\]](#), [Maria C.G. Juengera et Rafat Siddique \[127\]](#).

A 90 jours, comme à 28 jours, nous remarquons une augmentation de la vitesse de propagation des ultrasons du béton en présence de métakaolin jusqu'à un taux de 15% de MK au-delà duquel une légère diminution est observée. En effet, à cet âge, comme déjà observé à 28 jours, les bétons témoin et avec MK demeurent toujours dans la gamme de classe bonne. À 180 jours, tous les bétons incorporant de MK développent des résistances supérieures à celles de bétons témoin la vitesse de propagation des ondes d'ultrasons de béton témoin, ainsi que les bétons contenant 5% MK demeurent toujours dans la gamme de classe bonne (3500 m/s à 4500 m/s). Tandis que, les bétons incorporant 10%, 15% et 20 % de métakaolin qui affichant des valeurs 4559 m/s ,4608 m/s, 4616 m/s respectivement présentant des valeurs de vitesse de propagation d'ultrason, excellent d'après la classification de [Whitehurst \[135\]](#). Cependant, il est important de noter que l'augmentation de la vitesse des ultrasons avec l'augmentation de la teneur en MK est trop faible par rapport à l'augmentation enregistrée dans le cas de la résistance à la compression, ou de la résistance à la flexion par traction. Ces résultats sont accord en parfait avec ceux de [Mehmet Gesoglu Mehmet Gesoglu \[136\]](#) qui ont montrent une augmentation de la vitesse de propagation d'ultrason avec l'augmentation du taux de l'incorporation de métakaolin. De même, [V. Kannan \[137\]](#). qui a mené une étude similaire sur le ciment binaire et ternaire rapporte que la vitesse de sons tends a augmenté, pour les mélanges composé de ciment et métakaolin avec l'augmentation du taux de remplacement de ciment par métakaolin jusqu'a un taux de 20% de métakaolin, au-delà a laquelle a observé une diminution de la vitesse de propagation d'ultrason pour taux des replacements relativement élevé 25 % et 30% de MK.

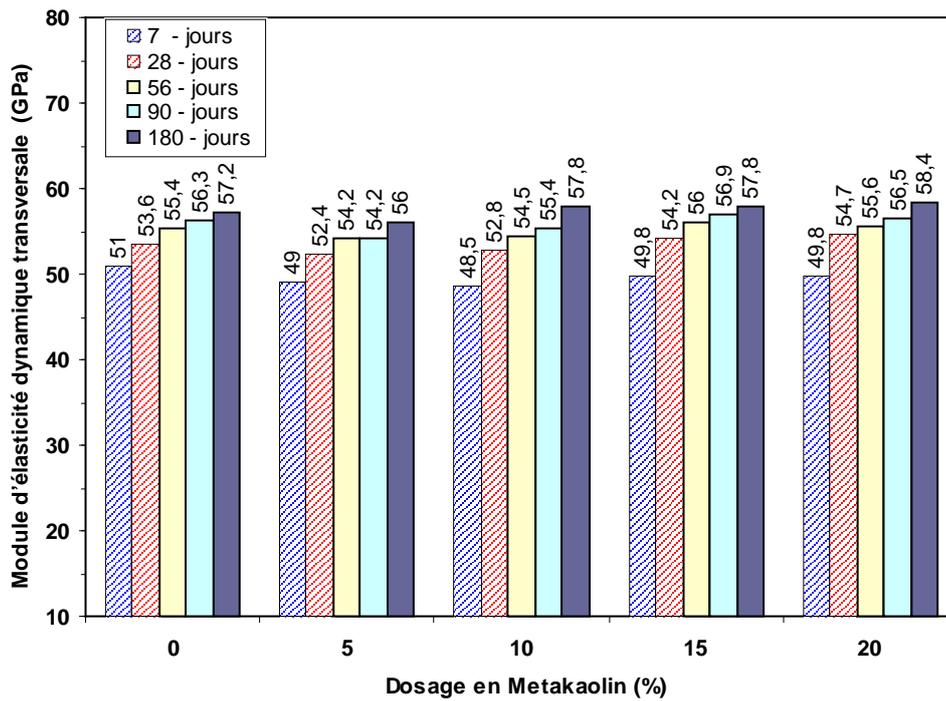
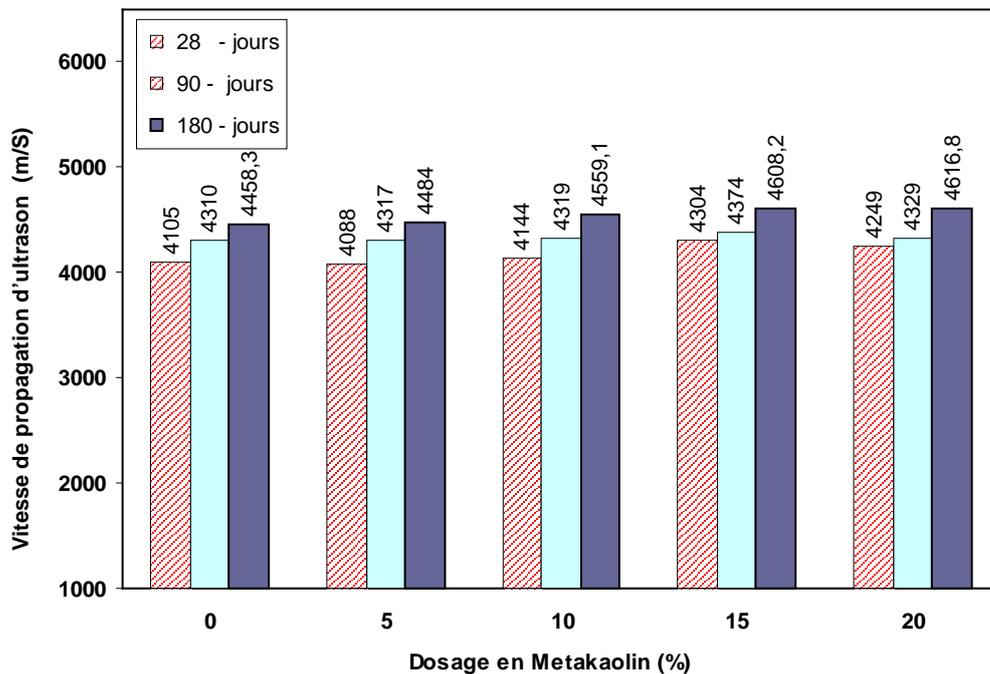


Figure 4.6 : Module d'élasticité dynamique transversale ( $E_{DT}$ ) du béton pour différentes teneur de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7, 28, 56, 90 et 180 jours).

Tableau 4.3 : Classe de vitesse de propagation d'ultrason de béton selon Whitehurst [135]

Catégorie	Qualité de béton	Vitesse (m/s)
0	Faible	< 2000
1	Moyenne	2000 à 3000
2	Assez bonne	3000 à 3500
3	Bonne	3500 à 4500
4	Excellent	> 4500

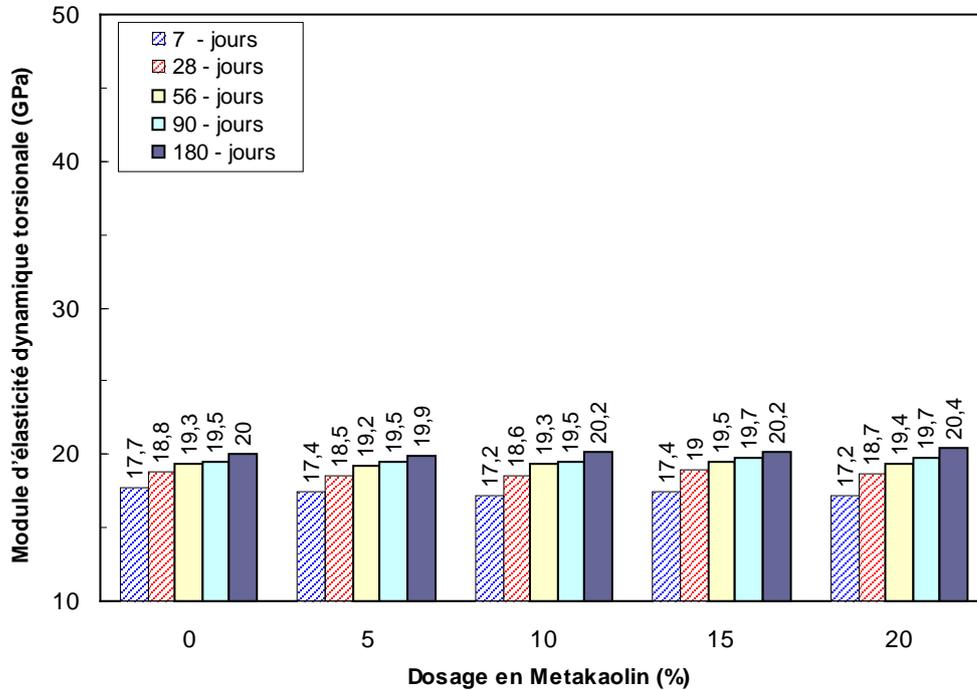


**Figure 4.7 :** vitesses de propagation d’ultrason du béton pour différentes teneurs de substitutions de ciment par MK pour âges (28, 90 et 180 jours).

#### 4.4.3. Module d’élasticité dynamique de torsion $G_D$

La figure (4.8) présente les valeurs du module d’élasticité dynamique de torsion du béton témoin et béton contenant différent teneur en métakaolin (5 à 20 %), en fonction du temps. Il possible d’observé que le béton incorporant de métakaolin présentent un module d’élasticité très proche au béton témoin. A court terme (7 jours) on constate que le module d’élasticité dynamique de torsion ( $G_D$ ) diminuer légèrement avec l’incorporation de métakaolin la moyenne de taux de diminution varie de 1,6% à 2,8%. À titre d’exemple, le béton contenant 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin, présentant du module d’élasticité dynamique de torsion de 17,40 GPa, 17,20 GPa, 17,40 GPa, et 17,20 GPa respectivement. tandis que le béton témoin affiche un module d’élasticité dynamique 17,70 GPa. En revanche, et comme peut être constate, le module de torsion  $G_D$  de béton témoin à base de ciment seul et avec métakaolin augmenter avec l’augmentation de la période de durcissement, cette augmentation de  $G_D$  est plus apparente pendant les 28 premiers jours. A 180 jours tous les bétons incorporant 10%, 15% et 20 % du métakaolin développent des module d’élasticité équivalentes, voire légèrement supérieur a celle du béton témoin sans métakaolin .ceci est dû

à la densification de la matrice cimentaire liée à la poursuite des réactions pouzzolanique des métakaolins à moyen et à long terme.



**Figure. 4.8 :** *Module d'élasticité dynamique de torsion ( $G_D$ ) du béton pour différentes teneur de substitutions de ciment par MK et pour différents âges (7, 28, 56, 90 et 180 jours).*

#### 4.5. Effets de métakaolin sur module d'élasticité statique

Il est généralement, admis que le module d'élasticité du béton a tendance à augmenter lorsque sa résistance à la compression augmente. De plus, le module d'élasticité de béton est fortement affecté par leur composante tel que les propriétés de gros granulats, l'état humide de béton et le type de ciment, la substitution d'une fraction de ciment par une fraction d'addition cimentaire (Laitier granulé, sable de dune, pouzzolane naturelle...etc.) peut conduire à une amélioration de module élasticité du béton qui dépend essentiellement de taux d'incorporation d'addition dans le béton, et de leur réactivité.

Le module d'élasticité en compression de différents bétons a été déterminé à partir des mesures des déformations lors des essais de compression simple à partir des spécimens cylindriques, à 180 jours, suivant la procédure [RILEM CPC8 \[112\]](#). Il est clair de remarquer, tout d'abord, que les valeurs du module d'élasticité statique du béton à base de ciment seul et avec MK sont inférieures à leur module d'élasticité dynamique. D'autre part,

on peut observer que les bétons incorporant respectivement 5 et 10% de MK ont des modules d'élasticité plus faibles comparativement à celle du béton témoin. Tandis que, les bétons contenant 15 % et 20 % de métakaolin, présentent une augmentation du module élastique de l'ordre de 6 % à 19 % respectivement par rapport au béton témoin, qui peut être expliquée, d'une part par l'amélioration de la liaison entre la pâte cimentaire et les gros granulats, et d'autre part par de la densification de la matrice cimentaire. Ces résultats sont en accord avec les résultats d'études menées par [Quian et Li \[54\]](#) ; [Caldarone et al. \[55\]](#), qui ont montré une amélioration de module d'élasticité de béton en présence de métakaolin. De plus, [Qian et al. \[54\]](#) ont montré que l'augmentation de module d'élasticité est d'autant plus importante que la teneur de substitution du ciment par métakaolin est élevée confirmant ainsi que l'amélioration de module d'élasticité est liée à la densification de la microstructure et a la diminution de la porosité de l'auréole de transition.

Plusieurs codes, permettent de prédire le module d'élasticité à partir de formules empiriques. Le tableau 4.4 présente quelques résultats obtenus en utilisant quelques formules. Il est clair de constater que les valeurs trouvées par nos mesures expérimentales se situent entre les valeurs trouvées par les calculs empiriques donnés par les deux codes [BAEL99 \[138\]](#) et [ACI 318-95 \[139\]](#). Néanmoins, on peut remarquer que les valeurs du module d'élasticité mesurées expérimentalement sont inférieures aux valeurs calculées par le code [BAEL99 \[138\]](#), qui tend à surestimer le module d'élasticité, alors que les prédictions de l'[ACI 318-95 \[139\]](#) sont les plus précises. En résumé, il apparaît que la substitution d'une fraction de ciment par du métakaolin a pour effet de diminuer légèrement le module d'élasticité de béton pour des taux de remplacement faibles, elle a tendance pour des taux de remplacement relativement élevés à accroître le module d'élasticité.

Tableau 4.4 : Module d'élasticité estimé par différents codes

Désignation	$f_c$ 180j (MPa)	$E=11000 \sqrt[3]{f_c}$ (BAEL) (GPa)	$E=4.7 \sqrt{f_c}$ (ACI 318-95) (GPa)	$E$ (mesure en laboratoire) (GPa)
BT	32,89	35,24	26,95	29,10
BMK5	42,00	38,23	30,45	26,43
BMK10	37,00	36,65	28,58	21,78
BMK15	43,80	38,77	31,10	31,12
BMK20	45,10	39,15	31,56	34,90

#### 4.6. Conclusion de chapitre 4

L'objectif de ce chapitre comme on a annoncé précédemment est d'évaluer l'effet de taux de substitution de ciment par de métakaolin en poids du ciment sur les propriétés du béton frais et durci à savoir le demande en superplastifiant les propriétés mécaniques ainsi que les propriétés élastiques dynamique et statique

Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- l'utilisation de MK en substitution partial de ciment dans le béton engendre une augmentation de la demande en superplastifiant proportionnelle avec l'augmentation de taux d'incorporation du MK dans le béton.
- L'optimum de taux de substitution de ciment par MK pour la résistance à la compression et à la flexion du béton varie en fonction de la teneur de remplacement de ciment par métakaolin de l'âge. L'optimum de taux de substitution de ciment par du MK à 28 et a 90 jours pour la résistance à la compression de béton est obtenu pour teneur 15 % MK. Tandis qu'à long terme (180 jours) l'optimum pour la résistance a la compression est obtenu pour teneur 20 % de MK. le gain maximal de la résistance en compression de béton est d'ordre 37 % obtenu à 180 jours par le béton contenant 20 % de MK, ce béton a présente à 180 jours une résistance à la traction par flexion d'ordre de 13,37 % de sa résistance en compression ;

- L'optimum de taux de substitution de ciment par du MK à 90 et à 180 jours pour la résistance à la traction par flexion de béton est obtenu pour teneur 10 % et 20 % de MK respectivement ;
- Les propriétés élastiques dynamiques c'est-à-dire le module dynamique longitudinal, transversal et de torsion du béton avec métakaolin sont légèrement inférieures à celles du béton de témoin à court terme lorsque le taux de MK augmente ; cela est attribué à la réaction pouzzolanique du MK moins perceptible à court terme, et d'autre part à l'effet de la dilution du ciment, tandis qu'à moyen et long terme, il tend à augmenter légèrement par rapport au béton témoin ;
- Le module d'élasticité statique de béton tend légèrement d'accroître lorsque le taux de substitution de ciment par MK augmente.

## Chapitre 5

---

### **RESULTATS DE LA PHASE III : ETUDE DE DURABILITÉ DE MORTIER ET BÉTON SANS ET AVEC DU MÉTAKAOLIN**

#### **5.1. Introduction**

Le béton est l'un des matériaux de construction les plus utilisés. Lorsqu'il est correctement formulé et placé pour l'environnement pour lequel il a été conçu, le béton peut maintenir ses performances. Néanmoins, une fois exposé pour une longue durée aux environnements agressifs il peut détériorer, ces détériorations peuvent être classifiées comme résultant de l'exposition aux changements environnementaux extrêmes tels que gel dégel ou feu ; produit chimique, provoqué par l'attaque d'acide ou de sulfate, ou la réaction l'alcali-réaction ; biologique, y compris la présence des bactéries ; ou structural, c.-à-d., les charges statiques ou dynamiques. Afin d'améliorer les propriétés du béton, particulièrement sa durabilité beaucoup des mélanges de béton modernes est modifiée avec l'addition des ajouts cimentaires, qui améliorent la microstructure aussi bien que la diminution la concentration en hydroxyde de calcium en la consommant par une réaction pouzzolanique. Le métakaolin (MK) est un matériau prometteur qui peut être utilisé avec succès en tant qu'addition minérale dans le béton, le métakaolin est une pouzzolane artificielle ultrafine, produite par calcination de l'argile kaolinite à des températures allant de 700 C° à 900 C°, à laquelle l'eau chimiquement liée est éliminée et la structure cristalline se transforme en un aluminosilicate amorphe déshydroxylé constitué de particules lamellaires. Plusieurs études montrent que l'incorporation du métakaolin dans le béton comme substitution du ciment influencer favorablement sur les propriétés mécaniques et durabilité.

La présente phase se focalise, sur l'influence de la substitution partielle du ciment par du métakaolin algérien sur la durabilité du mortier et béton. Les indicateurs de durabilité, prise dans cette étude est la mesure des variations dimensionnelles à savoir le retrait de séchage, gonflement à l'eau la porosité accessibilité à l'eau, la pénétrabilité à l'air, résistivité électrique, ainsi que certains agents extérieurs potentiellement agressifs tels que les sulfates et les acides et finalement la carbonatation.

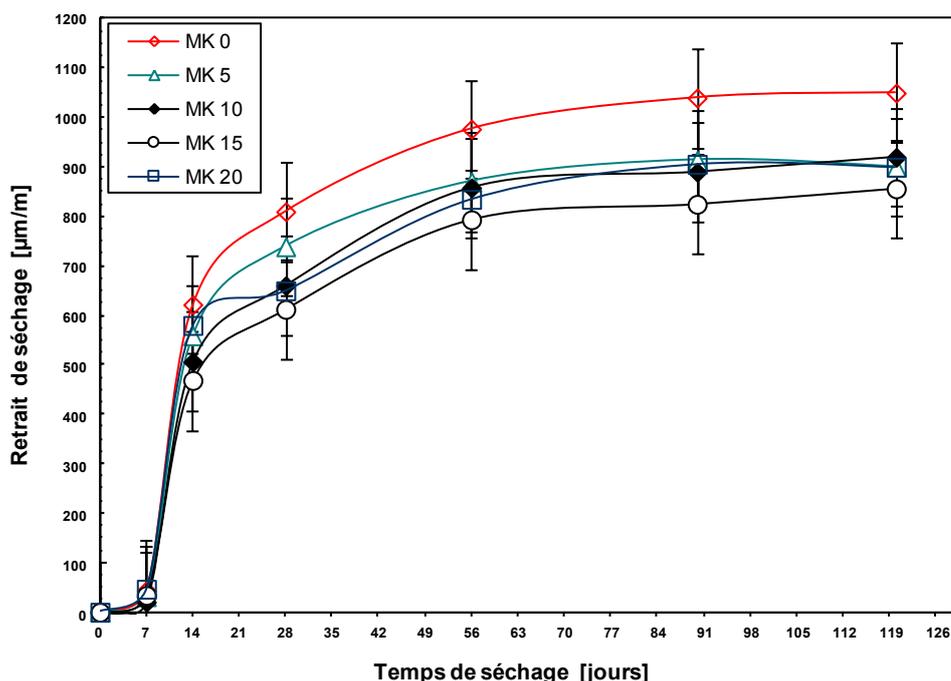
## 5.2. Variations dimensionnelles (retrait et gonflement)

### 5.2.1. Retrait de séchage.

La figure (5.1) présente l'évolution du retrait de séchage de mortier de référence et de mortier incorporant différentes proportions de métakaolin : 5 %, 10 %, 15 % et 20 %, en fonction du temps. À partir de ce graphe, les commentaires suivants peuvent être faits. À court terme ( $\leq 14$  jours), il est possible d'observer en premier temps une cinétique trop rapide de l'évolution de retrait jusqu'à 14 jours puis la cinétique ralentir progressivement. Cela peut être attribué à l'accélération d'hydratation de ciment et à la réaction pouzzolanique de métakaolin avec la portlandite. En deuxième temps à l'exception de mortier incorporant 20 % de métakaolin, qui a présenté à 7 jours une déformation de retrait légèrement plus élevée à celle de mortier de référence. Tous les mortiers incorporant des métakaolins présentant des déformations de retrait inférieur à celle de mortier de référence sans métakaolin. À titre d'exemple, à 14 jours, l'incorporation 5 %, 10 %, 15 % et 20 % de métakaolin conduits à une diminution du retrait de séchage d'ordre 11 %, 19 %, 25 % et 6,75 % respectivement par rapport au mortier de référence. En terme intensité, il est clair d'observer que le mortier incorporant 15 % de métakaolin produit des déformations de retrait le plus faible ( $468,7 \mu\text{m/m}$ , à 14 jours), tandis que le mortier incorporant 10 % de métakaolin produit également des déformations de retrait le plus faible ( $20,37 \mu\text{m/m}$  à 7 jours). En revanche, à moyen terme 28 jours tout comme à 14 jours, tous les mortiers incorporants de métakaolin développent de retrait inférieur à celle de mortier de témoin. Ces observations illustrent davantage l'apport substantiel de métakaolin dans la réduction de retrait de séchage à moyen terme. Les faibles valeurs, de déformations de retrait des mortiers contenant de métakaolin, sont attribués principalement à l'effet filler et pouzzolanique des particules de métakaolin qui contribuent à raffiner la porosité capillaire et rendre le matériau moins sensible à la dessiccation, et par conséquent diminuer son retrait. De plus, la réaction pouzzolanique du métakaolin engendre une diminution de l'eau libre dans le système, donc moins d'eau évaporable sera disponible pendant la contraction [Brooks et Megat johari. \[88\]](#) ce qui pourrait expliquer les faibles valeurs de retrait.

Entre 56 et 120 jours, on observe aussi que les déformations engendrées par le retrait de séchage ont tendance à se stabiliser, pour tous les mortiers. Du point de vue intensité de déformations, le mortier contenant 15 % de métakaolin a présenté la plus forte amplitude de déformation ( $793,7 \mu\text{m/m}$  à 56 jours), néanmoins, nous remarquons qu'au-delà de 56 jours l'écart entre les valeurs de retrait pour les mortiers contenant de métakaolin tend à

diminuer, reflètent un effet similaire du taux d'incorporation de métakaolin sur le retrait à long terme. À titre d'exemple à près 120 jours, les valeurs de retrait de séchage est 900  $\mu\text{m/m}$ , 920  $\mu\text{m/m}$ , 856 $\mu\text{m/m}$  et 900  $\mu\text{m/m}$  pour les mortiers incorporant 5%, 10 %, 15 % et 20% de métakaolin respectivement, tandis que le mortier de référence sans métakaolin a montré un retrait de séchage d'environ 1052  $\mu\text{m/m}$ . ces résultats sont accorde en parfait avec ceux de [Brooks et Megat johari. \[88\]](#) et [Güneyisi E et al \[85\]](#) qui montrant que le retrait de dessiccation est fortement diminué par la présence de métakaolin, d'environ 50 % quelque soit le taux de substitution de ciment par métakaolin. De même, [Caldarone et al. \[55\]](#) ont trouvé une diminution de retrait presque un tiers après 156 jours pour 10% de métakaolin. De même, [Jianyong. L et Yan.Y .\[140\]](#) ont également démontrant que les additions ultrafines telles que le laitier granulé et de la fumée de silice peuvent considérablement favorisent d'une part l'hydratation du ciment et d'autre part la formation des nouveaux hydrates et d'augmenter par conséquent la quantité d'hydrates cristallins d'ettringite (AFt), et de silicate da calcium hydrate (C-S-H) en pâte de ciment, ce qui offre une structure plus dense au béton durci et une résistance plus élevée. Ceci pourrait être le mécanisme d'action selon laquelle les additions ultrafines (le laitier granulé et fumé de silice) réduire l'effet de fluage et retrait de séchage du béton. Sur la base de ces résultats, nous pouvons conclure que peu importe la teneur de la substitution du ciment par du métakaolin, la déformation produite par le retrait de séchage dans le mortier contenant du métakaolin demeure moindre par rapport au mortier sans métakaolin.

