

N° d'ordre :

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de L'enseignement Supérieur et de La Recherche Scientifique

جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب

Université d'Aïn Témouchent-Belhadj Bouchaib



Faculté: Sciences et de la Technologie  
Département de Génie Civil et Travaux  
Publics  
Laboratoire Structures Intelligentes



## THESE

Présentée pour l'obtention du **diplôme de DOCTORAT**

**Domaine:** Sciences et Technologie

**Filière :** Génie Civil

**Spécialité :** Structures

**Par :** BENAMAR Souheyla

## Intitulé

**Contribution à l'étude des transferts dans des mortiers à base de kaolinite: de la perméabilité à la microstructure**

Soutenue publiquement, le 26/10/2024, devant le jury composé de :

Nom & Prénom(s)	Grade	Qualité	Etablissement de rattachement
Aïssa Mamoune Sidi Mohammed	Pr	Président	U/Aïn Temouchent
Houmadi Youcef	Pr	Rapporteur	U/Tlemcen
Kameche Zine El Abidine	MCA	Co-rapporteur	U/Aïn Temouchent
Ghrici Mohamed	Pr	Examineur	U/Chlef
Khelidj Abdelhafid	Pr	Examineur	U/Nantes - France
Marouf Hafida	MCA	Examinatrice	U/Aïn Temouchent
Aït-mokhtar Abdelkarim	Pr	Invité	U/La Rochelle – France

Année Universitaire : 2023/2024

*Je dédie cette thèse*

*A ma mère (paix à son âme)*

*Qui aurait été tellement fière de moi*

*A mon Mari*

*Qui m'a encouragé à faire ce Doctorat*

*A mon fils ADEM*

*Sans lui je n'aurais jamais eu ce courage et cette  
volonté*

*A mes Tantes*

*Grâce à leur amour et leur soutien, j'ai réussi à aller  
jusqu'au bout*

## **Remerciements**

*Ce travail de thèse présenté dans ce rapport s'est déroulé au laboratoire des structures intelligentes à l'Université de Belhadj Bouchaib Aïn Témouchent.*

*Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury pour m'avoir fait l'honneur de juger notre travail de thèse:*

*Professeur Mohamed GHRICI de l'université de Hassiba Benbouali – Chlef, Professeur Abdelhafid KHELIDJ de l'Université de Nantes – France, Madame Hafida MAROUF de l'Université de Belhadj Bouchaib – Aïn Temouchent et Professeur Abdelkrim AÏT-MOKHTAR de