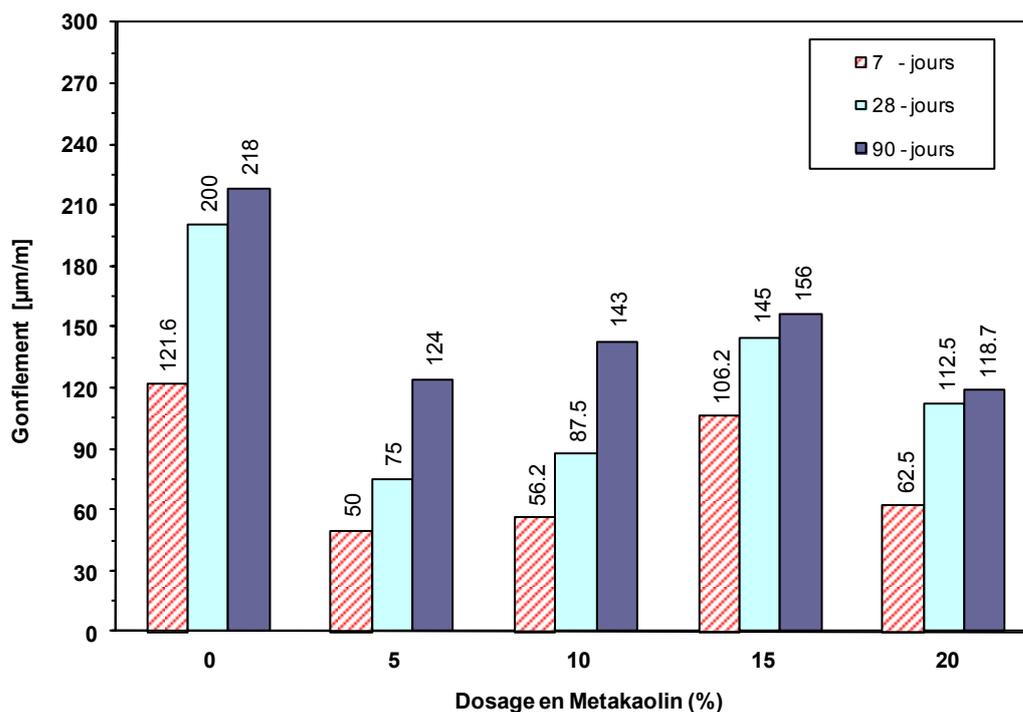


**Figure 5.1 :** Évolution du retrait de séchage en fonction du (%) de substitution du ciment par du métakaolin en fonction de temps de séchage de mortier

### 5.2.2. Le gonflement sous eau

La figure (5.2) montre l'évolution de gonflement sous eau des mortiers étudiés en fonction du temps et le taux d'incorporation du métakaolin. Il est clair, de remarqué que le mortier de référence présent un gonflement plus élevé comparant de mortier contenant du métakaolin, pour tous les âges étudié, et quel que soit le taux d'incorporation du métakaolin. À titre d'exemple, à près 90 jours d'exposition, les valeurs de gonflements est d'ordre de 124 µm/m, 143 µm/m, 156 µm/m et 118 µm/m pour les mortiers incorporant 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin respectivement. Tandis que, le mortier de référence sans du métakaolin a montré un gonflement d'environ 218 µm/m. Les faibles valeurs, de gonflement observées dans les mortiers contenant du métakaolin comparativement au mortier témoin est liée à la densification de la matrice à la suite de la réaction pouzzolanique du métakaolin limite la pénétration de l'eau et donc réduit le phénomène de gonflement. En effet, le gonflement sous eau est lié à l'absorption d'eau par le gel de ciment, les molécules d'eau agissant contre les forces de cohésion tendant à éloigner les particules de gel en créant une pression de gonflement. De plus, l'intrusion de

l'eau réduit les forces de tension de surface de gel, conduit à des petites expansions TC.Power 1959 [141]. De même, M.Mazlomm et al.[142] Rao GA [143] ; Fattuhi et Al-Khaiat [144] ; Shah SP et Ahmad [145] qui ont mené des études similaires rapportent que l'addition de la fumée de silice dans le béton diminue le gonflement. Selon ces auteurs, la diminution de gonflement de ces types de bétons est liée à diminution de la perméabilité entraînant ainsi une réduction de la pénétration de l'eau. Par ailleurs, il est intéressant de rappeler que d'autres facteurs peuvent aussi être à l'origine du gonflement des pâtes de ciments tels que la formation de l'ettringite et la portlandite au début de durcissement de ciment dont la croissance fait pression sur l'ensemble de la structure et en provoque le gonflement de ciment Salhi et Mezghiche [8], Laakri M et al.[146]. or dans le cas de mortier contenant du métakaolin, la portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$  se trouve consommé par la réaction pouzzolanique. En effet, la réaction chimique qui se établie entre les constituants actifs du métakaolin avec l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca(OH)}_2$ , produit à température ambiante de silicate de calcium hydrate supplémentaire (C-S-H), et des phases  $\text{C}_4\text{AH}_{13}(2[\text{Ca}_2\text{Al(OH)}_7 \cdot 3\text{H}_2\text{O}])$ ,  $\text{C}_2\text{ASH}_8$ , et  $\text{C}_3\text{AH}_6 (\text{Ca}_3[\text{Al(OH)}_6]_2)$ . Le produit formé dépend essentiellement de rapport (AS/CH) et de température de réaction [50, 147, 148,149]. Kostuch et al. [50] ont observé que (1) : le portlandite ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) a été significativement réduit avec l'âge pour tous les taux de remplacement de ciment par du métakaolin 0, 10 %, et 20 % ; et (2) : 20 % de MK a été exigé pour enlever entièrement tout le CH en béton à 28 jours. De même, Oriol et Pera. [51] ont rapporté qu'entre 30 et 40% de MK est nécessaire pour éliminer tout le CH de la structure de la pâte de ciment conservée dans l'eau saturée de chaux pendant 28 jours et dont le rapport est égal à ( $E/L = 0,5$ ). De même, Ambroise et al [16] qui ont mené des études similaires, rapporte que le CH a été rapidement consommé et que la microstructure était riche en, C-S-H et ettringite  $\text{C}_2\text{ASH}_8 (2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O})$ , et que la distribution de la taille des pores s'est déplacée vers des valeurs plus petites.



**Figure 5.2 :** Évolution du gonflement en fonction du (%) de substitution du ciment par du métakaolin du mortier en fonction de temps

Comme expliqué précédemment, le gonflement sous l'eau est attribué à l'absorption d'eau par le gel de ciment et à la formation des composants expansifs. Pour tenter de mieux comprendre le phénomène de gonflement, nous avons suivi l'évolution des masses des spécimens de mortier. le gonflement, nous avons suivi l'évolution des masses des éprouvettes de mortier. Les résultats de gain de masse ont montré que le mortier de référence qui a marqué une amplitude de déformation de gonflement importante, comparativement, a ceux des mortiers contenant de métakaolin à enregistré une valeur gain de masse plus élevé que celle de mortiers contenant de métakaolin. Ces résultats démontrant que l'incorporation de métakaolin à pour effet de densifier la matrice cimentaire ce qui limite la pénétration de l'eau dans ces mortiers. Ce pendant les résultats ont montre que le gain de masse des mortiers contenant du métakaolin est inversement proportionnelle avec leurs déformations de gonflement. A titre d'exemple a 90 jours de cure dans l'eau , les mortiers incorporant 5%, 10 %, 15 % et 20% de métakaolin respectivement, ont présenté des valeurs de gain de masse d'ordre de 2,25 %, 2,15 %, 1,98 % et 1,87 % ont développent de déformations de gonflement d'intensité d'ordre 124  $\mu\text{m/m}$ , 143  $\mu\text{m/m}$ , 156  $\mu\text{m/m}$  et 118,7  $\mu\text{m/m}$  respectivement , cela peut être attribue probablement à la nature gonflante de certains hydrates de métakaolin. [Courard, L et al. \[65\]](#).

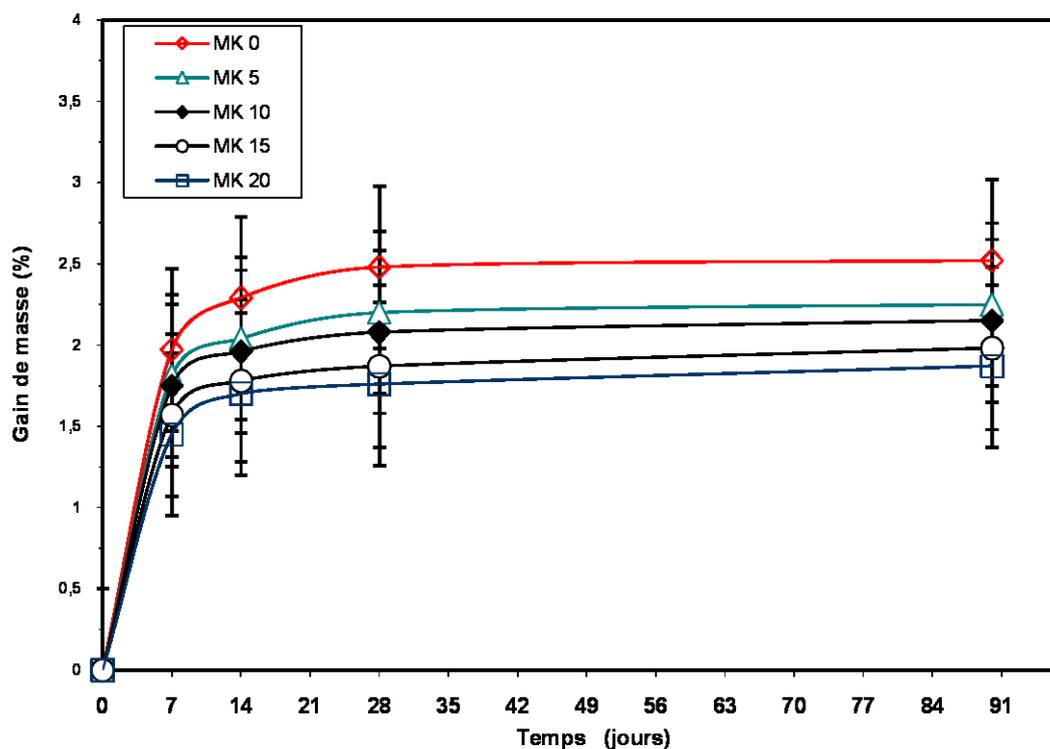


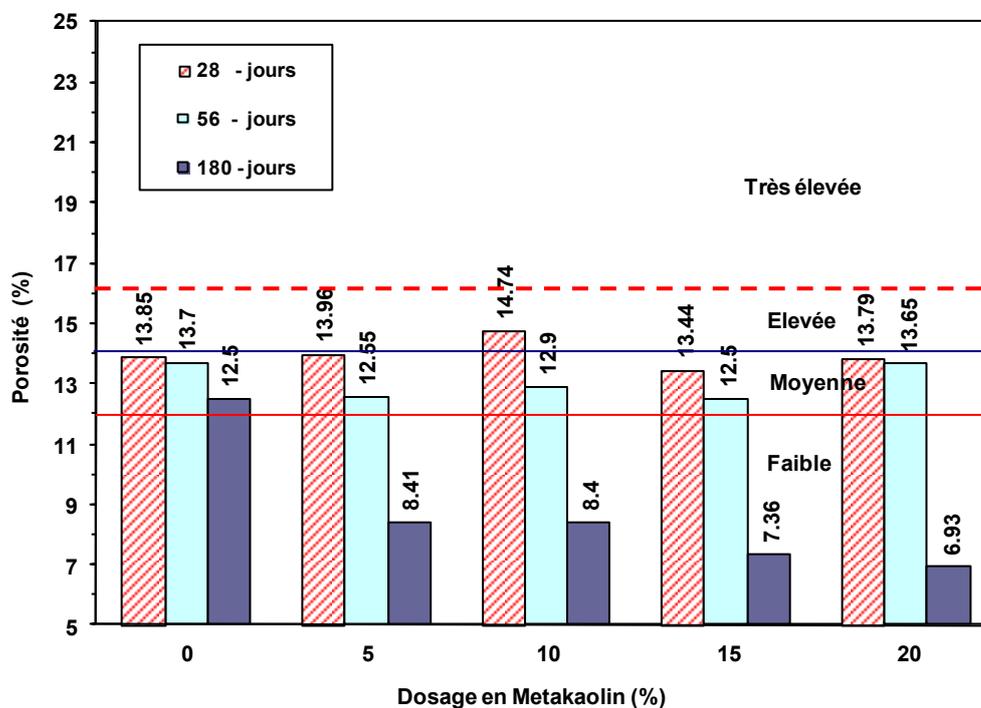
Figure 5.3 : Evolution du gain de masse en fonction du (%) de substitution du ciment par du métakaolin du mortier en fonction de temps.

### 5.3. Porosité a l'eau

Le béton est un matériau poreux son volume poreux (ou porosité) est déterminé par les vides contenus dans les granulats, et par la porosité propre de la pâte de ciment hydraté et par la présence de bulles d'air entraîné. La porosité est une caractéristique importante du béton qui influe à la fois sur ses propriétés mécaniques et sa durabilité [Song et al., \[150\]](#); [Winslow, et al \[151\]](#). La porosité dépend de plusieurs facteurs : le rapport E/C (Eau sur Ciment), composition de ciment, la compacité du béton frais, le volume pâte/granulats et la porosité des granulats. Une augmentation du volume poreux favorise la pénétration de l'eau et des ions chlorure, ce qui réduit la durabilité du béton exposé aux cycles de gel-dégel en présence des sels fondants (chlorures). Le volume des vides et perméabilité doit donc être limité afin d'obtenir un béton à la fois résistant et durable.

La figure (5.4) présente l'évolution de la porosité des bétons étudiés en fonction de la teneur de substitution de ciment par métakaolin, pour différentes échéances 28, 56 et 180 jours. À l'âge de 28 jours, la porosité des bétons témoin se trouve dans la classe de la

porosité moyenne selon la classification des bétons, par classe de durabilité potentielle d'AFGC (Association Française de Génie Civil) [158]. Suivant le critère de porosité de même que celles des bétons contenant de métakaolin sont classées moyenne, à l'exception de béton contenant 10 % de métakaolin qui se trouve dans la classe de la porosité élevée. En effet, la substitution partielle de ciment par 5% et 10 % de métakaolin engendre une augmentation légère de la porosité de 0,79 et 6 % respectivement par rapport au béton seul sans métakaolin. Par contre, pour des teneurs plus élevées de substitution de ciment par de métakaolin, on constate une légère diminution de porosité en comparant au béton témoin. En revanche, a long terme (> 28jours), on peut, observer une continuité de la diminution de la porosité, et la porosité des bétons à base de ciment contenant de métakaolin oscille de la classe de porosité moyenne à faible tandis que, le béton témoin se trouve toujours dans la classe moyenne selon la classification des bétons, par classe de durabilité potentielle d'AFGC (Association Française de Génie Civil) [158] suivant le critère de porosité. En effet, on peut voire clairement que la prolongation du temps de murissement a pour effet plus perceptible sur l'évolution de la porosité des bétons à base de ciment avec métakaolin, la réduction de la porosité est relativement importante à long terme pour le béton incorporant des teneurs élevée de métakaolin, cette réduction est d'ordre 38 % et 44 % pour les bétons contenant 15% et 20% de métakaolin respectivement. Ceci confirme les observations faites par Bready et al. [91]; Larbi and Bijen [92]; Poon et al. [48]; Gonçalves et al. [70] démontrant que substitution de ciment par le métakaolin, a pour conséquence une diminution de la porosité de béton, et que la réduction de la porosité des bétons dépend principalement de rapport (E/C) et de la teneur de métakaolin. Cette amélioration, de la porosité du béton incorporant du métakaolin, pourra expliquée par la densification de la matrice cimentaire liée à la poursuite des réactions pouzzolanique de métakaolin des hydrates supplémentaires se créent (C-S-H, C-A-H, C-A-S-H). [35, 41à43], Les produits de la réaction pouzzolanique ont pour effet de segmenter et de tapisser les pores les plus gros, ce qui diminue ainsi leur taille. Cette modification microstructurale engendrés par la présence du métakaolin conduisent à une structure très compacte, illustrant la contribution substantielle du métakaolin à la diminution du volume des pores à long terme et contribuant ainsi à l'amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton.



**Figure 5.4 :** Evolution de la porosité du béton pour différentes teneurs de substitutions du ciment par métakaolin et pour différents âges (28,56 ,180 jours).

#### 5.4. La perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air est un paramètre majeur de la durabilité des bétons armés dans la mesure où, celle-ci contrôle la teneur en oxygène et en dioxyde de carbone disponible dans le béton d'enrobage protégeant les barres d'armature. Une faible perméabilité à l'air est très bénéfique parce qu'elle permet de réduire soit l'oxygène disponible à la cathode pouvant alimenter la formation des produits expansifs ou soit le  $\text{CO}_2$  et par conséquent les risques de carbonatation qui peuvent accélérer les processus de corrosion par destruction de la couche protectrice des armatures. De plus les phénomènes d'efflorescence et de carbonatation sont souvent contrôlés par la teneur en  $\text{CO}_2$  disponible qui dépend de la perméabilité à l'air [Schölin et Hilsdorf. \[152\]](#).

La figure (5.5) montre l'évolution de la perméabilité à l'air de béton seul et avec 5 %, 10 %, 15 % et 20% du métakaolin en fonction de l'âge de durcissement 28, 56 et 90 jours. Bien que la prolongation du temps de durcissement des bétons entraîne une diminution de la perméabilité à l'air des bétons témoin et avec métakaolin à la fois, celle-ci demeure reste

toujours élevée dans le béton témoin sans métakaolin, comparativement au béton avec métakaolin, et cela indépendamment de la teneur de substitution de ciment par métakaolin. Sur la figure (5.5), et selon la classification de la perméabilité à l'air proposée par [Catheret et al \[153\]](#). Tous les bétons présentant une perméabilité en dessous de la première ligne qui correspond à ( $t > 1000$  s, soit 8,103 s/ml) sont considérés comme des bétons ayant une excellente résistance à la perméabilité à l'air, tandis que ceux dont leur perméabilité est comprise entre la première ligne et la deuxième ligne (soit :  $300 \text{ s} < t < 1000\text{s}$ ) sont considérés comme des bétons ayant une bonne résistance à la perméabilité à l'air. Tandis que ceux présentant une perméabilité comprise entre la deuxième ligne et la troisième ligne (soit :  $100 \text{ s} < t < 300\text{s}$ ) sont considérés comme des bétons ayant une assez bonne résistance à la perméabilité à l'air. Tandis que, ceux présentant une perméabilité comprise entre la troisième ligne et quatrième ligne (soit :  $30 \text{ s} < t < 100\text{s}$ ) sont considérés comme des bétons ayant une résistance à la perméabilité à l'air moyenne, et ceux qui présentent une perméabilité au-dessous de la quatrième ligne (soit :  $t < 30\text{s}$ ) sont considérés comme des bétons ayant de faibles résistances à la perméabilité à l'air. D'après cette classification le béton de référence sans métakaolin et le béton incorporant 20% de métakaolin présentent une résistance à la perméabilité à l'air moyenne à 28 jours, tandis que les bétons contenant 5 %, 10 % et 15% de métakaolin présentent une résistance à la perméabilité à l'air assez bonne pour la même âge en concordance avec la classification proposée par [Catheret et al \[153\]](#). À 56 jours le béton de référence et le béton incorporant 20 % de métakaolin demeurent toujours dans la gamme de classe moyenne de perméabilité, et les bétons contenant 5%, 10% et 15% de métakaolin dans la gamme de classe assez bonne. À 90 jours tous les bétons contenant du métakaolin présentent une résistance à la perméabilité à l'air assez bonne, avec une valeur optimale pour le béton incorporant 15% du métakaolin. L'amélioration de la résistance à la perméabilité à l'air du béton contenant du métakaolin est principalement due à la diminution de la porosité totale et à l'affinement des pores (transformation des pores capillaires en pores gel), résultant de la réaction pouzzolanique du métakaolin. [Güneş et al. \[85\]](#). En effet, les produits résultant de la réaction pouzzolanique entre le métakaolin et l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  remplissent les pores en les segmentant davantage. Le remplissage des pores par ces produits d'hydratation, les rend plus fins, d'où l'affinage des pores. L'affinage des pores engendre une modification du réseau poreux qui se caractérise principalement par des pores plus fins. Cette modification qui se traduit par la segmentation et la tortuosité importante des pores entraîne la

réduction des valeurs de la perméabilité de l'air en présence du métakaolin. Ces résultats, sont accord en parfait avec ceux de [Badogiannise et Tsivilis \[89\]](#) qui ont montrés une diminution de la perméabilité au oxygène O<sub>2</sub> avec l'incorporation de métakaolin au béton.

Tableau 5.1. Classe de perméabilité de béton selon [Cather et al. \[153\]](#); [Figg \[117\]](#)

Catégorie	Qualité de béton	Temps (seconds)	Perméabilité	
			Air	Eau
			AER (s/ml)	Taux d'absorption 10 <sup>3</sup> (ml)
0	Faible	>30	> 8	>3
1	Moyenne	30 à 100	8 à 25	3 à 10
2	Assez bonne	100 à 300	25 à 75	10 à 30
3	Bonne	300 à 1000	75 à 250	30 à 100
4	Excellent	>1000	> 250	>100

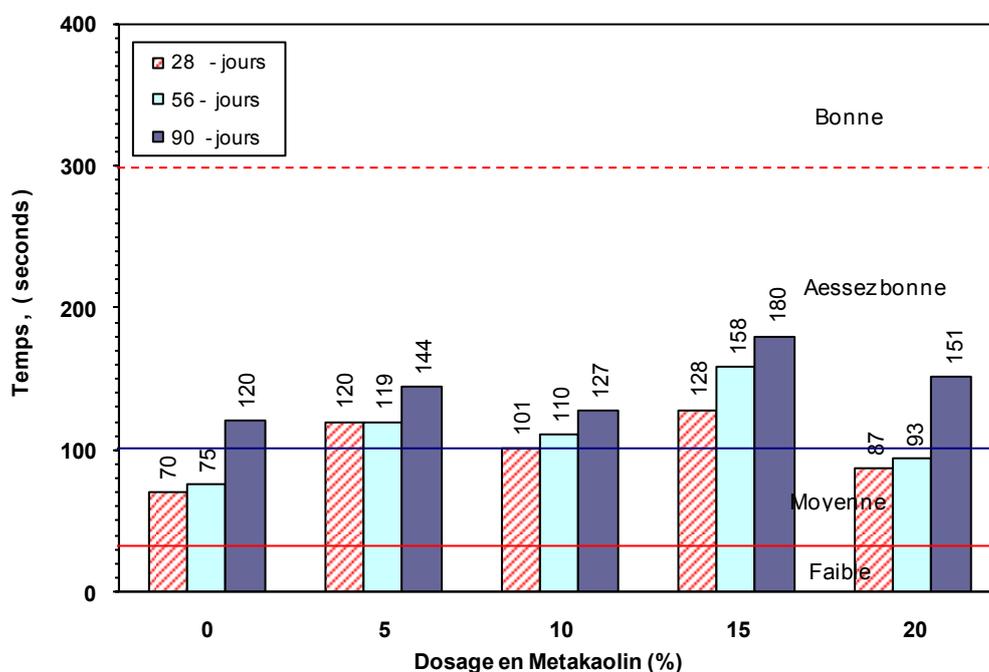


Figure 5. 5 : Évolutions de la perméabilité à l'aire du béton pour différentes teneurs de substitutions du ciment par MK et pour différents âges (28,56 ,90 jours).

## 5.5. Résistance aux sulfates

### 5.5.1. Résistance au sulfate de magnésium (5% MgSO<sub>4</sub>)

#### a) Expansion

Les résultats de l'expansion des mortiers contenant différentes teneurs de substitution de ciment par 5%, 10 %, 15 % et 20 % métakaolin due à l'attaque par le sulfate magnésium (5% MgSO<sub>4</sub>) (33800 ppm de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) sont montrés dans la figure (5.6). Il est possible de remarquer que les mortiers à base de ciment contenant de métakaolin développant dès 56 jours des expansions plus élevées à celle de mortier témoin qui dépasse la limite d'expansion maximale de 0,10 % à atteindre au bout de 6 mois, recommandé dans la norme [ASTM C1012\[119\]](#). À titre d'exemple, la valeur d'expansion de mortier témoin sans métakaolin est d'ordre 0,052 %, tandis que les mortiers contenant de métakaolin ont montré des expansions de 0,108%, 0,115%, 0,136% et 0,073% pour les mortiers contenant 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin respectivement, et qui continue d'augmenter considérablement durant l'exposition pour atteindre à 180 jours des valeurs finales d'expansion qui dépassent largement la limite maximale 0,10%, recommandée par la norme [ASTM C1012\[119\]](#). À titre d'exemple, pour le mortier témoin sans métakaolin l'expansion est d'ordre 0,462% cependant pour les mortiers contenant 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin ont montré des expansions de l'ordre 0,576%, 0,789%, 1,150% et 0,498 % respectivement, Ces résultats, montre clairement que les mortiers à base de ciment avec métakaolin sont moins résistants à la solution de sulfate magnésium. La faible résistance de mortiers incorporant de métakaolin au sulfate de magnésium est attribuée à la décalcification des silicates de calcium hydrate suite à la transformation progressive des silicates de calcium hydrate C-S-H en silicate de magnésium hydraté M-S-H et (C,M)-S-H sans propriétés liants [Lee et al. \[72\]](#) équation (3). De même, des études similaires effectuées sur la fumée de silice par [Lee et al. \[157\]](#) ont montré que l'incorporation de fumée de silice dans le mélange de ciment a pour effet négatif sur la résistance au sulfate de magnésium. Cela est lié à la transformation progressive des silicates de calcium hydratés (C-S-H) en silicate de magnésium hydraté (M-S-H) sans propriétés de liants, il a été attribué que cela était dû à la faible disponibilité de portlandite, qui réagit avec le magnésium pour former une double couche de brucite (Mg(OH)<sub>2</sub>) et de gypse équation (1) et (3) . Cela forme une barrière à l'entrée de sulfate et des ions de magnésium, et signifie en outre que moins d'ions de magnésium sont disponibles pour réagir avec les gels de silicate de calcium hydratés de la pâte de ciment durci [\[157\]](#). La

présence de la portlandite dans la matrice cimentaire a pour effet bénéfique, car elle retarde l'action des ions de magnésium qu'elle piège en partie sous forme de brucite  $Mg(OH)_2$ , la quantité résiduelle de magnésium susceptible d'attaquer le C-S-H est inversement proportionnelle à la quantité de Portlandite initialement présente dans la matrice cimentaire. Ce qui pourrait expliquer d'une partie la faible résistance des mortiers incorporant du métakaolin vis-à-vis au sulfate de magnésium en comparant au mortier sans métakaolin de fait que la portlandite se trouve consommée par la réaction pouzzolanique du métakaolin.

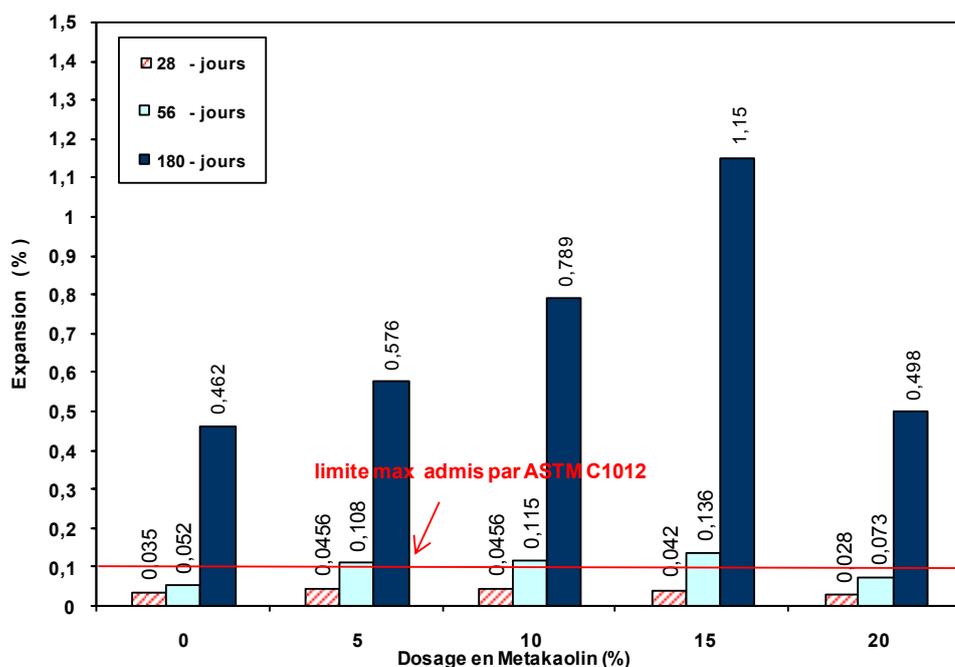
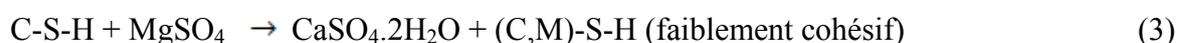
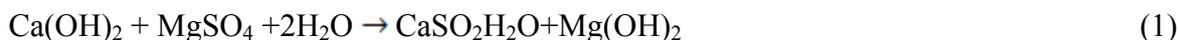
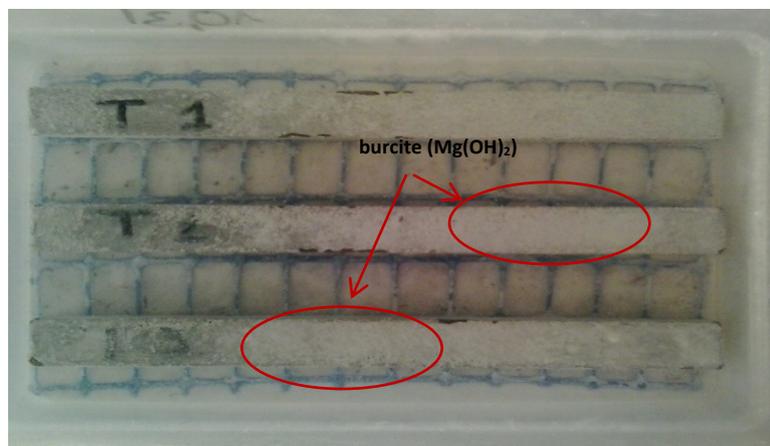


Figure 5.6 : Expansion due à l'attaque par le sulfate de magnésium (5%  $MgSO_4$ )

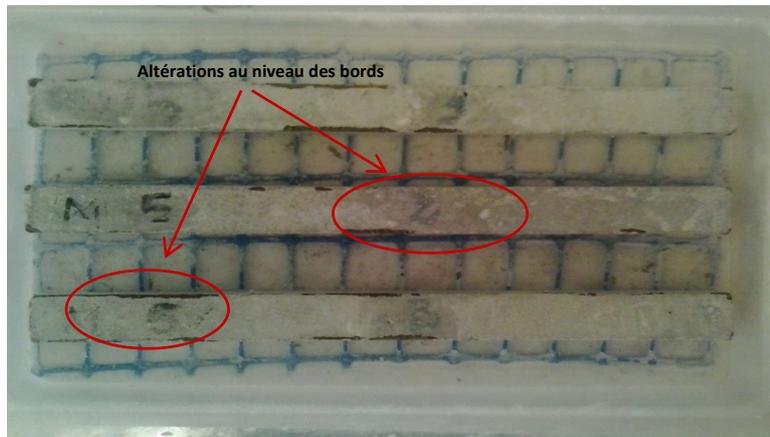
### b) Examen visuel

L'inspection visuelle, des échantillons des mortiers a été portée pour des échantillons de mortiers étudiés sans métakaolin avec 5 %, 10 %, 15 % et 20 % de MK, immergés dans une solution de 5 % sulfate magnésium  $MgSO_4$  (33800 ppm de  $SO_4^{2-}$ ), pour une durée de temps 180 jours à la température ambiante  $20^\circ C$ . Les résultats de l'inspection visuelle sont montrés dans les figures 3.7 (a, b, c, d, e) respectivement. Il est très clair, d'observer que le comportement des mortiers, sans et avec métakaolin, vis-à-vis à la solution de sulfate de

magnésium ( $\text{MgSO}_4$ ) et sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), est complètement différent. En effet, dans le cas de la solution de sulfate de magnésium, le mortier témoin sans MK, ont observe la formation de brucite ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ) sous forme des substances blanches déposées sur les faces extérieures. Ainsi, pour les mortiers contenant des faibles teneurs de substitution de ciment par métakaolin (5% à 10 %), Les spécimens ont montré des signes de détérioration, en plus des substances blanches de brucite ( $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ) déposées sur toute la surface des échantillons de mortier, on peut observer également des altérations sur les bords et les coins des spécimens. En revanche, l'inspection visuelle a montré que les mortiers contenant des taux élevés de métakaolin semblent plus dégradés comparativement au mortier témoin, et comparant aux mortiers contenant faible teneur du métakaolin. D'autre part, l'inspection visuelle a montré que les mortiers contenant des taux élevés de métakaolin semblent être plus dégradés par rapport au mortier témoin, et par rapport aux mortiers contenant de faibles taux de métakaolin. Il est également important à noter qu'il est très difficile visuellement de différencier, entre le niveau de dégradation d'échantillons de mortier contenant 15 % de MK, et ceux contenant 20 % de MK, bien que les résultats d'expansion ont montré que le mortier incorporant 15 % de MK présente un niveau d'expansion plus important que le mortier contenant 20 % de MK



(a) MK0



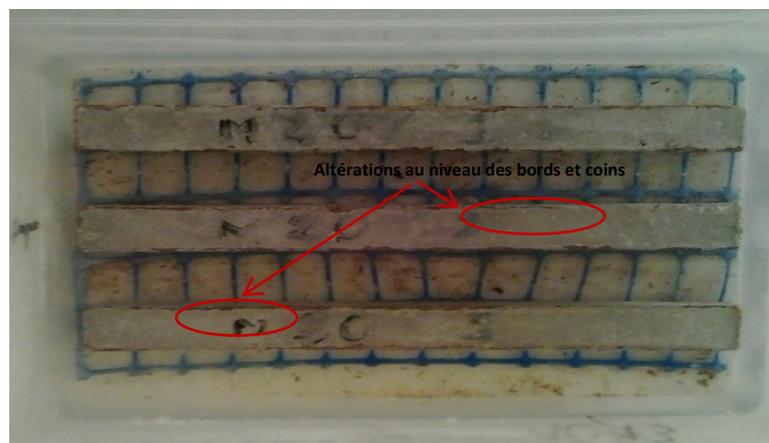
(b) MK5



(c) MK10



(d) MK15



(e) MK20

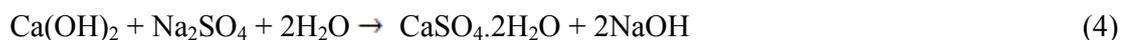
Figure 5.7: Etats des échantillons après 180 jours exposés au 5% sulfate de magnésium

### 5.5.2. Résistance au sulfate de sodium (5% Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

#### a) Expansion

Pour la résistance à la solution sulfate de sodium Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (33800 ppm de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), les résultats de l'expansion des mortiers contenant différentes teneurs de substitution de ciment par métakaolin 5 %, 10 %, 15 % et 20 % sont montrés dans la figure 5.8. Il est clair de remarquer que contrairement au comportement vis à vis à la solution de sulfate de magnésium (MgSO<sub>4</sub>) les mortiers à base de ciment contenant de métakaolin ont montré une meilleure résistance à la solution sulfate de sodium Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. On peut constater une diminution d'expansion des mortiers proportionnelle avec l'augmentation de la teneur de substitution de ciment par métakaolin. En effet à 180 jours d'exposition à la solution de sulfate sodium le mortier témoin sans métakaolin produit une expansion d'ordre 0,103 % qui dépassent légèrement la limite d'expansion maximale de 0,10 % à atteindre au bout de 6 mois, recommandés dans la norme [ASTM C1012 \[119\]](#). Alors que, les mortiers contenant des teneurs plus élevées en métakaolin présentent une expansion très faible largement en dessous de la limite prescrite par la norme ASTM C1012 d'ordre 0,059% et 0,042% respectivement pour les mortiers avec 15% et 20% de métakaolin indiqueraient une résistance élevée au sulfate de sodium, d'après la norme [ASTM C1012 \[119\]](#). Tandis que les mortiers contenant 5% et 10% de métakaolin atteignent des expansions de 0,084% , 0,078% respectivement moins de 0,10 % expansions à 180 jours, indiquant une résistance modérée au sulfate [ASTM C1012 \[119\]](#). Ces expansions sont d'ordre inférieur que celles observées dans le mortier avec métakaolin exposé à la solution de sulfate de magnésium. Ces résultats suggèrent que le métakaolin est plus performant à la résistance au sulfate de sodium Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> par rapport au sulfate de magnésium. Il est important aussi de rappeler qu'aucun signe de détérioration n'est remarqué pour tous les mortiers étudiés. Cette amélioration de la résistance vis à vis à l'attaque par le sulfate de sodium en présence du métakaolin est due principalement à la réduction de la perméabilité de ces mélanges, et d'autre part de la diminution de la teneur en hydroxyde de calcium Ca(OH)<sub>2</sub> qui est considéré parmi les éléments les plus vulnérables dans la matrice cimentaire vis-à-vis au sulfate de sodium. En effet, les ions sulfate de sodium est moins agressif au C-S-H, que le sulfate de magnésium, l'interaction entre la portlandite et le sulfate de sodium conduit à la formation de gypse secondaire, mais aussi la formation d'hydroxyde de sodium (NaOH) équation (4) qui a pour effet de stabiliser la formation C-S-H, ce qui permet de diminuer les

processus d'altération et de transferts d'ions au sein de la matrice cimentaire. De plus, la réaction pouzzolanique de métakaolin permet de diminuer la teneur en portlandite qui est responsable de la formation de gypse et d'ettringite secondaires en présence des ions sulfates [Neville et al.](#) ; [Duval et Hornain,1](#) ; [Cohen et al.](#) ; [Mehta, P.K.](#). [160, 161, 162,163] équation (4), (6) et (7). Ces résultats sont en accord avec les études menées par [Sabir et al.](#) [155]. qui ont montré que les métakaolins diminuent non seulement la quantité de chaux libre, mais aussi celles des aluminates disponibles dans la solution interstitielle, combinée à cela, la densification de la matrice cimentaire par les métakaolins conduisant à la diminution de sa perméabilité et de sa diffusivité augmente significativement la résistance du béton à la migration des ions sulfate. De plus, les résultats de cette étude sont en accord avec d'autres études similaires, montrant que les mortiers contenant des pouzzolanes ne présentent presque pas variations dimensionnelles, alors que le mortier à base de ciment Portland seul expansé de la manière suivante. Le mortier qui a le meilleur la résistance est celle qui contenait 15% de métakaolin, confirmant ainsi l'efficacité du métakaolin à résistance au sulfate de sodium [21]. De même, des études sont conduites sur deux types de ciment, composée de haute et intermédiaire teneur en C<sub>3</sub>A ; ils ont rapporté que l'expansion a diminué systématiquement avec l'augmentation de taux de substitution de ciment par MK pour les deux types de ciment [19]. Selon ses auteurs, la réduction de la teneur en CH est considérée comme le facteur principal par lequel MK améliore la résistance de ciment au sulfate de sodium.



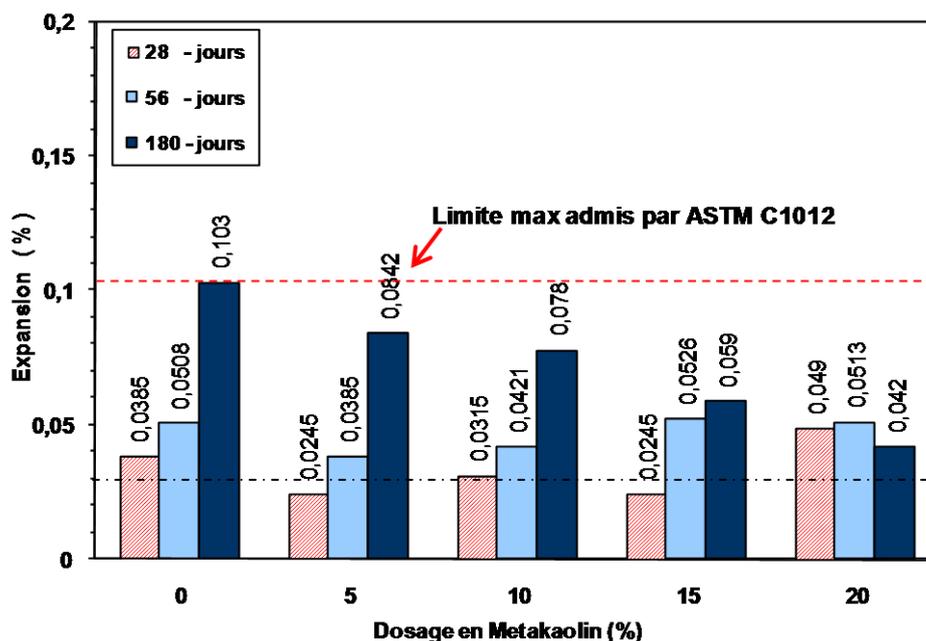


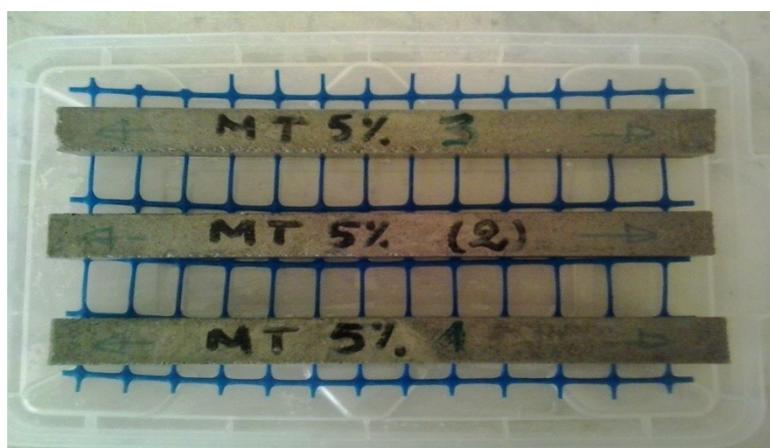
Figure 5. 8 : Expansion due à l'attaque par le sulfate de sodium (5%  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

## b) Examine visuel

Les résultats de l'inspection visuelle des mortiers étudiés sans métakaolin et avec MK, immergés dans la solution de 5% sulfate sodium  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , (33800 ppm de  $\text{SO}_4^{2-}$ ), pour une durée de temps 180 jours à la température ambiante  $20^\circ\text{C}$  sont montrés dans les figures (3.9 : a,b,c, d et e) respectivement. Pour les échantillons, de mortier exposés à la solution sulfate de sodium 5%  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (33800 ppm de  $\text{SO}_4^{2-}$ ), l'observation visuelle de l'état de mortier témoin qui a enregistré une expansion la plus élevée à 180 jours par rapport aux mortiers avec métakaolin n'a pas montré des signes de détérioration importante à l'exception, seulement des légères altérations au niveau des coins. En revanche, pour les mortiers contenant différentes teneurs de métakaolin, nous n'avons pas pu remarquer des signes de dégradation pour toutes les éprouvettes de mortier. Les résultats de l'inspection visuelle sont en concordance avec ceux de l'expansion qui reflètent une bonne résistance au sulfate sodium des mortiers incorporant de métakaolin. On peut donc affirmer, à partir de l'inspection visuelle, que l'incorporation de métakaolin a pour effet bénéfique sur la résistance vis à vis au sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).



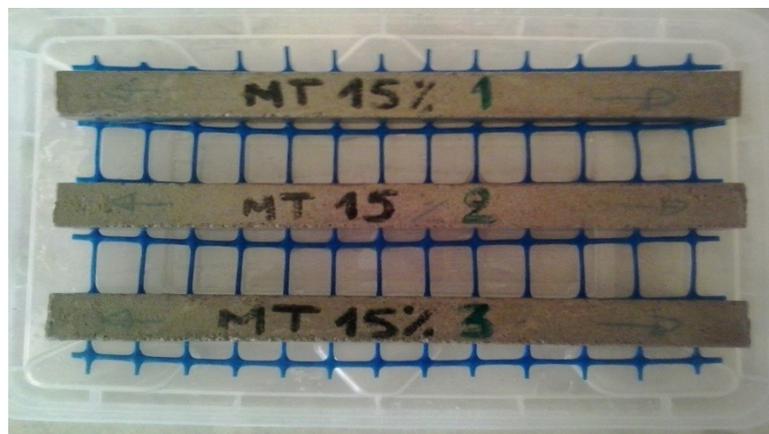
(a) MK0



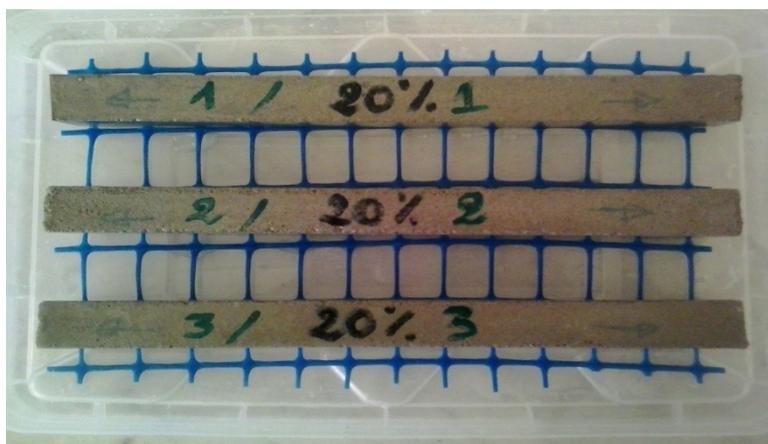
(b) MK5



(c) MK10



(d) MK15



(e) MK20

**Figure 5.9 :** Etats des échantillons après 180 jours exposés au 5% au sulfate de sodium

## 5.6. Résistance aux acides

### 5.6.1. Résistance à l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ )

#### a) Perte de masse

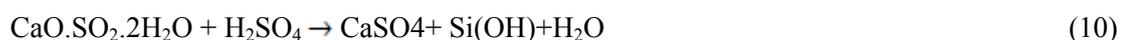
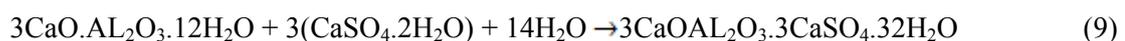
Les résultats de l'effet de concentration d'acide sulfurique et la teneur de la substitution de ciment par 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin sur la perte de masse du mortier sont montrés par les figures (3.10, 3.11 et 3.12) respectivement, la perte en masse des éprouvettes en mortier conservée en solution est suivie jusqu'à 90 jours. Les résultats de l'effet de teneur de substitution de ciment par du métakaolin sur la perte de masse du mortier exposé à la solution d'acide sulfurique de faible concentration (0,5 %  $H_2SO_4$ ) en fonction du temps sont montrés par la figure (5.10). Il est possible, de remarquer que à court terme d'exposition au acide sulfurique les mortiers incorporant de MK ont montré des pertes de masse comparable voir inférieure à celle de mortier témoin, au delà de cet âge et

pour 14 et 28 jours tous les mortiers incorporant de MK ont enregistré des valeurs de perte de masse plus élevées en comparant à celle de mortier témoin. De plus, l'écart de la perte de masse entre les mortiers incorporants de métakaolin et le mortier à base de ciment seul devenant plus important avec l'augmentation de taux d'incorporation de MK. À titre d'exemple à 28 jours d'exposition, les valeurs de perte de masse sont d'ordre de 1,62 %, 1,81 %, 2,94 % et 2,42 % pour les mortiers incorporant 5 %, 10 %, 15 % et 20 % de MK respectivement, tandis que le mortier de référence sans du métakaolin a montré une perte de masse d'environ 1,36 %. En revanche à long terme, on peut constater que la substitution d'une fraction de ciment par de MK a pour effet moins importante sur la perte de masse.

Les résultats de la perte en masse des éprouvettes du mortier exposé à la solution d'acide sulfurique de moyenne concentration (1 %  $H_2SO_4$ ) est présentée par la figure (5.11). Il est clair d'observer, que à 7 jours tous les mortiers incorporant de métakaolin à l'exception de mortier contient 10% de MK qui a enregistré une valeur de perte de masse plus élevée que le mortier témoin ont montré des pertes de masse comparable, voire légèrement inférieure à celle du mortier de référence sans du métakaolin. À 14 jours d'exposition, nous pouvons observer une augmentation de taux de perte de masse avec l'augmentation de taux d'incorporation de MK, et cela jusqu'à 10 % au-delà de ce taux on observe une diminution de taux de perte de masse. En revanche, à 28 jours d'exposition on observe une continuité d'augmentation de la perte de masse pour les mortiers contenant 5%, 10% et 20% de MK tandis que le mortier contient 15% de MK a montré une légère diminution de taux de perte de masse. Les valeurs des pertes de masse étaient 2,56 %, 2,32 %, 2,02 % et 2,70 % pour les mortiers incorporant 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin respectivement, tandis que le mortier à base de ciment seul sans métakaolin a présenté une perte de masse d'ordre 1,32 %. Après, 90 jours d'exposition, seul le mortier incorporant 15 % de MK enregistré une perte de masse relativement plus élevée que le mortier témoin. De plus, l'écart de la perte de masse entre le mortier témoin et les mortiers incorporant 5 %, 10 % et 20 % du métakaolin respectivement deviennent négligeables traduit une résistance comparable au mortier à base de ciment sans métakaolin.

La figure (5.12) présente les valeurs de perte de masse des éprouvettes du mortier exposé à la solution d'acide sulfurique relativement de hautes concentrations (3 %  $H_2SO_4$ ). La figure montre qu'initialement, les pertes de masse des mortiers incorporant du métakaolin sont plus faibles comparativement à ce de mortier témoin. À présent, la première semaine d'exposition la tendance s'inverse on constate la débute de détérioration des

mortiers incorporant du métakaolin, À 28 jours comme a 14 jours tous les mortiers incorporant de métakaolin ont montré des pertes de masse relativement plus élevé a celle du mortier sans du métakaolin. À long terme (90 jours), nous pouvons observer également que l'augmentation de taux de l'incorporation de MK conduit a une augmentation de taux de perte de masse et cela jusqu'à un taux 15% de MK au-delà de ce taux de substitution, la perte de masse diminue. Ces augmentations plus perceptibles de la perte des masse des mortiers incorporant de métakaolin traduit donc une dégradation plus importante avec l'augmentation de métakaolin qui résulte, à l'augmentation des phases aluminates dans les mortiers avec du métakaolin dû à l'augmentation de la teneur substitution du ciment par métakaolin dans la matrice cimentaire, qui a pour conséquence d'augmenté la phase d'ettringite secondaire ( $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.3\text{CaSO}_4.32\text{H}_2\text{O}$ ) expansive V. Kannan a., K. Ganesan [164]. Par ailleurs, des études ont confirmé que la formation d'ettringite secondaire dépend uniquement de la réaction entre l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et le sulfate ( $\text{SO}_4$ ) et du rapport des deux composants [166]. En effet, les réactions qui se développent durant l'attaque par l'acide sulfurique équations (8) ,(9) et (10) conduisant principalement a la décomposition (C-S-H) et à la formation de gypse et l'ettringite secondaire (AFt) qui génère expansion, l'augmentation de volume qui est provoquée au début par la cristallisation de gypse secondaire donne les pores capillaires entraîner des contraintes des contraintes de traction dans la matrice cimentaire et finalement l'écaillage de la surface du béton. Lorsque la réaction du gypse secondaire avec les phases d'aluminate se poursuit, la cristallisation d'ettringite or a lieu dans les pores capillaires, ce qui entraîner une expansion en volume plus élevé que l'augmentation de volume provoquée par le gypse secondaire les contraintes internes qui résultent des réactions mentionnées précédemment conduiront éventuellement à une quantité considérable des fissurations dans la microstructure du béton Monteny et al., [166].



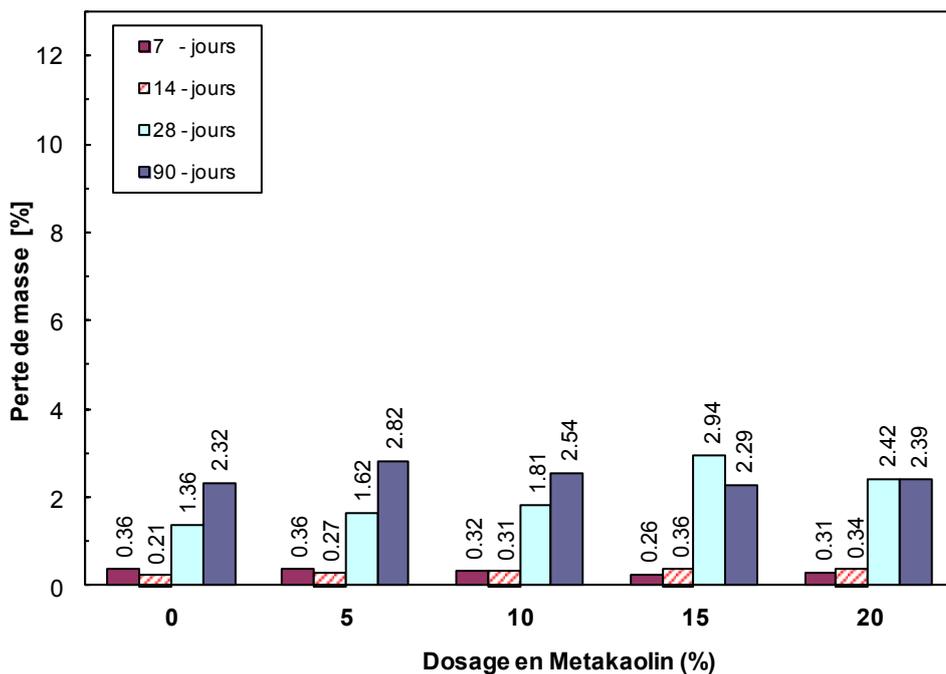


Figure 5.10 : Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans 0,5 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

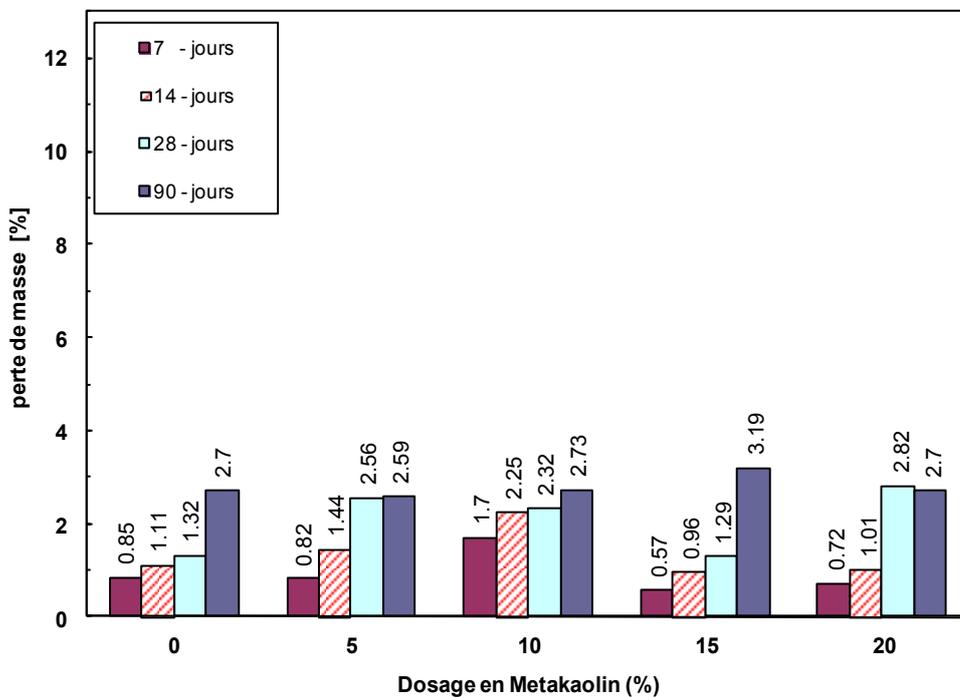


Figure 5.11 : Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans 1 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

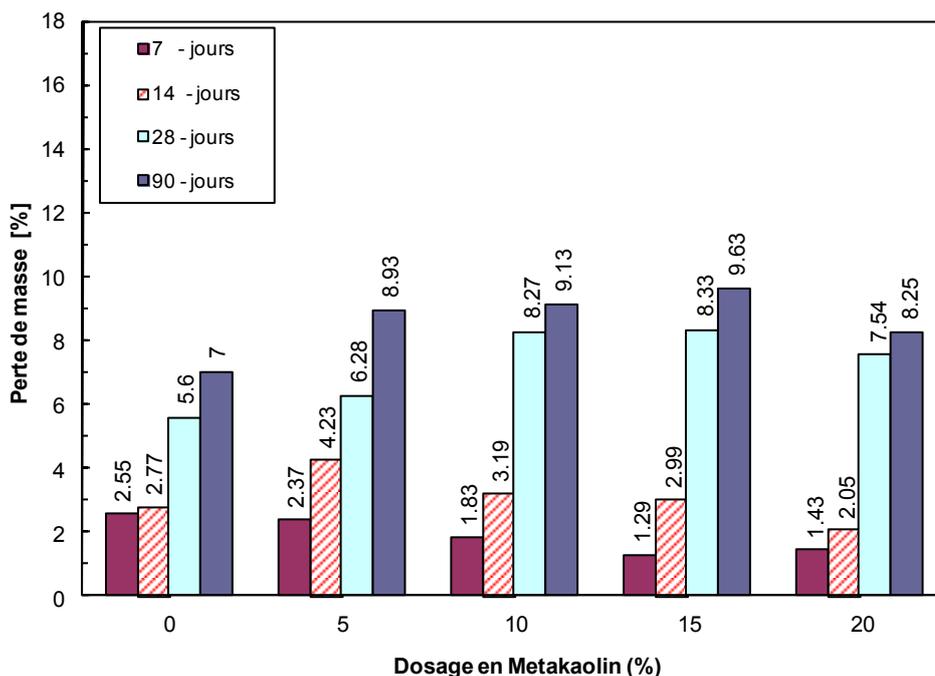


Figure 5.12 : Évolutions de la perte de masse du mortier immergée dans 3 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

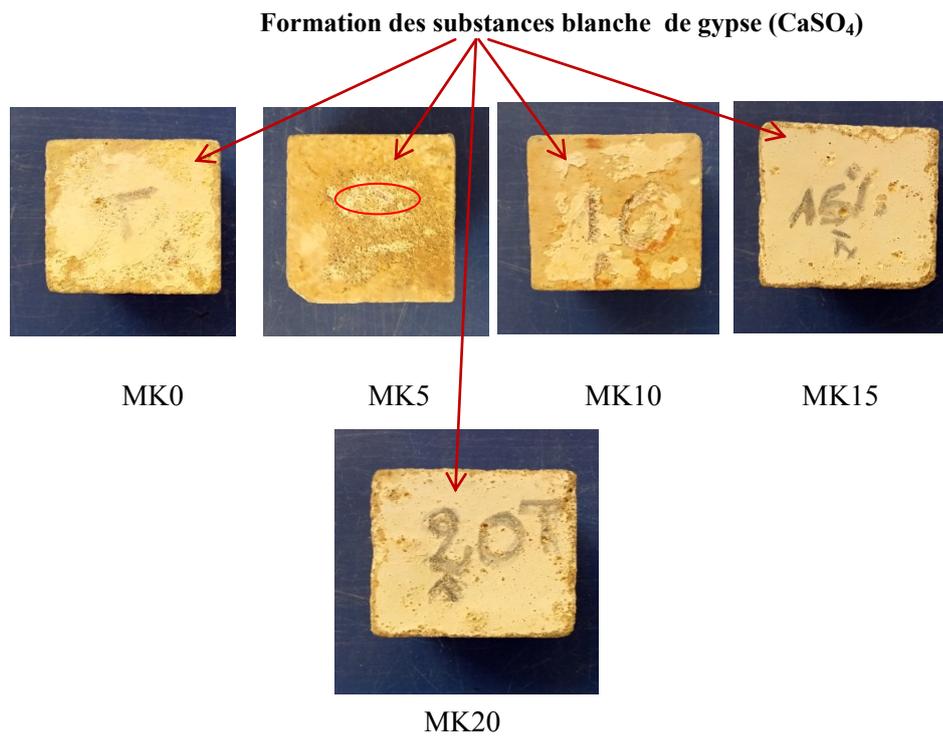
### b) Examine visuel

L'inspection visuelle des échantillons de mortier en contact avec les solutions d'acide sulfurique, avec le procéder aux essais de suivre la perte de la masse, est un autre moyen pour évaluer la performance du mortier vis-à-vis aux agressions chimiques. La détérioration des propriétés physiques et les dégradations de l'aspect extérieur des éprouvettes et peut nous fournir des informations intéressantes, dans le cadre d'une approche comparative.

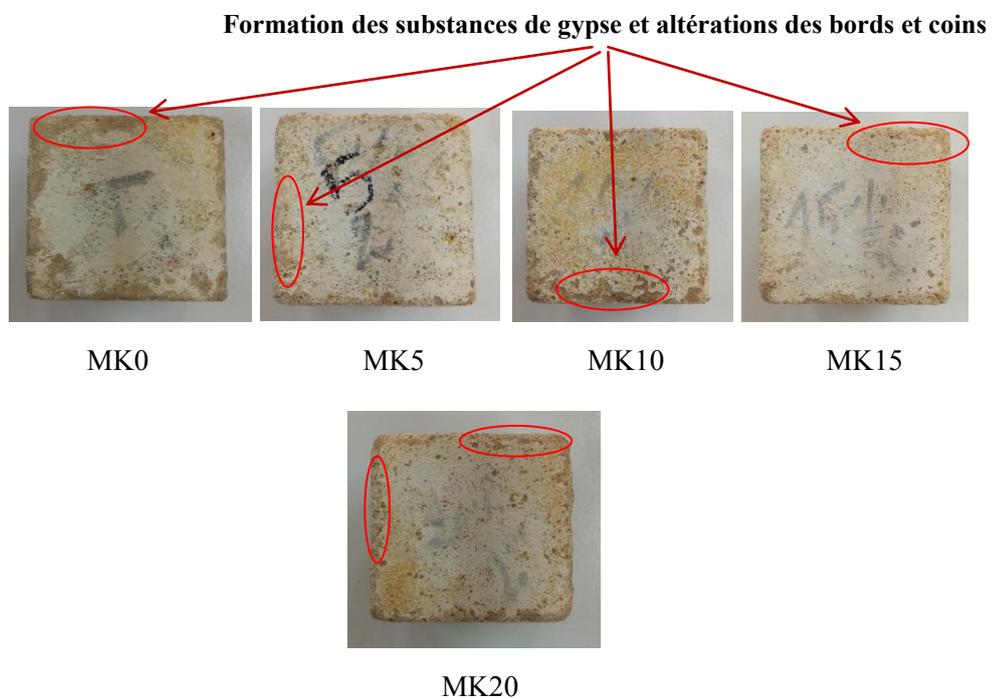
Des images ont été prises pour évaluer, les signes de détérioration extérieure des éprouvettes de mortier exemples l'altération, la fissuration et le ramollissement après leurs conservations dans la solution d'acide sulfurique. Les figures (3.13, 3.14 et 3.15) montrant respectivement l'état des cubes (50x50x50) mm<sup>3</sup> des différents mortiers à l'âge de 90 jours, conservés dans la solution d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de concentration (0,5 %, 1 % et 3 %) respectivement pendant 90 jours. Pour les l'échantillon de mortier conservés dans la solution d'acide sulfurique de faible concentration (0,5%) figure (5.13), aucun des spécimens de mortier étudié a montré des signes de détériorations importantes, bien qu'il soit observé qu'une petite quantité de substance blanche indique la formation du sulfate de calcium (CaSO<sub>4</sub>H<sub>2</sub>O) a été déposée sur leur surfaces qui se forme suite à la réaction entre la portlandite libérée lors de l'hydratation du ciment et l'acide sulfurique selon la réaction

chimique (1). La couche du gypse précipitée est facilement lixiviée ce qui peut expliquer l'augmentation plus perceptible de la perte de masse de l'échantillon de mortier contenant 5% de MK. En conséquence, on peut conclure que l'immersion dans de solution d'acide sulfurique de concentration (0,5%  $H_2SO_4$ ) pour une durée d'exposition de 90 jours n'a pas affecté considérablement la détérioration de l'échantillon de mortier, et cela quel que soit le taux de la substitution du ciment par de métakaolin. En revanche, pour les échantillons de mortier exposés à 1 % de la solution d'acide sulfurique pour une durée de conservation 90 jours (figure 5.14), Les résultats de l'examen visuels ont montrant différents observations, la formation d'une couche blanchâtre de cristaux de gypse plus ou moins épaisse sur la surface de les échantillons de mortier contenant du métakaolin , nous pouvons constater que les échantillons de mortier sans métakaolin ont montré un niveau de détérioration comparable a celle du mortier témoin. L'altération des échantillons est présentée par un déchaussement des grains de sable qui caractérise particulièrement les bords et les coins de l'échantillon de mortier.

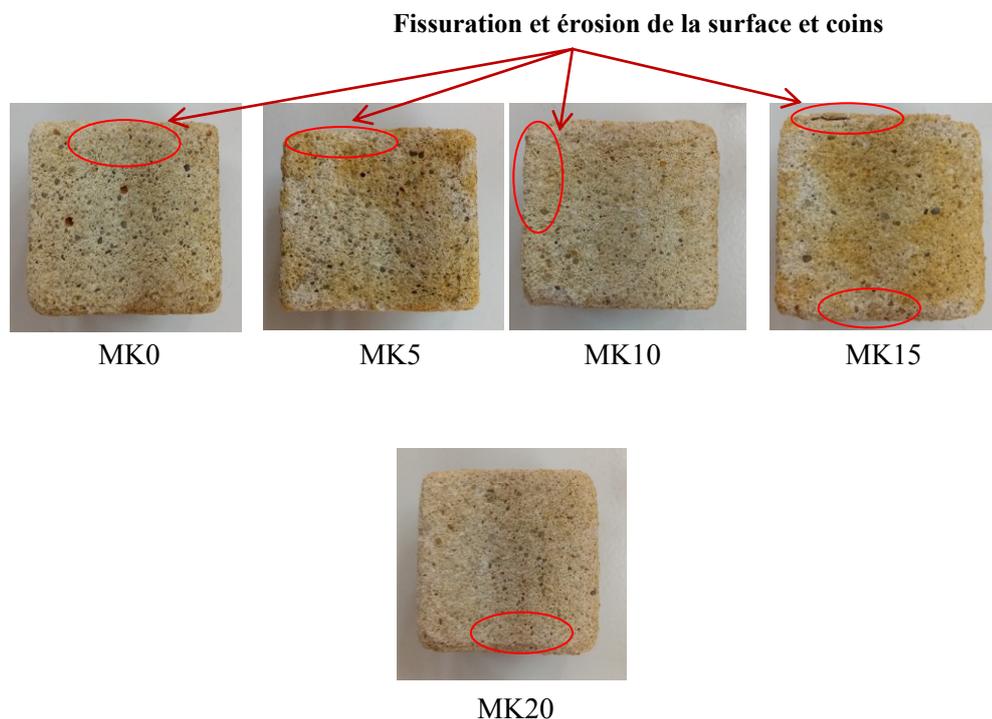
D'autre part, l'examen visuel de l'état des échantillons de mortier figure (5.15) conservés dans une solution de concentration d'acide sulfurique (3%  $H_2SO_4$ ) pendant 90 jours a montré un niveau d'altération plus significatif comparativement à ceux exposés à une solution d'acide sulfurique de concentration 0,5% et 1%  $H_2SO_4$  respectivement. En effet , les échantillons du mortier incorporant du métakaolin qui ont montré à partir de 14 jours des pertes des masses relativement plus élevé en comparant au mortier sans de métakaolin, ont montré des signes de détériorations plus visibles avec l'augmentation de taux de substitution du ciment par du métakaolin . comprise une érosion de surface de mortier les grains de sable deviennent déchausse apparents due a lixiviation de constituants de la pâte de ciment , de plus on observe la formation des fissures le long du bords de l'échantillon de mortier contenant de MK qui aurait due a la formation d'ettringite expansive dans les pores du mortier entraînant l'apparition de fissures. On peut donc conclure, par la voie examen visuel que a pour de taux élevé de substitution du ciment par du métakaolin, et pour de concentration relativement élevée d'acide sulfurique (3% $H_2SO_4$ ), l'acide sulfurique affecte négativement la durabilité du mortier à base de ciment portland contenant de MK.



**Figure 3.13:** Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique 0,5 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$



**Figure 5.14:** Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique 1 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$



**Figure 5.15 :** Examine visuelle des échantillons exposée au acide sulfurique 3 %  $H_2SO_4$

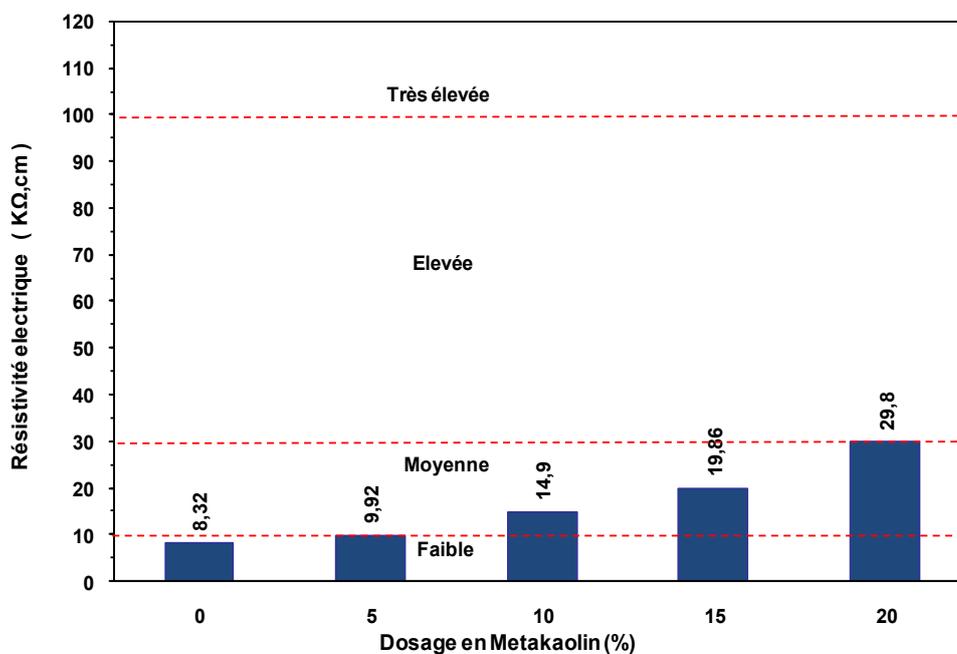
### 5.7. Résistivité électrique

La figure (5.16) montrer les valeurs de la résistivité électrique du béton à base de ciment sans et avec métakaolin âgés de 180 jours. Il est claire de remarqué d'après la classification de l'AFGC, 2004 ([Association Française de Génie Civil](#)) [158], que la résistivité électrique demeure dans la classe de durabilité potentielle faible pour le béton témoin sans métakaolin. Alors qu'elle passe de la classe faible à élevée dans les bétons incorporant différents taux métakaolin. La résistivité élevée des bétons à base de ciment avec métakaolin traduit une forte résistance à la corrosion et exprime une classe de durabilité potentielle élevée. Les résultats de la résistivité électriques sont en concordance avec ceux de la porosité qui reflètent une bonne performance à la résistance à la corrosion. Les fortes résistivités électriques des bétons contenant de métakaolin sont les résultats de l'effet physique (effet filler) et chimique (réaction pouzzolanique) de métakaolin. En effet, la réaction chimique qui ce établir entre les constituent active de métakaolin avec

l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca(OH)}_2$  produit des hydrates supplémentaire C-S-H, C-A-H, C-A-S-H [35,42,43]. Ces nouveaux hydrates formés entraînent une densification de la matrice cimentaire, et une diminution de la perméabilité, et donc une meilleure résistance du béton à la migration des ions chlorure et par conséquent une meilleure résistance à la corrosion (Sabir et al. [155] ; Caldarone et al. [55], Malhotra[156]). De même Whiting [Whiting et al. [154]), rapportant que l'incorporation des additions minérales hautement réactive telle que le métakaolin et la fumée de silice dans le béton et due a leur effet pouzzolanique et propriétés physique, ces matériaux contribuant d'améliore la microstructure de la matrice cimentaire, et réduise la concentration et la mobilité des ions dans la solution de pore et par conséquent ils exercent une influence sur la résistivité électrique du béton. Dans la plupart des cas, ces matériaux créent une distribution de grandeurs plus fine de pore et abaissent la concentration ionique, ce qui engendre à une résistivité électrique plus élevée qu'un béton normal à base de ciment portland Whiting et al.[154]. En revanche, il est important de noter que la résistivité électrique augmente de façon importante avec l'augmentation de taux d'incorporation de métakaolin dans le béton puisqu'il est clair de remarquer que la résistivité de béton incorporant 20% de MK est plus élevée que celle de béton contenant 15% du MK. Ce qui suggère une augmentation de la durabilité avec l'augmentation le taux d'incorporation de métakaolin. Ces résultats sont en parfait accord avec ceux de Parande et al.[82] ; Mehmet Gesoglu [136] qui ont montré que la résistivité électrique du béton augmente progressivement avec le taux d'incorporation de métakaolin. De même Batis et al. [23] ; Raj et Al. [84] concluent que le MK a pour effet anticorrosif positif. La tendance globale qui se dégage de ces résultats est que le métakaolin se comporte de façon similaire à la fumée de silice en termes de bonne résistance à la corrosion. Ce qui suggère donc que le métakaolin peut être convenablement utilisé dans les ouvrages construits en site maritime au risque de corrosion est potentiellement élevé.

**Tableau 5.2 :** Classes de durabilité avec les limites indicatives de la résistivité électrique (AFGC, 2004) [158]

Résistivité (K $\Omega$ .cm)	Classe de durabilité potentielle
< 5.0	Très faible
5.0 - 10.0	Faible
10.0 - 25.0	Moyenne
25.0 - 100.0	Élevée
>100.0	Très élevée



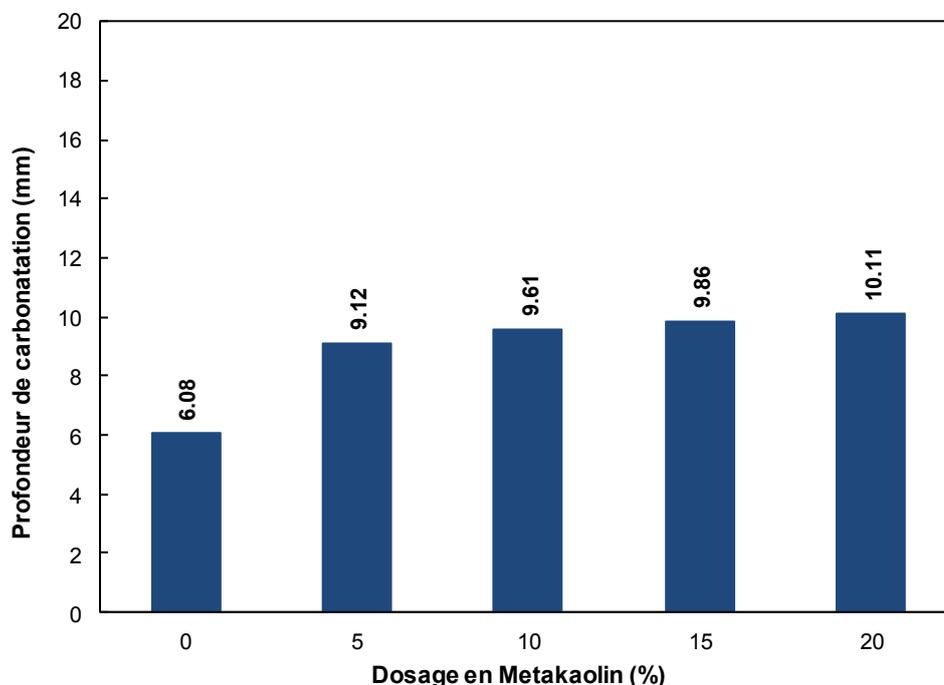
**Figure 5.16 :** Résistivité électrique du béton en fonction du teneur de substitution de ciment par du métakaolin après 180 jours d'hydratation

### 5.8. Résistance à la carbonatation

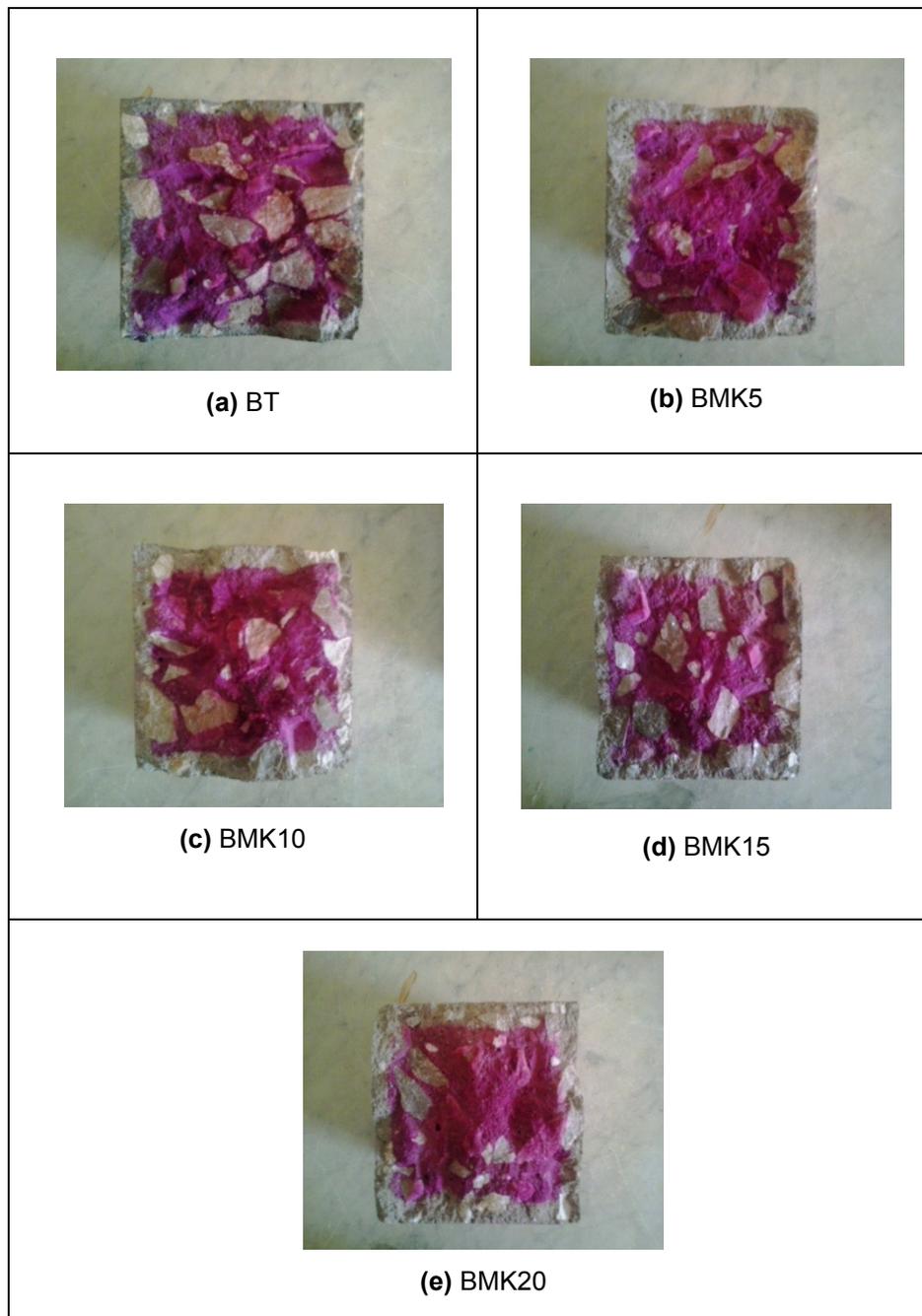
La carbonatation est un phénomène naturel de dissolution du dioxyde de carbone présent dans l'air avec un taux moyen de 0,035 % en volume suivi d'une réaction avec les produits d'hydratation du ciment, essentiellement la portlandite, pour former des carbonates de calcium. Cette réaction entraîne la consommation de bases alcalines présentes dans la solution interstitielle des bétons aboutissant une diminution du pH qui passe d'une valeur de 13 une valeur inférieure 9, qui a pour conséquence la dépassivation des barres d'armatures ce qui peut nuire à la durabilité du béton. Par ailleurs, les ajouts cimentaires sont connus pour consommer une partie de la Portlandite et de former de nouveau C-S-H. De plus, de nombreuses études [78, 79,80] ont montré que la cinétique de la carbonatation est plus élevée dans les bétons avec ajouts classiques que dans les bétons témoins.

Afin d'évaluer la résistance à la carbonatation, de bétons incorporant 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin ont été soumis à un essai de carbonatation naturelle. Après préparation, les spécimens ont été exposés à l'environnement normal de la carbonatation à l'intérieur de laboratoire avec une température moyenne de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et humidité relative de  $50 \pm 5\%$  pour plus de trois ans. Après 3 ans de période d'exposition, les éprouvettes du béton sont brisées en utilisant l'essai brésilien. La profondeur de carbonatation est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse – jauge de profondeur (1/10 mm) après avoir pulvérisé l'échantillon fraîchement fracturé d'un indicateur coloré de pH, la solution de phénolphthaléine 1%. Les parties colorées en rose sont saines alors que les parties incolores sont carbonatées. Les résultats obtenus montrent que la profondeur de carbonatation augmente avec le taux d'incorporation de métakaolin Figure (5.17). Néanmoins, le béton témoin sans du métakaolin qui a marqué une profondeur de carbonatation la plus faible résiste mieux à la carbonatation contrairement au béton avec métakaolin. Par ordre croissant de bonne résistance à la carbonatation, on peut classer les bétons comme suit : béton incorporant 20 % de métakaolin < béton incorporant 15 % de métakaolin < béton incorporant 10% de métakaolin < béton incorporant 5% de métakaolin < béton de référence sans métakaolin. La forte carbonatation de béton incorporant du métakaolin comparativement au béton témoin sans métakaolin serait liée à la faible quantité de portlandite dans les bétons contenant du métakaolin. En effet, la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  l'élément le plus vulnérable à la carbonatation se trouver consommé par la réaction

pouzzolanique de métakaolin, donc la faible quantité restante est rapidement carbonatée. Ces résultats sont accordés en parfait avec ceux de [Kim et al.\[58\]](#) qui montrant que la profondeur de la carbonatation des bétons augmente avec l'augmentation de contenu de métakaolin, et aussi avec l'âge. De même, [Jones et al.\[78\]](#) ont étudié l'évolution de la profondeur de carbonatation du béton durci jusqu'à que 2 ans. Les résultats ont indiqué que la profondeur de carbonatations a augmenté avec l'augmentation du contenu de métakaolin. De même, [McPolin et al. \[79\]](#) ont également démontrant que les additions ultrafines telles que les cendre volante et de fumée de silice et métakaolin est moins performantes à la carbonatation que celle de béton à base de ciment portland.



**Figure 5.17** : Profondeurs de carbonatation du béton, pour différentes teneurs de substitution de ciment par MK après 3 années d'exposition à la carbonatation naturelle



**Figure 5.18 :** Profondeurs de carbonatation du béton pour différentes teneur de substitutions du ciment par MK pour 3 ans d'exposition à la carbonatation naturelle

## 5.9. Conclusion de chapitre 5

Les résultats obtenus de ce chapitre nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- Cette étude a démontré que l'incorporation du MK dans le mortier influé significativement sur le retrait de séchage et gonflement à l'eau d'intensité différente. Le mortier avec du MK a montré des déformations de retrait et gonflement inférieurs par rapport au mortier témoin. La réduction de retrait est plus grande pour de la teneur de remplacement plus élevé de métakaolin. D'autre part, la réduction des déformations du retrait pour long terme au-delà 120 jours ne semble pas être influencée significativement par le taux d'incorporation du MK. Les mortiers contenant du métakaolin ont montré une bonne performance au gonflement à l'eau, que celle du mortier témoin, il convient de noter aussi que l'augmentation de taux de remplacement du ciment portland par du métakaolin conduit à une augmentation de l'intensité du gonflement reflète ainsi la nature gonflant de certains hydrates de métakaolin.
- Le béton contenant du métakaolin présenté une porosité, inférieure par rapport au béton sans du métakaolin. La porosité à l'eau du béton incorporant du MK varie de (6,93 % à 8,41 %), tandis que le béton témoin présente une porosité totale (12,50 %).
- La résistance a la perméabilité a l'air du béton incorporant jusqu'à 15 % MK à 28 jours est classé comme assez bonne selon la classification propose par [Catheret et al \[153\]](#) A 56 jours, le béton de référence et le béton incorporant 20 % de métakaolin demeurent toujours dans la gamme de classe moyenne, et le béton incorporant 5 % à 15 % du métakaolin dans la gamme de classe assez bonne. Lorsque la période de cure de béton est prolongée jusqu'à l'âge de 90 jours, tout le béton, montre une résistance assez bonne à la perméabilité à l'air. En revanche, l'optimum de la résistance à la perméabilité à l'air a été obtenu par l'incorporation de 15 % MK dans le béton à 90 jours.
- L'incorporation du MK dans le mortier a pour effet négatif sur la résistance chimique du mortier lorsque il exposée à la solution de sulfate de magnésium. Par contre l'addition du MK dans le mortier en substitution partielle du ciment a pour effet très bénéfique sur l'amélioration de la résistance chimique du mortier vis- à- vis au sulfate de sodium. La résistance au sulfate sodium est d'autant plus meilleur que la

teneur de substitution de ciment par du MK est élevée. Il est observé que le meilleur résultat est obtenu pour de taux de substitution de ciment par 20 % MK.

- Les résultats ont démontré que l'incorporation du MK dans le mortier a pour effet négatif sur la performance du mortier lorsqu'il est exposé à l'acide sulfurique. L'intensité de détérioration des éprouvettes de mortier incorporant du MK est plus sévère avec l'augmentation de la concentration de la solution d'acide sulfurique. Cela est attribué à la formation de gypse secondaire et d'ettringite secondaire par l'attaque d'acide sulfurique qui génère une expansion. Les contraintes développées lors de la formation de gypse et d'ettringite secondaire peuvent conduire à une expansion significative. Cela peut être lié aussi à la décalcification et la perte de propriétés liantes du gel C-S-H et C-A-S-H.
- L'augmentation de la teneur d'incorporation du MK dans le béton a pour effet d'augmenter la profondeur de carbonatation du béton. Cela est probablement attribué à la teneur en portlandite. En conséquence, plus la teneur en portlandite sera faible dans le matériau (cas des bétons qui contiennent des métakaolins puisque la portlandite est consommée par les réactions pouzzolaniques), plus le front de carbonatation avancera rapidement. En revanche, le résultat de la résistivité électrique révèle que plus la teneur d'incorporation de métakaolin dans le béton augmente, la résistivité électrique augmente aussi. Ainsi, on peut conclure que le MK a pour effet anticorrosif.

## Chapitre 6 :

---

### **RESULTATS DE LA PHASE IV: ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DE BETON AVEC ET SANS METAKAOLIN**

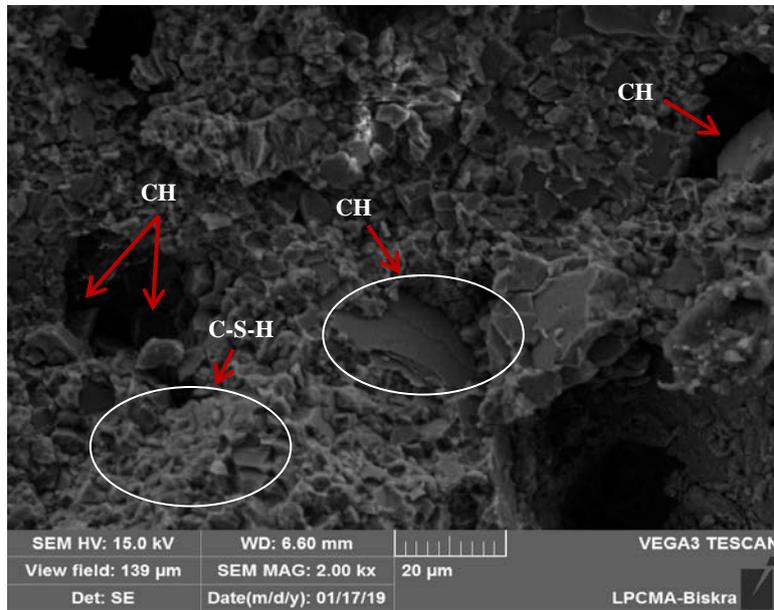
#### **6.1. Introduction**

L'objectif de cette phase est d'étudier la microstructure du béton avec et sans métakaolin afin que nous puissions interpréter la contribution de l'utilisation de métakaolin sur les propriétés physico-mécaniques et la durabilité du béton vis-à-vis à l'environnement agressives. En effet, il est bien confirmé par les résultats obtenus précédemment et par plusieurs recherches que la plupart des propriétés mécaniques à savoir la résistance à la compression et résistance à flexion, module d'élasticité et la durabilité du béton est nettement influencée par l'incorporation du métakaolin. La majorité de ces investigations, en démontrent que l'amélioration des propriétés mécaniques et la durabilité des bétons en présence MK est liée d'une part, à leur effet physico-chimique et chimique et d'autre part à leur effet microstructurale. En effet, la microstructure du béton et en particulier leur structure poreuse, conditionne non seulement les propriétés mécaniques, mais également celles liées à la durabilité. Il apparaît donc indispensable de caractériser de manière la plus exacte possible la microstructure du béton. La microstructure du béton a été étudiée en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB) et par diffractions des rayons X (DRX).

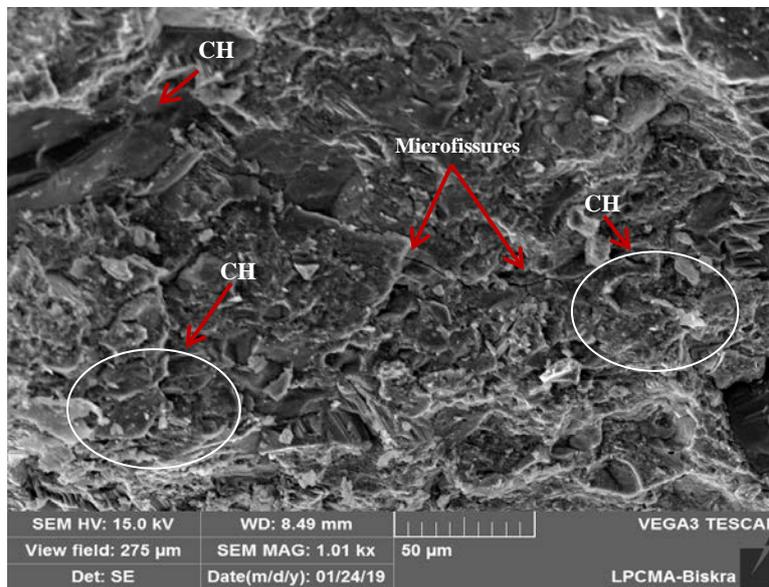
## 6.2. Observations microscopiques

Les figures 6.1 (a, b, c<sub>1,2</sub>, d<sub>1,2</sub>, e) présentes les micrographies obtenues au MEB pour des échantillons en béton durci âgé de 180 jours à base de ciment Portland seul, et incorporant différentes teneurs du métakaolin (5, 10, 15 et 20 %). Il est possible d'observer en premier temps que la microstructure de béton à base de ciment Portland seul est caractérisée par la présence d'une quantité importante des cristaux de portlandite (CH). Ainsi, l'hydroxyde de calcium  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  se présente sous forme d'empilement attaché avec C-S-H (Fig.1 a). De plus, l'hydroxyde de calcium (CH) se présente sous forme des grandes plaquettes simples et sous forme d'empilements des plaquettes plus petites et plus minces remplissent partiellement quelques pores capillaires de béton durci. En deuxième temps, il est possible d'observer pour les bétons contenant de MK, que l'incorporation de métakaolin dans le béton a pour effet significatif sur l'apparition des cristaux CH, la dimension et le nombre de cristaux de CH sont nettement diminuer. Les cristaux d'hydroxyde de calcium CH ont été largement remplacés par des plaques plus minces et plus petite disposée seule ou sous forme d'empilements séparés par le gel du silicate de calcium hydrate (C-S-H).

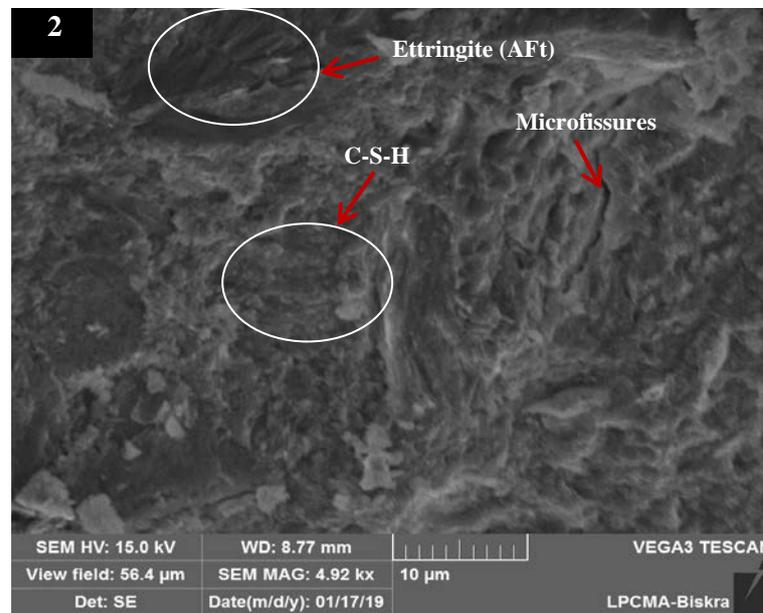
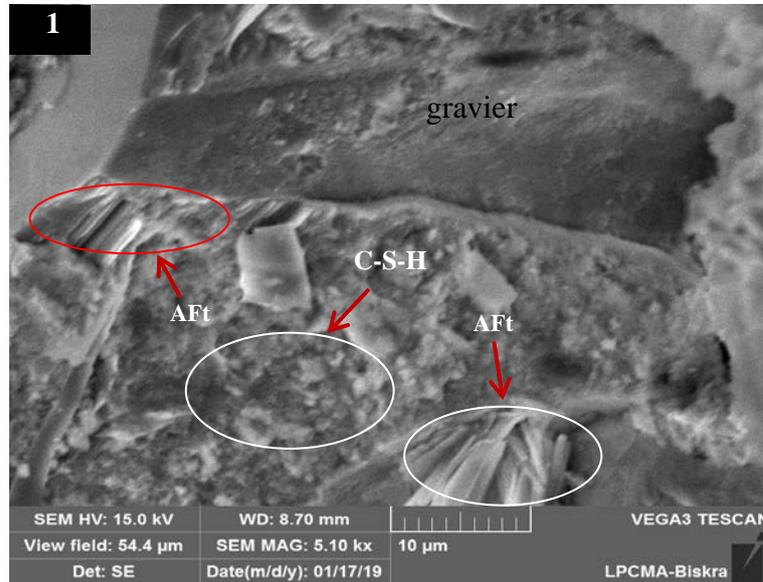
Par ailleurs, l'examen de la microstructure des échantillons de bétons à base de ciment seul et contenant de métakaolin, montre que le béton contenant de MK est caractérisée par une microstructure très dense comparant à celle d'échantillons de béton à base de ciment Portland seul. Nous pouvons observer pour le béton contenant de métakaolin, diminution du volume et taille des pores due à la formation des nouveaux hydrates supplémentaire silicate de calcium hydrate (C-S-H), lié à la consommation d'hydroxyde de calcium par la réaction pouzzolanique du métakaolin. Cela peut être expliqué d'une partie, les propriétés mécaniques élevées enregistrées pour le béton incorporant des taux élevés du métakaolin. En revanche, pour le béton contenant de 10 % et 15% de métakaolin nous notons la présence des cristaux de l'ettringite qui se trouve bien cristallisé à l'interface pate de ciment-graviers et dans certains pores capillaires. Ainsi, des microfissures ont été observées pour le béton incorporant 5 %, 10 % et 15 % de MK (Fig 6.1 : b, c<sub>2</sub>, d<sub>1</sub>), cela est probablement dû à la préparation de l'échantillon de béton lors de l'examen par MEB.



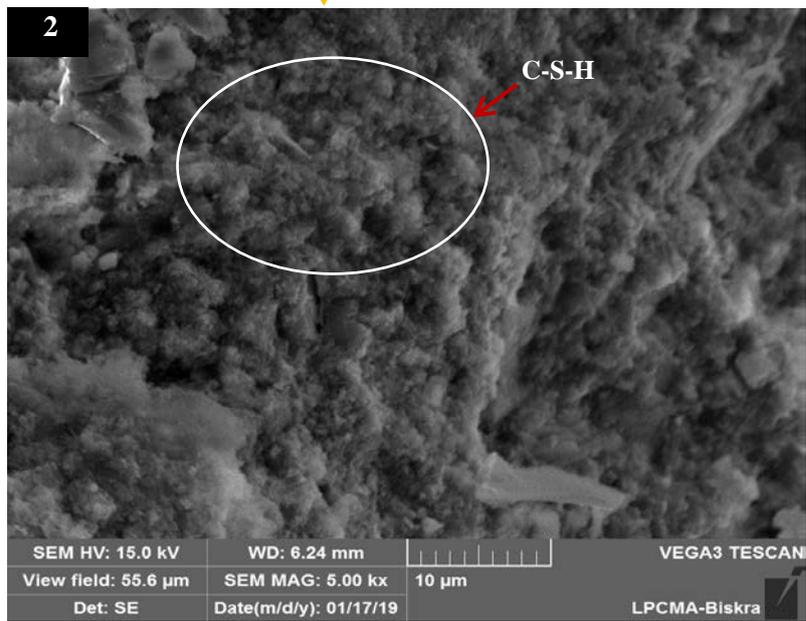
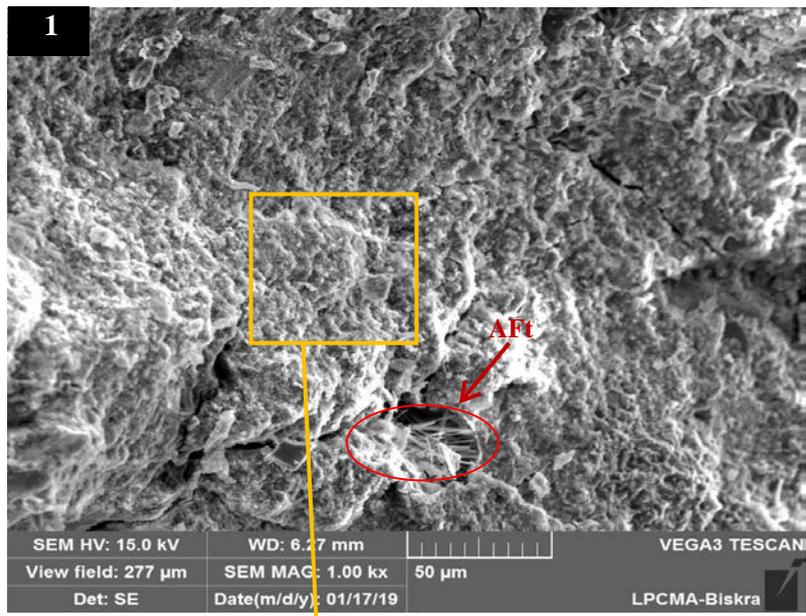
(a)



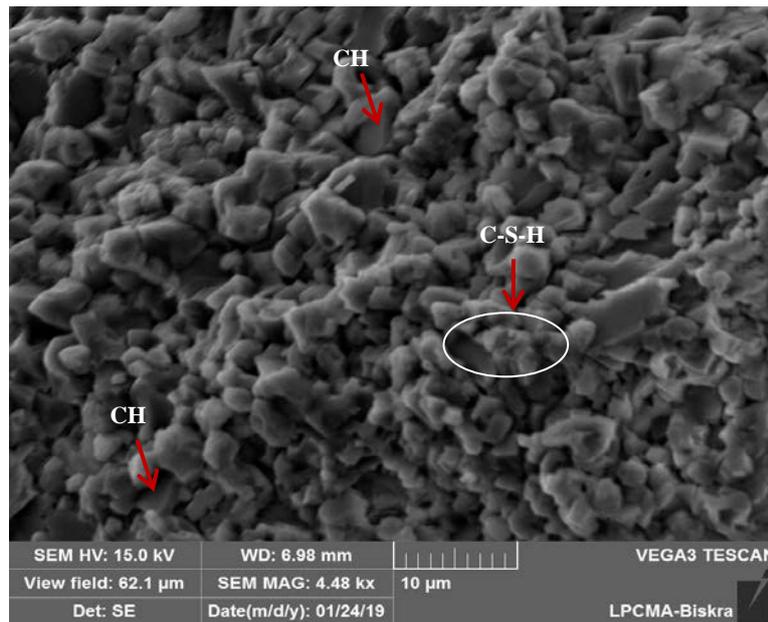
(b)



(c)



(d)



(e)

**Figure 6.1:** Photos de micrographies au MEB des échantillons des bétons : (a) béton témoin, (b) :béton incorporant 5% de métakaolin, ( $C_{1,2}$ ) : béton incorporant 10% de métakaolin, ( $d_{1,2}$ ) :béton incorporant 15% de métakaolin ;(e) : béton incorporant 20% de métakaolin

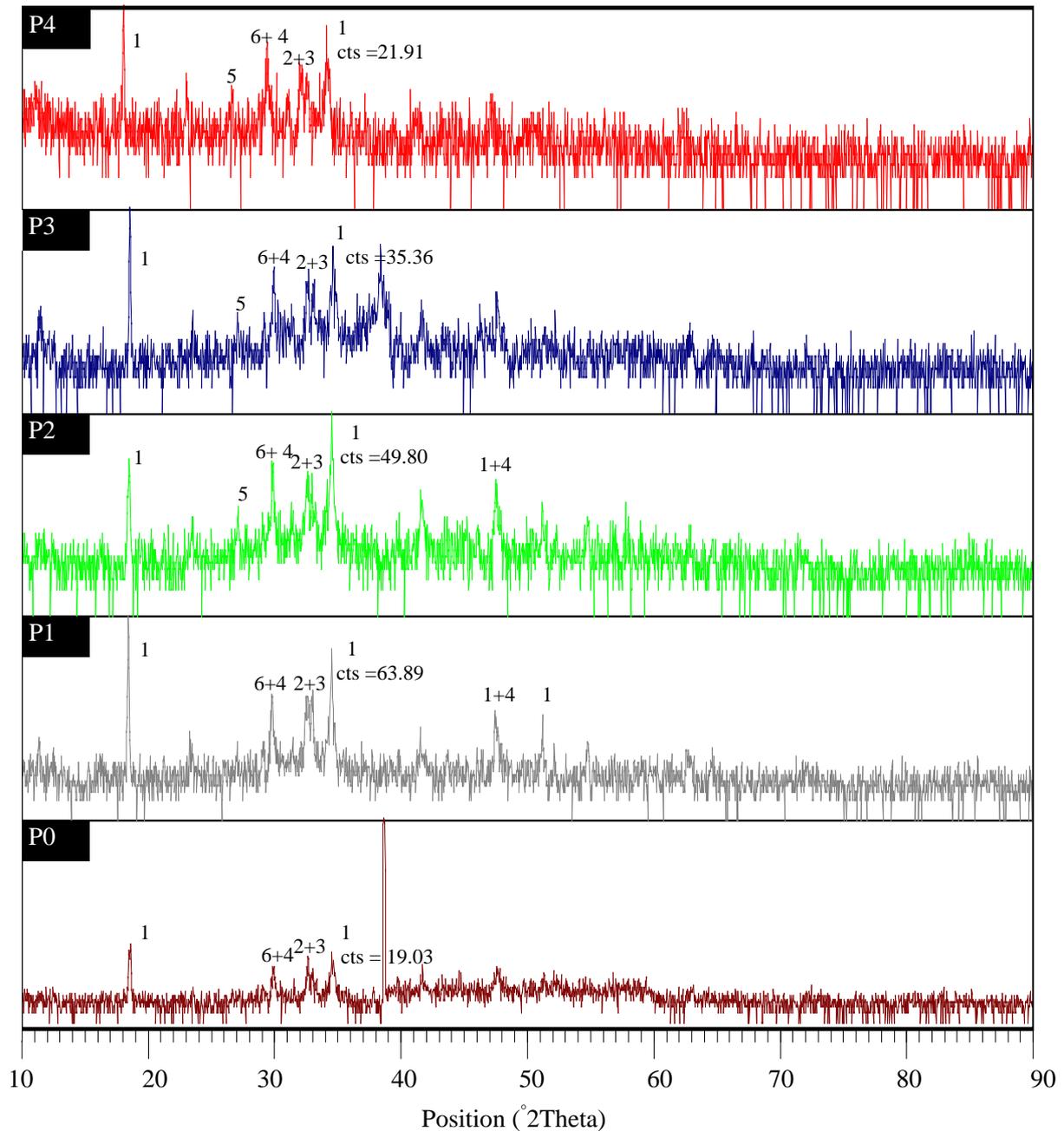
### 6.3. Diffraction des rayons X

Les figures : 6.2, 6.3, 6.4, et 6.5 représentent les diffractogrammes obtenus à 3, 7, 28 et 90 jours pour des échantillons des pâtes du ciment hydraté, à base de ciment Portland seul et contenant : 5 %, 10 %, 15 % et 20 % du métakaolin respectivement. Avant, 7 jours d'hydratation, on peut observer en premier temps une diminution de l'intensité des pics principaux des constituantes de ciment anhydre en particulier les silicates ( $C_3S$  et  $\beta-C_2S$ ), et l'apparition d'hydroxyde de calcium (CH) et de silicate de calcium hydraté (C-S-H) caractérisent le début d'hydratation des silicates. En deuxième, temps on peut observer que l'intensité des pics principaux caractérise l'hydroxyde de calcium (CH) ( $2\theta = 34,07^\circ$  et  $2\theta = 18,02^\circ$ ) dans la pâte cimentaire hydratée à base de ciment seul est plus faible comparant à celle des pâtes cimentaires avec du métakaolin, ce qui est attribuable principalement de l'effet physique du métakaolin. En effet, la présence des particules fines de métakaolin dans la matrice cimentaire tend à augmenter les nombres de sites de nucléation ce qui a pour effet d'accélérer l'hydratation de silicates ( $C_3S$  et  $\beta-C_2S$ ) [35] [178] et favorise la formation des cristaux de CH et la précipitation de C-S-H.

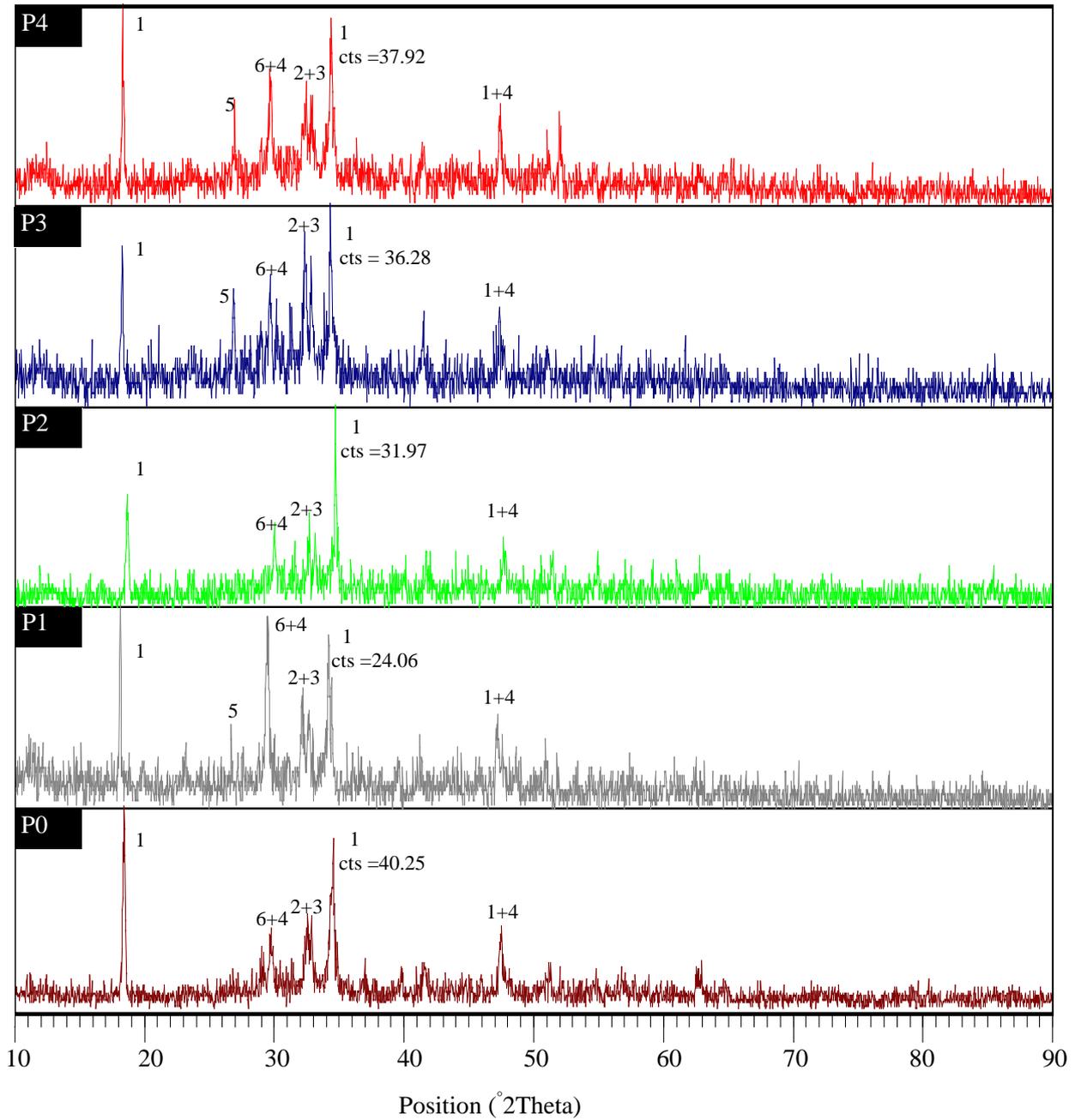
À partir de 7 jours d'hydratation, on peut remarquer que les pics caractéristiques de la portlandite (CH) commencent à diminuer dans les pâtes avec du métakaolin, preuve du début d'amorçage de la réaction pouzzolanique du métakaolin. En effet, sur les diffractogrammes des pâtes à base de ciment Portland avec du métakaolin, l'intensité des pics principaux et mineurs de la portlandite (CH) est plus faible que celle de pâte de ciment seul due à la consommation de la portlandite par du métakaolin. Par ordre décroissant d'intensité de pic de portlandite, on peut classer les mélanges comme suit : pâte de ciment seul. < pâte de ciment incorporant 20 % du métakaolin < pâte de ciment incorporant 15 % du métakaolin < pâte de ciment incorporant 10 % du métakaolin < pâte de ciment incorporant 5 % du métakaolin. Toutefois, on observe que l'écart entre l'intensité de pics principaux de la portlandite (CH) de la pâte de ciment seule et ceux des pâtes contenant du métakaolin est relativement faible à cet âge, cela est lié d'une part à la vitesse de la mise en dissolution des constituants active de notre métakaolin et d'autre part à la quantité de portlandites en solution à cet âge. Par ailleurs, l'analyse de diffractogramme de la pâte de ciment sans MK montre une diminution de l'intensité de pic principal de  $C_3S$  ( $2\theta = 32,9^\circ$ ) et de pic principal de  $\beta-C_2S$  ( $2\theta = 32,12^\circ$ ) et une légère augmentation C-S-H (identifiable, sous forme d'un halo  $2\theta = 27,0^\circ$  à  $2\theta = 33,0^\circ$ ), et de la portlandite (CH) due à la poursuite d'hydratation.

À 28 jours, comme à 90 jours d'hydratation on peut observer clairement que l'écart entre l'intensité des pics caractéristiques de la portlandite dans les pâtes contenant du MK, et celle à base de ciment Portland seul devenant plus significative principalement pour des teneurs élevée de substitution de ciment par du métakaolin. Ce qui confirme la consommation de la portlandite par du métakaolin aux âges plus avancés, cela permet de comprendre l'amélioration impressionnée des performances mécaniques des mélanges avec MK qui dépassent ceux du mélange témoin à partir de 28 jours d'hydratation. Par ailleurs, on peut observer que la diminution de l'intensité de (CH) est accompagnée par l'apparition de C-S-H et C-A-H (identifié avec un pic pointu à  $2\theta = 11,72^\circ$  ( $d=7,54 \text{ \AA}$ )) dans les pâtes de ciment incorporant du métakaolin. En effet, la réaction pouzzolanique du métakaolin conduit à la consommation de la portlandite en profit de la formation de silicates de calcium hydraté C-S-H supplémentaire, ainsi à la formation des hydrates cristalline aluminates silicates de calcium hydraté  $C_2ASH_8$  (stratlingite), et  $C_3AH_6$  (hydrogarnet) et  $C_4AH_{13}$  (tetracalcium aluminate hydrate) [35,41-43]. En revanche, l'analyse de diffractogrammes à 90 jours des pâtes contenant 15% et 20% de MK a montré

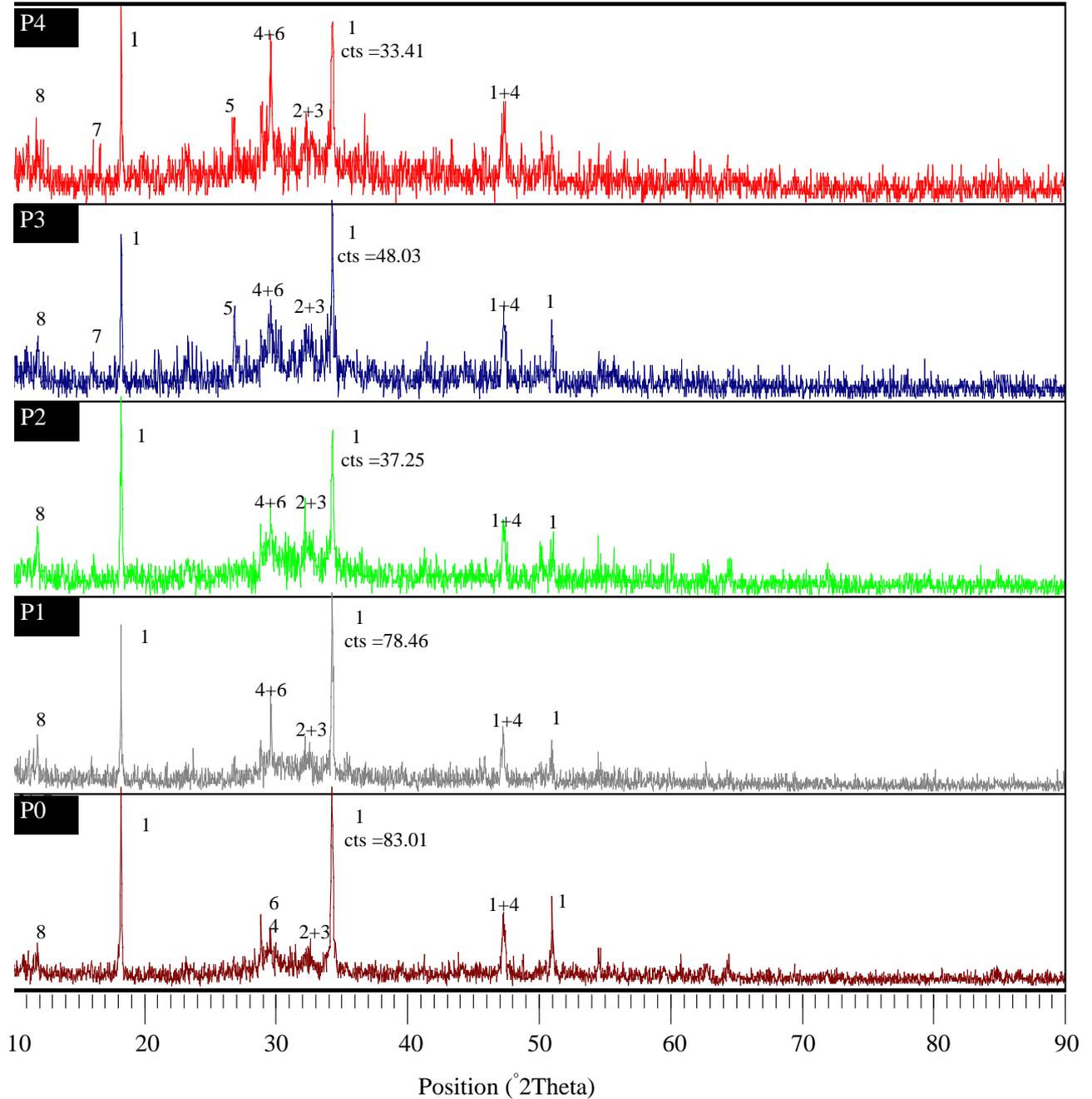
la présence des traces de stratlingite ( $C_2ASH_8$ ) (identifié avec un pic pointu à  $2\theta = 31,05^\circ$ ), de plus l'analyse de diffractogrammes montre la présence toujours des traces d'anhydres ( $C_3S, \beta-C_2S$ ), ce qui signifie que l'hydratation n'est pas totale à cette échéance.



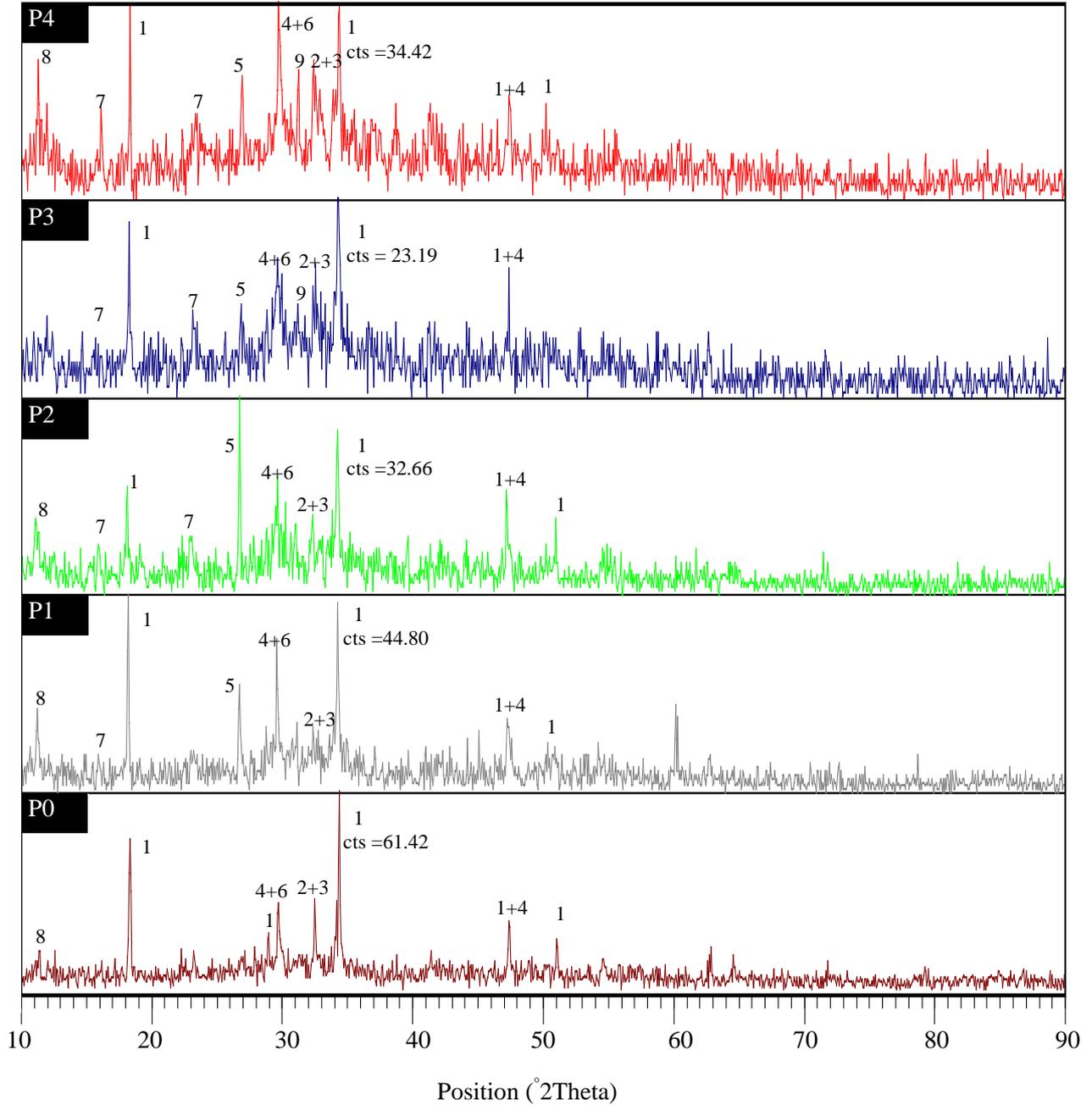
**Figure 6.2 :** Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul P0 et des pâtes P1, P2, P3 et P4 contenant 5%, 10%, 15% et 20% du métakaolin respectivement après 3 jours d'hydratation. (1 : CH, 2 :  $C_3S$ , 3 :  $\beta-C_2S$ , 4 :  $CaCO_3$ , 5 : Quartz ( $SiO_2$ ), 6 : CSH )



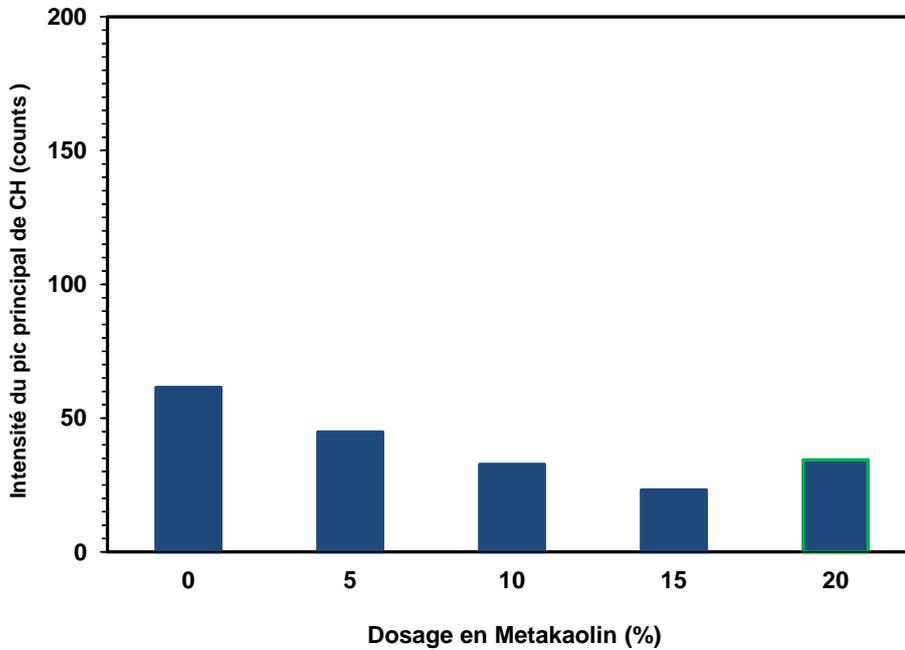
**Figure 6.3 :** Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0) et des pâtes contenant et des pâtes P1 , P2 ,P3 et P4 contenant 5% ,10%, 15% et 20 % de métakaolin respectivement après 7 jours d'hydratation. ( 1 : CH, 2 : C<sub>3</sub>S, 3 : β-C<sub>2</sub>S, 4 : CaCO<sub>3</sub>, 5 : Quartz (SiO<sub>2</sub>), 6 : CSH)



**Figure 6.4 :** Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0) et des pâtes contenant et des pâtes P1 , P2 ,P3 et P4 contenant 5% ,10%, 15% et 20 % de métakaolin respectivement après 28 jours d'hydratation. (1: CH, 2: C<sub>3</sub>S, 3: β-C<sub>2</sub>S , 4:CaCO<sub>3</sub>, 5: Quartz (SiO<sub>2</sub>) , 6: CSH , 7: Ettringite (AFt), 8: CAH (C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>))



**Figure 6.5 :** Diffractogrammes X de la pâte de ciment seul (P0), et des pâtes et des pâtes P1 , P2 ,P3 et P4 contenant 5% ,10%, 15% et 20 % du métakaolin respectivement après 90 jours d'hydratation. (1: CH, 2: C<sub>3</sub>S, 3: β-C<sub>2</sub>S, 4:CaCO<sub>3</sub>, 5: Quartz (SiO<sub>2</sub>), 6: CSH, 7: Ettringite (AFt), 8: CAH (C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>) 9: C<sub>2</sub>AS<sub>8</sub> )



**Figure 6.6 :** Variation de l'intensité du pic principal de la portlandite (CH) en fonction du teneur de substitution de ciment par du metakaolin après 90 jours d'hydratation

#### 6.4. Conclusion de Chapitre 6

Les résultats de cette partie de l'étude consacrée à la caractérisation microstructurale de béton témoin et incorporant du métakaolin. Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- l'observation au microscope (MEB) de la microstructure de béton incorporant de métakaolin a révélé que l'homogénéité de ce dernier est fortement améliorée en ajout de métakaolin, cela a été principalement attribué aux effets de remplissage des pores ainsi qu'à la densification de la microstructure liée à la réaction pouzzolanique du métakaolin.
- Les analyses de la microstructure du béton ont démontré que la présence du métakaolin dans les mélanges de béton a pour effet réduit la quantité de la portlandite qui s'est formée au début du processus d'hydratation.

- Les diffractogrammes DRX montrent que les pics de la portlandite sont plus élevés dans les pâtes contenant de métakaolin que dans la pâte témoin, mais seulement à court terme ( $\leq 3$  jours). Ce qui confirme l'effet de nucléation qui pourrait avoir le métakaolin dans les mélanges étudié. Cette observation traduit aussi une activité pouzzolanique de métakaolin moins perceptible à jeune âge (7 jours), mais très importante à moyenne et à long terme.
- Les diffractogrammes DRX montrent la consommation de la portlandite d'autant plus importante que le taux l'incorporation de métakaolin est plus élevé. Ce qui explique en partie les meilleures performances mécaniques des bétons contenant du métakaolin.
- Les diffractogrammes DRX montrent la présence des traces des constituants anhydrides-ciment ( $C_3S$  et  $\beta$ - $C_2S$ ), même à près 90 jours ce qui expliquent la poursuite d'hydratation.

## **Conclusions Générales et Perspectives**

Des études récentes menées à l'université de Mohamed Khaider, au laboratoire de recherche en génie civil de Biskra (LRGC) sur l'effet des ajouts cimentaire (filler de calcaire, sable de dune, laitier, pouzzolane naturelle...etc.) sur les propriétés physico-mécaniques et durabilité du béton, ont montré que l'utilisation de ces ajouts cimentaires dans le ciment pour la fabrication des mortiers et bétons offrent des avantages économiques et écologiques indéniables. Dans ce contexte, le métakaolin est un ajout minéral très intéressant pas seulement dû à leur avantage économique et impact environnementale positif, mais aussi pour ses caractéristiques et des effets sur certaines propriétés du béton. Cependant, peu d'études ont été faites sur le comportement des mortiers à base de ciment au métakaolin local vis-à-vis des propriétés mécaniques et de durabilité à cause de non-disponibilité de cet ajout dans le marché algérien et aussi en raison de manque des données sur leur effet sur les propriétés du béton. Les objectifs de notre étude ont été l'étude la faisabilité de métakaolin fabriqué à partir de kaolin local comme ajout cimentaire, tout en essayant d'expliquer certains effets du métakaolin sur les propriétés de béton frais et durci.

- Notre étude nous a permis à conclure que le métakaolin obtenue à partir de la calcination du kaolin a température  $850\text{C}^\circ$  est satisfaisre à l'exigence de la norme (ASTM C 618 -12a) [34], et peut classe comme pouzzolane de classe N ;
- Nous avons vue également que l'incorporation du métakaolin dans le ciment conduit à une augmentation importante de la demande en eau et en superplastifiant pour avoir une consistance adéquate afin de défloculer les agglomérats et de maintenir une ouvrabilité du béton constante ;
- Les résultats de cette étude ont montré que l'incorporation du métakaolin contribué significativement a l'augmentation de la résistance à la compression, et qui dépende essentiellement de leur taux d'incorporation, et de rapport  $E/(C+MK)$  et l'âge de réalisation de l'essai compression. Il note aussi, que l'optimum de taux de substitution de ciment par du MK pour la résistance a la compression à jeune âge est 10 % MK, tandis que, a moyen et a long terme il entre 15 % à 20 % MK ;

- Les résultats de cette étude ont montré que la contribution du métakaolin à l'amélioration des propriétés mécaniques est plus remarquable à moyen et à long terme (28 et 90 jours) et moins importante à court terme. La faible amélioration de la résistance à jeune âge (7 jours) des mortiers incorporant du métakaolin est attribuée à la réactivité lente de métakaolin et aux effets de dilution, et d'augmentation du rapport (E/C) effectif ;
- L'optimum de taux de substitution de ciment par MK pour la résistance à la compression et à la flexion du béton varie en fonction de la teneur de remplacement de ciment par métakaolin et de l'âge. L'optimum de taux de substitution de ciment par du MK à 28 et à 90 jours pour la résistance à la compression de béton est obtenu pour une teneur de 15 % MK. Tandis qu'à long terme (180 jours) l'optimum pour la résistance à la compression est obtenu pour une teneur de 20 % de MK. Le gain maximal de la résistance en compression de béton est d'ordre 37 % obtenu à 180 jours par le béton contenant 20 % de MK, ce béton montre à 180 jours une résistance à la traction flexion est d'ordre de 13,37 % de sa résistance en compression ;
- L'optimum de taux de substitution de ciment par de MK à 90 et à 180 jours pour la résistance à la traction par flexion de béton est obtenu pour une teneur de 10 % et 15 % MK respectivement.
- Le module d'élasticité dynamique longitudinal et transversal et de torsion du béton contenant du MK diminue légèrement quand le taux de MK augmente à court terme ; cela est dû à l'effet de dilution de ciment par le métakaolin et à la réaction pouzzolanique du MK moins perceptible à court terme, tandis qu'à long terme l'augmentation de taux d'incorporation de MK tend à accroître légèrement les propriétés élastiques dynamiques ;
- À propos du module d'élasticité statique de béton, il a été constaté que le remplacement de ciment par métakaolin tend à accroître légèrement le module d'élasticité lorsque la teneur de remplacement de ciment par MK augmente ;
- Plusieurs propriétés caractérisant la durabilité du béton contenant du métakaolin ont été étudiées. En termes de variation dimensionnelle nous avons vu que le remplacement de ciment par du métakaolin diminue le retrait de séchage, et que la diminution est plus importante que la teneur de remplacement de ciment par métakaolin est élevée, cela est dû à la formation d'un réseau poreux plus fin dans le mortier contenant du métakaolin et

moins connecte qui résiste mieux au séchage que celui du mortier témoin sans métakaolin ;

- En terme, de gonflement, les résultats ont montre que le mortier avec de métakaolin est plus performant comparant au mortier de référence.
- Le béton incorporant du métakaolin est caractérisé par une porosité, inférieure à celle du béton à base de ciment portland à cause de la densification de la microstructure de béton par la métakaolin liée à la formation des nouveaux hydrates ;
- La performance vis-à-vis au sulfate de magnésium du ciment contenant du métakaolin est moins bonne en comparant a celle de ciment portland seul. Par contre, la résistance chimique du ciment avec métakaolin à vis-à-vis au sulfate de sodium est meilleure que celle de ciment portland seul. Il note que la résistance de ciment avec métakaolin au sulfate sodium est d'autant plus supérieur que la teneur de substitution de ciment par du MK est élevée. Il est observé que le meilleur résultat est obtenu pour de taux de substitution de ciment par 20 % du métakaolin ;
- L'incorporation du métakaolin dans le mortier a pour effet négatif sur la performance du mortier vis-à-vis à l'acide sulfurique. L'intensité de détérioration des éprouvettes de mortier à base de ciment contenant de MK est plus sévère avec l'augmentation de concentration de solution d'acide sulfurique et la teneur de substitution de ciment par métakaolin.
- La performance de métakaolin dans l'évolution de la résistance à la carbonatation est mauvaise. La diminution de la teneur en portlandite due à la réaction pouzzolanique, bénéfique à la résistance au sulfate de sodium de mortiers avec métakaolin, entraîne une profondeur de carbonatation relativement plus élevée dans le béton contenant du métakaolin par rapport au béton témoin. La contribution de métakaolin dans l'amélioration de la résistance de béton à la corrosion a été très bien mise en évidence, les résultats de résistivité électrique révèlent que plus le taux d'incorporation de métakaolin dans le béton augmente la résistivité électrique augmente aussi. Ainsi on peut conclu que le MK a pour effet anticorrosif
- Les micrographes au microscope électronique à balayage (M.E.B) montrent la présence de faible quantité de portlandite dans le béton contenant de métakaolin que dans celle de béton témoin, traduisant une densification de la microstructure en présence de métakaolin. Une réduction de la taille des vides en présence de métakaolin, la taille des pores est d'autant plus petite que la teneur de remplacement de ciment par métakaolin

est élevée. Ce phénomène conduirait à une tortuosité et segmentation importante et semble donc justifier la faible perméabilité de béton contenant de métakaolin ;

- À travers les analyses de diffraction des rayons X (DRX), on note que l'intensité du pic principal de la portlandite à jeune âge ( $\leq 3$  jours) dans la pâte témoin est plus faible que celle dans la pâte contenant de métakaolin, cela démontre que l'incorporation de métakaolin dans le ciment a pour effet accéléré l'hydratation du ciment ;
- Les diffractogrammes DRX montrent que après 3 jours jusqu'à 90 jours, le pic principal caractérisé la portlandite des pâtes contenant de métakaolin est plus faible a celle de pâte témoin donc la réaction pouzzolanique aura lieu après 3 jours. Ce qui explique en partie les meilleures performances mécaniques de béton contenant de métakaolin à moyen et à long terme.

A cet effet, cette étude propose de poursuivre des investigations futures sur :

- Étude de la compatibilité de métakaolin avec différentes adjuvantes chimiques ;
- Étude de l'influence de la finesse de métakaolin sur les propriétés mécaniques et durabilité du béton ;
- Étude de performances mécaniques et durabilité du béton à base de ciment Portland contenant de métakaolin et de laitier granulé.

## Bibliographie

- [1] **Tagnit H.A :** «*Note de cours GCI 710 Liants Hydrauliques.*», Université de Sherbrooke, Québec, Canada (2006)
- [2] **Scrivener K.L., Kirkpatrick R.J:** «*Innovation in use and research on cementitious material.* », Cement and Concrete Research, 38(2), 128-136. (2007).
- [3] **Rashad A.M:** «*Metakaolin as cementitious material: history, scours, production and composition a comprehensive overview.*», Construction and Building Materials, 41, 303–318. (2012).
- [4] **Park S.S., Kang H.Y. :** «*Characterization of fly ash-pastes synthesized at different activator conditions.* ». Korean Journal of Chemical Engineering 25(1), 78-83. (2008).
- [5] **Rashad A.M, Sayieda Z.R.:** «*The effect of activator concentration on the residual strength of alkali-activated fly ash pastes subjected to thermal load.* »,Construction and Building Materials, 25, 3098–3107. (2011).
- [6] **Salhi K., Mezghiche B.:** «*Effects of slag of blast furnace and sand of dune on durability of mortar and concrete.*», World Journal of Engineering, 8(1), 23-28. (2011).
- [7] **Salhi K., Mezghiche B.:** «*Effects of Sand of Dune and Granulated Slag on the Properties of Cement.* », The International Review of Civil Engineering (I.RE.C.E). (2010)
- [8] **Salhi K., Mezghiche B. :** «*Etude de durabilité de mortier et béton contenant de ciment avec ajout de laitier et sable de Dune.*», 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Deve-losing Countries ENSET Oran, Algeria, Oct. 12-14. (2009).
- [9] **Kocaba V.:** «*Development and evaluation of methods to follow microstructural development of cementitious systems including slags.*», Materials Department. EPFL, Lausanne. (2009).
- [10] **Lothenbach B., Scrivener K., Hooton R. D.:** «*Supplementary cementitious materials.*», Cement and Concrete Research, 41(12), 1244-1256. (2010).
- [11] **Richardson I. G., Groves G. W.:** «*The structure of the calcium silicate hydrate phases present in hardened pastes of white Portland cement blast-furnace slag blends*». Journal of Materials Science, 32(18), 4793-4802. (1997).
- [12] **Neville A. M.:** «*Properties of concrete*». London EN, Prentice Hall. (2002).
- [13] **Hooton R. D:** «*Permeabilidade and pore structure of cement pastes containing slag fly ash and silica fume, in: Blended Cement* », ASTM Special Technical Publication, pp. 128-143.( 1986).
- [14] **Mehta P. K. :** «*Sulfate Resistance in Blended Portland Cements Containing Pozzolans and Granulated Blast-Furnace Slag: Effet de la composition*». Fifth International Symposium on Concrete Technology. Monterrey. pp. 35-50. (1981).

- [15] **Wild, S., Khatib, J.M. And Jones, A. :** « *Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete*» *Cement and Concrete Research*, 26(10): 1537-1544.(1996).
- [16] **Ambroise J, Maxmilien S, Pera J:** «*Properties of metakaolin blended cement.*». *Adv Cem Based Mater* 1994;1:161–168.
- [17] **Curcio F, Deangelis Ba, Pagliolico S:** «*Metakaolin as a pozzolanic microfiller for high-performance mortars*». *Cement Concrete Res* 1998;28(6):803–9
- [18] **Khatib, J.M., Hibbert, J.J.,** « *Selected engineering properties of concrete incorporat-ing slag and metakaolin.* » *Construction and Building Materials* 19, 460–472 (2005).
- [19] **Khatib J.M., Wild S.:** «*Sulfate resistance of metakaolin mortar*». *Cement and Concrete Research*, 28(1), 83–92(1998)
- [20] **Sabir B.B., Wild S., Khatib J.M.:** « *On the workability and strength development of metakaolin concrete*», *Concrete for Environmental Enhancement and Protection*, E&FN Spon, pp. 651-656. (1996)
- [21] **Bai J., Sabir J.J., Kinuthia J.M., Wild S.:** «*Metakaolin Pulverized fuel ash Portland cement binders and their role in mortar and concrete*»: *Proceedings of Dundee Conference*, pp.159-173. (2002)
- [22] **Poon C.S., Azhar S., Anson M., Wong Y.L.:** «*Performance of metakaolin concrete at elevated temperatures*». *Cement and Concrete Composites*, 25(1), 83-89. January (2003).
- [23] **Batis G., Pantazopoulou P., Tsvivilis S., Badogiannis E.:** «*The effect of metakaolin on the corrosion behavior of cements mortars.*», *Cement and Concrete Composites*, 27(1), 125–130. (2005).
- [24] **ACI 116R:** « *Cement and concrete terminology* ». American Concrete Institute, Farmington Hills, MI, March 16, 2000.
- [25] **ASTM C618-12a :** « *Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete.*», American Society for Testing and Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2012),
- [26] **NFP 18 513 :** « *Metakaolin, addition pouzzolanique pour bétons - addition pour beton hydraulique - metakaolin - specifications et criteres de conformite.* », Association Française de Normalisation,( 2012).
- [27] **B v B.C.:** *Proceedings of the 7th International Conference of AAR, Ed. Grattan-Bellow, p. 66-70, (1985).*
- [28] **Christelle Bich.:** « *Contribution a l'étude de l'activité thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique*». Thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon. (2005).
- [29] **Bensted, J. And Barnes, P.:** «*Structure and Performance of Cements.*», 2nd ed., *New York: Spon Press.* (2002).

- [30] **Mitchell, J.K.:** « *Fundamentals of Soil Behavior.*», 2nd edition, John Wiley & Sons (Chapter 3). (1993).
- [31] **E. Badogiamis, G. Kakali And S. Tsivilis.:** « *Metakaolin as supplementary cementitious material.*», Journal of Thermal Analysis and calorimetry 81, 457-462. (2005)
- [32] **F. Moodi, A.A. Ramezani pour, A.Sh. Safavizadeh:** «*Evaluation of the Optimal Process of Thermal Activation of Kaolins .*», Sientia Iranica, (2011)
- [33] **San Nicolas R.,** « *Approche performantielle des bétons avec métakaolins obtenus par calcination flash*», Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2011
- [34] **ASTM C 618.:** « *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Concrete.*», Annual Book of ASTM Standards, Philadelphia (1993)
- [35] **Wild, S., Khatib, J.M.:** «*Portlandite Consumption in metakaolin cement pastes and mortars.*», Cem. Concr. Res. 27(1), 137–146 (1997).
- [36] **Tafraoui, A., Escadeillas, G., Lebaili, S., Vidal, T.:** «Metakaolin in the formulation of UHPC. Construct. Build. Mater. 23(2), 669–674 (2009).
- [37] **Badogiannis, E., Papadakis, V.G., Chaniotakis, E., Tsivilis, S.:** «*Exploitation of poor Greek kaolins: strength development of metakaolin concrete and evaluation by means of k-value.*Cem. Concr. Res. 34(6), 1035–1041 (2004).
- [38] **Janotka, I., Puertas, F., Palacios, M., Kuliffayova, M., Varga, C.:** «*Metakaolin sand-blended cement pastes: rheology, hydration process and mechanical properties.* Construct. Build. Mater. 24(5), 791–802 (2010).
- [39] **Mindess, S., Young, F.J. and Darwin, D.:** Concrete, 2nd ed., Upper Saddle River: Prentice Hall, NJ 07458, U.S.A. (2003).
- [40] **Murat M., Bachiorrini A.:** « *Corrélation entre l'état d'amorphisation et l'hydraulicité du métakaolin.*», Bulletin de Minéralogie, 1982, vol. 105, p543-555
- [41] **Prince W., Castanier G., Gafferi J.L.I :** «*Similarity between alkali aggregate reaction and the natural alteration of rocks.*», cement and concrete research, 2001, Vol.31, 2, p271-276
- [42] **Ogawa K., Uchikama H., Takemoto K, Yasui I:** « *The mechanism of hydration in the system C3S-pozzolana.*», Cement and Concrete Research, 1980, Vol.10, 5, p680-696
- [43] **Cassagnabère F., Escadeillas G. And Mouret M.:** «*Study of the reactivity of cement/metakaolin binders at early age for specific use in steam cured precast concrete.*», Construction and Building Materials, 2009, Vol.23, 2, p775-784 (2008).
- [44] **Bulteel D., Garcia-Diaz E., Vernet C., Zanni H., Alcali :** «*Alcali-silica reaction : a method to quantify the reaction degree.*», Cement and Concrete Research, 2002, Vol.32, 8, p119-1206.

- [45] **Dent Glasser L.S., Kataoka N.**, : «*The chemistry of alkali-aggregate reaction.*», cement and Concrete Research, 1981, Vol.11, 1, p1-9.
- [46] **Delair S.**, : «*Etude de l'atténuation des efflorescences sur les matériaux cimentaires au moyen de matériaux pouzzolaniques*, Thèse de l'Ecole des mines de Saint-Etienne, 2008, 218p
- [47] **De Silva P.S., Glasser F.P.**, : «*phase relation in the system CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O relevant to metakaolin-calcium hydroxide hydration.*», Cement and Concrete Research, 1993, Vol.23, p627-639
- [48] **Poon C.S., Lam L., Kou S.C., Wong Y.L., Wong R.**, : «*Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes .*», Cement and Concrete Research, , Vol. 31, p1301-1306.( 2001).
- [49] **Frías, M., Cabrera, J.**: «*Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement systems at 20C°.*», Cem. Concr. Res. 31(4), 519–527 (2001).
- [50] **Kostuch J.A., Walters G.V., Jones T.R.**, : «*High performance concrete incorporating metakaolin: a review Concrete 2000.*», University of Dundee, p. 1799-1811, 1993
- [51] **Oriol M., Pera J.**: «*Pozzolanic activity of metakaolin under microwave treatment.*», Cement and Concrete Research, 25(2), 265–270. (1995).
- [52] **Sha W., Pereira G.B.**, : «*Differential scanning calorimetry study of ordinary Portland cement paste containing metakaolins and theoretical approach of metakaolins activity .*», Cement and Concrete Research, Vol. 23, p. 455-461, 2001.
- [53] **Ding, J.T. And Li, Z.J.**: «*Effects of metakaolin and silica fume on properties of concrete.*», ACI Materials Journal, 99(4): 393-398. (2002).
- [54] **Qian, X., Li, Z.**: «*The relationships between stress and strain for high-performance concrete with metakaolin.*», Cem. Concr. Res. 31(11), 1607–1611 (2001).
- [55] **Caldarone, M.A., Gruber, K.A., Burg, R.G.**: «*High reactivity metakaolin: a new generation mineral admixture.*», Concr. Int. 16(11), 37–40 (1994)
- [56] **P. Dinakar, Pradosh K. Sahoo And G. Sriram** :«*Effect of Metakaolin Content on the Properties of High Strength Concrete.*», International Journal of Concrete 7(3), 215-223 (2013).
- [57] **Dubey, A. And Banthia, N.**: «*Influence of high-reactivity metakaolin and silica fume on the flexural toughness of high-performance steel fiber-reinforced concrete.*», ACI Materials Journal, 95(3): 284-292. (1998)
- [58] **Kim, H.S., Lee, S.H., Moon, H.Y.**: «*Strength properties and durability aspects of high strength concrete using Korean metakaolin.*», Construct. Build. Mater. 21(6), 1229–1237 (2007)
- [59] **Badogiannis E, Kakali G, Dimopoulou G, Chaniotakis E, Tsvilis S**: «*Metakaolins a main cement constituent. Exploitation of poor Greek kaolins.*», Cem Concr Compos 2005;27:197–203.(2005)

- [60] **O. R. Khaleel and H. Abdul Razak** : «*The effect of powder type on the setting time and self compactability of mortar.*», *Construction and Building Materials* 36 -20. (2012)
- [61] **D. Govindarajan And R. Gopalakrishnan** : «*Influence of different types of water on strength, porosity and hydric parameters of metakaolin admixed cement .*», *Front. Mater. Sci. China* 3 395. (2009)
- [62] **Brooks, J.J., Johari, M.A.M. And Mazloom, M.** : «*Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete.*», *Cement and Concrete Composites*, 22(1): 293-301. (2000).
- [63] **Janotka, I., Puertas, F., Palacios, M., Kuliffayova, M., Varga, C.**: «*Metakaolin sand-blended cement pastes: rheology, hydration process and mechanical properties.*», *Construct. Build.Mater.* 24(5), 791–802 (2010).
- [64] **Khatib, J.M.**: «*Metakaolin concrete at a low water to binder ratio.*», *Construct. Build. Mater.*22(8), 1691–1700 (2008)
- [65] **Courard, L., Darimont, A., Schouterden,M., Ferauche, F.,Willem, X., Degeimbre, R.,** : «*Durability of mortars modified with metakaolin.*», *Cement and Concrete Research* 33,473–1479. (2003).
- [66] **M.H.Zhang V.M.Malhotra**: «*Characteristics of a thermally activated aluminosilicate pozzolanic material and its use in concrete .*», *Construct. Build. Mater.*25(8), 1713-1725 (1995)
- [67] **Sabir, B.B., Wild, S. And Bai, J.** : «*Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review.*», *Cement and Concrete Composites*, 23(6): 441-454. (2001),
- [68] **Li, Z.J. And Ding, Z.**: «*Property improvement of Portland cement by incorporating with metakaolin and slag.*», *Cement and Concrete Research*, 33(4): 579-584 (2003)
- [69] **Dubey, A. And Banthia, N.**: «*Influence of high-reactivity metakaolin and silica fume on the flexural toughness of high-performance steel fiber-reinforced concrete.*», *ACI Materials Journal*, 95(3): 284-292. (1998).
- [70] **Gonçalves, J.P., Tavares, L.M., Filho, R.D.T., Fairbairn, E.M.R.**: «*Performance evaluation of cement mortars modified with metakaolin or ground brick. .*», *Construct. Build. Mater.* 23(5),1971–1979 (2009).
- [71] **Khatib J.M., Clay R.M.**: «*Absorption characteristics of metakaolin Concrete.*», *Cement and Concrete Research.* (34). 19-29 (2004).
- [72] **Lee S.T., Moon H.Y., Hooton R.D., Kim J.P.,**: «*Effect of solution concentrations and replacement levels of metakaolin on resistance of mortars exposed to magnesium sulphate solutions .*», *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, p. 1314-1323, (2005).
- [73] **Roy, D.M., Arjunan, P. and Silsbee, M.R.**: «*Effect of silica fume, metakaolin, and low-calcium on chemical resistance of concrete.*», *Cement and Concrete Research*, 31(12), pp. 1809-13 (2001).

- [74] **Hewayde, E., Nehdi, M.L., Allouche, E. and Nakhla, G.** : «*Using concrete admixtures for sulphuric acid resistance.*», Construction Materials, 160(CMI), pp.25-35 (2007).
- [75] **Rao, H.S., Ghorpade, V.G. and Somasekharaiah, H.M.**: «*Durability studies on metakaolin based glass fibre reinforced high-performance-concrete*".», International Journal of Advanced Scientific Research and Technology, 2(2), pp. 204-211 (2012).
- [76] **Kannan, V. and Ganesan, K.** : «*Chloride and chemical resistance of self compacting concrete containing rice husk ash and metakaolin.*», Construction and Building Materials, 51, pp. 225-235 (2014).
- [77] **Taylor, H.W.F.**: Cement Chemistry. Academic Press, New York (1990)
- [78] **Jones, M.R., Newlands, M.D., Abbas, A.M.O. and Dhir, R.K.** : «*Comparison of 2 year carbonation depths of common cement concretes using the modified draft CEN test.*», Materials and Structures, 34, 396-403( 2001).
- [79] **Mc Polin, D.O., Basheer, P.A.M., Long, A.E., Grattan, K.T.V. and Sun, T.** : «*New test method to obtain pH pro les due to carbonation of concretes containing supplementary cementitious materials.*», Journal of Materials in Civil Engineering (ASCE), pp. 936-946(November 2007).
- [80] **Duan, P., Shui, Z., Chen, W. and Shen, C.** : «*Influence of metakaolin on pore structure-related properties and thermodynamic stability of hydrate phases of concrete in seawater environment.*», Construction and Building Materials, 36, pp. 947-953 (2012).
- [81] **Rougeau P., Borys B.,**: «*Réaliser des produits en béton à très hautes performances ou fibrés à ultra hautes performances avec des ultrafines autre que la fumée de silice*», rapport CERIB, DDP 114, (2004).
- [82] **Parande, A.K., Babu, B.R., Karthik, M.A., Kumaar, D.K.K. and Palaniswamy, N.** : «*Study on strength and corrosion performance for steel embedded in metakaolin blended concrete/mortar.*», Construction and Building Materials Construction and Building Materials, 22(3), pp. 127-134 (2008).
- [83] **Vejmelkov a, E., Palkova, M., Keppert, M., Kersner, Z., Rovnankova, P., Ondracek, M., Sedlmajer, M. and Cerny R.** : «*High performance concrete with Czech metakaolin: Experimental analysis of strength, toughness and durability characteristics.*», Construction and Building Materials, 24(8), pp. 1404-1411(2010).
- [84] **Raj, R.R., Pillai, P.E.B. and Santhakumar, A.R.**: «*Strength and corrosion properties of concrete incorporating metakaolin and redmud.*», European Journal of Scientific Research, 91(4), pp. 569-579 (2012).
- [85] **Guneyisi, E., Gesoglu, M. and Mermerda\_s, K.** : «*Improving strength, drying shrinkage, and pore structure of concrete using metakaolin.*», Materials and Structures, 41, pp. 937-949 (2008).
- [86] **Zeljko, M.** : «*Metakaolin effect on concrete durability.*», Master Thesis, University of Toronto, Department of Civil Engineering (2009).

- [87] **Guneyisi, E., Gesoglu, M. and Mermerdas, K.:** «*Strength deterioration of plain and metakaolin concretes in aggressive sulfate environments.*», Journal of Materials in Civil Engineering (ASCE), pp. 403-407 (April 2010).
- [88] **Brooks J.-J., Megat Johari M.A.:** «*Effect of métakaolin on creep and shrinkage of concrete.*», Cement and Concrete Composites, Vol. 23, p. 495-502, 2001.
- [89] **Badogiannis E.,Tsvivilis S., Papadakis V.G., Chaniotakis E.:** «*The effects of metakaolin on concrete properties.*», Proceedings of Dundee Conference, p. 81-89, 2002.
- [90] **Cassagnabère F., Lachemi M., Escadeillas G., Mouret M., Broilliard P., Joorabchian, M.S., Mikhailenko P. :** «*Flash metakaolin/slag/cement binder: An environmental and performant alternative for steam-cured mortar for precast use.*», Annual Conference of the Transportation Association of Canada, Halifax, Canada.(2010)
- [91] **Bready P., Chabannet M., Pera J:** «*Microstructural and porosity of métakaolins blended cements.*», Materials Research Society proceedings, No. 137, p. 431-436, (1989).
- [92] **Larbi, J.A., Bijen, J.M.:** «*Influence of pozzolans on the Portland cement paste aggregate interface in relation to diffusion of ions and water absorption in concrete.*», Cem. Concr. Res.22, 551–562 (1992).
- [93] **Badogiannis, E., Tsvivilis, S.:** «*Exploitation of poor Greek Kaolins: durability of metakaolin concrete.*», Cem. Concr. Compos. 31(2), 128–133 (2009)
- [94] **Khatib J.M., Wild S., :** «*Pore size distribution of métakaolins paste .*», Cement and Concrete Research, Vol. 26, No. 10, p. 1545-1553, (1996).
- [95] **Brindley G.W., Nakahira M.:** «*The kaolinite-mullite reaction series: I survey of outstanding problems. II metakaolin. III the high temperature phase.*», Journal of American Ceramic Society, 1959, vol. 42, p311-324.
- [96] **Brindley G.W., Sharp J.H., Nakahira M., Patterson J.H.,** «*Kinetics and mechanism of dehydroxylation processes.*», American mineralogy, 1967, vol.52, p201-211
- [97] **Davies T. W., :** «*Equipment for the study of flash heating of particle suspension.*», High temperature technology, 1984, vol. 2, 3, p141-147 .
- [98] **Dunn J.G., :** «*Pilot-scale study of effect of particles on particle size on flash smiting of nickel sulphide concentrates,* 1991, vol. 100, p105-109
- [99] **Gaurier L., :** «*Application du procédé gaz-contact au traitement des déchets industriels,* Revue générale de thermique, 1987, Vol.303, p1-6 .
- [100] **Salvador S. :** «*Prototyping flash calciners for manufacture synthetic pouzzolana from kaolinite clay.*», Nato Asi Series Eapplies Sciences, 1995, vol. 282, p295-318.
- [101] **Bogue RH. :** «*Chemistry of Portland cement.*», 2nd ed. New York: Reinhold Publishing Corp; 1955. p. 790.

- [102] **Mohamed kaneshloo**, « Caractérisation, *estimation et valorisation de gisements d'argiles kaoliniques du bassin des Charentes.*», Thèse de doctorat École Nationale Supérieures des Mines de paris, France ; (2007).
- [103] **ASTM C 1437**: «Standard test method for flow of hydraulic cement mortar», American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pennsylvania, USA; Re-approved, (2001).
- [104] **Dreux G, Festa J.** : «New guide of concrete and these components»,. 8ème éd. Edition Eyrolles ; 1998. p. 409.
- [105] **Norme NF EN 196-1** : Méthodes d'essais des ciments Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques, (2006).
- [106] **EN 196-3**. Methods of testing cement: determination of water requirement for normal consistency. European Standards; (2005).
- [107] **NF EN 12390-2** : Essais pour béton durci - Partie 2 : confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance (2012).
- [108] **NF EN 12350-2** Essais pour béton frais - Partie 2 : essai d'affaissement - Avril 2012.
- [109] **NF EN 12350-6** : Essai pour béton frais - Partie 6: « Masse volumique », décembre 1999.
- [110] **NF-EN-12390-3**. : Essai pour béton durci - partie 3 : Resistance a la compression des éprouvettes. AFNOR, Indice de classement : P18-455, Février (2003).
- [111] **NF-EN-12390-5**. Essai pour béton durci - partie 5 : Resistance a la flexion des éprouvettes. AFNOR, Indice de classement : P18-433, Octobre 2001.
- [112] **RILEM CPC8**: Recommendations RILEM CPC8, "Modulus of elasticity of concrete in compression", Materials and Structures, Vol. 6, n°30, pp. 404-406, Nov-Dec (1972).
- [113] **ASTM C125** Standard Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens, (2002).
- [114] **NF EN 12504-4** :Essai pour béton dans les structures. Partie 4 : Détermination de la vitesse de propagation du son. (2005)
- [115] **NF P 15-433**, Méthodes d'essais des ciments - Détermination du retrait et du gonflement. Comité Européen de Normalisation (CEN), AFNOR, Paris, France, Février 1994.
- [116] **AFPC-AFREM**. Durabilité des bétons – méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées a la durabilité des bétons. INSA-LMDC, Toulouse, 11-12dec. (1997).
- [117] **Figg J W**. *Methods of measuring the air and water permeability of Concrete*. Magazine of Concrete Research 25 (85) December (1973), pp. 213 - 219.

- [118] **ASTM C 267-96.** Standard Test Methods for Chemical Resistance of Mortars, Grouts, and Monolithic Surfacing and Polymer concretes, Annual Book of ASTM Standards, June (1996).
- [119] **ASTM C1012-95.** Standard Test Method for Length Change of Hydraulic-Cement Mortars Exposed to a Sulfate Solution (1995)
- [120] **AASHTO TP119-15** Standard Method of Test for Electrical Resistivity of a Concrete Cylinder Tested in a Uniaxial Resistance Test. American Association of State Highway and Transportation Officials A, 1–11(2015).
- [121] **Ozkan Sengul,** « *Use of electrical resistivity as an indicator for durability.* », Construction and Building Materials 73 ,434–441, (2014)
- [122] **EN NF 12390-10.** Essai pour béton durci - Partie 10 : Détermination de la résistance relative à la carbonatation du béton. (2007)
- [123] **Hanaa FARES.** : «*Propriétés mécaniques et physico-chimiques de bétons autoplacants exposés à une température élevée.* », Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise- Grenoble.(2009).
- [124] **Boudchicha Abdelaziz.** : « *utilisation des additions minérales et des adjuvants fluidifiants pour l'amélioration des propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons.* »,Thèse de doctorat, Université de Mentouri -Constantine. (2007).
- [125] **Bessa-Badreddine A.** : « *Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques mécaniques et de durabilité des mortiers*», Thèse de doctorat de l'université de Cergy Pontoise, 2004.
- [126] **Felekoglu B., Tosun K., Baradan B., Altun A., Uyulgan B.,** «*The effect of fly ash and limestone fillers on the viscosity and compressive strength of self compacting repair mortars.* », Cement and concrete research Vol. 36, p. 1719-1726, (2006).
- [127] **Maria C.G., Juenger., Rafat S.:** «*Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete.* », Cement and Concrete Research, 78, 71-80. (2015)
- [128] **Poon C.S., Kou S.C., Lam L.:** «*Compressive strength, chloride diffusivity and pore structure of high performance metakaolin and silica fume concrete.*», Construction and building materials, 20(10), 858–865. (2006)
- [129] **Lino M., Miguel A., Rui F., Joaquim F.:** « *Influence of the cementitious paste composition on the E-modulus and heat of hydration evolutions.* », Cement and Concrete Research, 26(10), 1537–1544. (1996)
- [130] **Guettala S., Mezghiche B.:** « *Compressive strength and hydration with age of cement pastes containing dune sand.* », Construction and building materials, 25(3), 1263-1269. (2011)
- [131] **Goldman A., Bentur A. ,** «*Effect of pozzolanic and non-reactive micro-fillers on the transition zone in high strength concretes Interface in cementitious composites.* », RILEM Proceedings, No. 18, p. 53-61, (1991)

- [132] **Asbridge A.H., Jones T.R., Osborne G.J.**, «*High performance metakaolin concrete: results of a large scale trials in aggressive environments.* », Proceedings of Dundee Conference, p. 13-24, (1996).
- [133] **Nehdi, R. M., Mindness, S., & Aitcin, P. C.**, «Rheology of high performance concrete: Effect of ultrafine particles. *Cement and Concrete Research*,28(5), 687–697. (1998).
- [134] **Neville, A. M.** « Concrete with particular properties. In *Properties of concrete* (pp. 653–672). Harlow, UK: Longman. (1997).
- [135] **Whitehurst, E. A.** «Soniscope tests concrete structures.” *Journal American concrete institute*, Vol. 47, No. 2, pp. 433-444. (1951).
- [136] **Mehmet Gesoglu**, «Influence of steam curing on the properties of concretes in incorporating metakaolin and silica fume. *Materials and Structures* (2010) 43:1123–1134.
- [137] **V.Kannan**. «Relationship between Ultra Sonic Pulse Velocity and Compressive Strength of Self Compacting Concrete incorporate Rice Husk Ash and Metakaolin” *Asian Journal of Civil Engineering*, Vol. 16., Issue 8., May 2015, pp-1077-1088.
- [138] **BAEL 99**, Règles techniques de conception et de calcul des ouvrages et construction en béton armé suivant la méthode des états limites -BAEL91 révisé 1999.
- [139] **ACI Committee 318**, “Building Code Requirements for Structural Concrete (ACI 318-95) and Commentary (318R-95),” American Concrete Institute, Farmington Hills, Mich. 1995, 369 pp.
- [140] **Jianyong L., Yan Y. A** : «*Study on creep and drying shrinkage of high performanceconcrete.*», *Cement and Concrete Research*, 31, 1203–1206. (2001)
- [141] **Power T.C.:** «*Causes and control of volume change.* », *Journal of the PCA Research and Development Laboratories*, 1(1), 29-39. (1959)
- [142] **Mazloom M., Ramezaniapour A.A., Brooks J.J.:** «*Effect of silica fume on mechanical properties of high strength concrete.* », *Cement and Concrete Composites*, 26(4), 347-357. (2004)
- [143] **Rao G.A.:** «*Influence of silica fume replacement of cement on expansion and drying shrinkage.* », *Cement and Concrete Research*, 28, 1505-1509. (1998)
- [144] **Fattuhi N.I., Al-Khaiat H.:** «*Shrinkage of concrete exposed to hotand arid climate.* », *Journal of Materials in Civil Engineering*, 11(1), 66-75. (1999)
- [145] **Shah S.P., Ahmad S.H.:** «*High Performance Concrete and Applications.* », Edward Arnold, London. (1994)
- [146] **Laakri M., Oudjit M., Abdelli K. (2014):** «*Volumetric Variation and Rheology of Cement Based Mineral Additions (Blast Furnace Slag and Silica Fume)* », *Journal of Civil Engineering and Architecture*, 8, 207-212.

- [147] **Murat M. (1983):** «*Hydration reaction and hardening of calcined clays and related mineral-Preliminary investigations on metakaolin*», *Cement and Concrete Research*, 13(2), 259-266.
- [148] **Wild S., Khatib J., Roose J.L.(1998):** «*Chemical and autogenous shrinkage of Portland cement metakaolin pastes.* », *Advances in Cement Research*, 10(3), 109-119. 1998
- [149] **Kinuthia J.M., Wild S., Sabir B.B., Bai J. (2000):** «*Self-compensating autogenous shrinkage in Portland cement-metakaolin -fly ash pastes.* », *Advances in Cement Research*, 12(1), 35-43.
- [150] **Song, H.W., Kwon, S.J., 2007.** « *Permeability characteristics of carbonated concrete considering capillary pore structure.*», *Cem.Concr.Res.*37(6), 909–915.
- [151] **Winslow, D.N., Liu, D., 1990.** « *Pore structure of paste in concrete.*», *Cem. Concr. Res.* 20 (2), 227–235.
- [152] **Schonlin , Hilsdorf,** «*Evaluation of the effectiveness of curing of concrete structures* », *ACI SP-100* (1987) 207-226.
- [153] **Cather, R.B., Figg, J.W., Marsden, A.F., and O'Brien, T.P. (1984),** «*Improvements to the Figg method for determining the air permeability of concrete*», *Magazine of Concrete Research*, London, England, December, 36(129), 241-245.
- [154] **Whiting, David A., and Nagi, Mohamad A. 2003,** « *Electrical Resistivity of Concrete—A Literature Review*», *Portland cement Association*, Skokie, Illinois, USA, R&D Serial No. 2457, 57 pages.
- [155] **Sabir B.B., Wild S., Bai J.,** «*Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review*» *Cement and Concrete Research*, Vol. 23, p. 441-454, 2001.
- [156] **Malhotra V.M.,** «*Durability of concrete incorporating high volume of low-calcium (ASTM class F) fly ash* », *Cement and Concrete Composites*, Vol. 12, p. 271-277, 1990
- [157] **S.T. Lee, H.Y. Moon, R.N. Swamy,** «*Sulfate attack role of silica fume in resisting strength loss*», *Cement & Concrete Composites* 27 (2005) 65-75
- [158] **AFGC, Groupe de travail mesure de grandeurs associées à la durabilité des bétons,** « *Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages : maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction : état de l'art et guide pour la mise en œuvre.* (2004)
- [159] **Han-Young Moon, Seung-Tae Lee, and Seong-Soo Kim:** «*Sulphate resistance of silica fume blended mortars exposed to various sulphate solutions*», *Can. J. Civ. Eng.* 30: 625–636 (2003)
- [160] **Neville A.:** «*The confused world of sulfate attack on concrete.* », *Cement and Concrete Research*, 34, 1275–1296 .2004.
- [161] **Duval R ., Hornain. H.:** «*La durabilité du béton vis-à-vis des eaux agressives. In Baron J., Olivier J.P. (ed.): La durabilité des bétons.* », *Presses de l'École nationale des ponts et Chaussées*, pp. 351-391. (1992)

- [162] **Cohen M. D., Mather B.:** « *Sulfate attack on concrete research needs*», *Materials Journal*, 88(1), 62-69. (1991)
- [163] **Mehta P.K.:** «*Mechanism of Expansion Associated with Ettringite Formation.* », *Cement and Concrete Research*, 3, 1-6. (1973)
- [164] **V. Kannan, K. Ganesan. :** « *Chloride and chemical resistance of self compacting concrete containing rice husk ash and metakaolin* », *Construction and Building Materials*, 51 225–234. (2014).
- [165] **Merlini Marco, Artioli Gilberto, Cerulli Tiziano, Cella Fiorenza, Bravo Anna.:** «*Tricalcium aluminate hydration in additivated systems acrystallographic study by SR-XRPD.* », *Cem Concr Res* 2008;38(4):477–86.
- [166] **Monteny, J. Vinke, E. Beeldens, A. DeBelie, N. Taerwe, L. Van Gemert, D.and Verstraete, W.** «*Chemical, microbiological, and in situ methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete*», *Cem. Concr. Res.*, 30(4), 623–634. (2000).
- [167] **Weydert, R. & Gehlen, C. :** « *Electrolytic Resistivity of Cover Concrete: Relevance, Measurement and Interpretation.* », *Durability of Building Materials and Components* 8, Vols 1-4, Proceedings, 409-419. (1999)
- [168] **Castellote, M. & Andrade, C.:** « *Round-Robin Test on Methods for Determining Chloride Transport Parameters in Concrete*», *Materials and Structures*, 39(10), 955-990, (2006).
- [169] **Andrade, C., D'Andrea, R., Castillo, A. & Castellote, M. :** «*The Use of Electrical Resistivity as NDT Method for the Specification of the Durability of Reinforced Concrete.* », Paper presented at the 7th International Symposium on Non Destructive Testing in Civil Engineering (LCPC 2009), Nantes, France.
- [170] **Warkus, J. & Raupach, M.:** «*Modelling of Reinforcement Corrosion - Geometrical Effects on Macrocell Corrosion*» *Materials and Corrosion-Werkstoffe und Korrosion*, 61(6), 494-504. (2010)
- [171] [https://www.impexequip.com/equip\\_calcination.html/](https://www.impexequip.com/equip_calcination.html/)(Page consultée 16/01/2017).
- [172] <https://www.febelcem.be/fr/ciment-applications/fabrication-du-ciment-processus-de-fabrication-du-ciment-illustre-etape-par-etape/> (Page consultée le 16/01/2017).
- [173] **Measson M.,** « *Étude de l'activité pouzzolanique de matériaux naturels traités thermiquement, en vue de la réalisation de liants hydrauliques*», Thèse de Doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, (1981).
- [174] **Cyr M.,:** «*Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires* », Thèse de l'institut National des Sciences Appliquées de Toulouse et de l'Université de Sherbrooke, 1999, 283p
- [175] **Takemoto K., Uchikawa H.,** « *Hydratation des ciments pouzzolaniques*», 7ème Congrès International de la Chimie des Ciments I ,(1980).

- [176] **Paya J. Monzo J. Borrachero M.V., VelazquezS.**, « *Evaluation of the pozzolanic activity of fluid catalytic cracking residue (FC3R), thermogravimetric analysis studies on FC3R-portland cement paste*», *Cement and Concrete Research*, , Vol.33, p603-609, (2003).
- [177] **Garcia-Diaz A.**, : « *Réactivité pouzzolanique des métakaolinites corrélation avec les caractéristiques minéralogitologiques des kaolinites*», Thèse de l'école des Mines d'Ales, Génie des Procédés, 1995, 305p
- [178] **Baroghel-Bouny V.**, «*Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes d'analyses et interprétations*», *Journal du LCPC*, 1994, p92-93
- [179] **Ogawa K., Uchikama H., Takemoto K, Yasui I.** : «*The mechanism of hydration in the system C3S-possolana* », *Cement and Concrete Research*, 1980, Vol.10, 5, p680-696.
- [180] **Shekarchi M., Bonakdar A., Bakhshi M., Mirdamadi A., Mobasher B.** : «*Transport properties in metakaolin blended concrete.*», *Construction and Building Materials* 2010:24(11): 2217-2223.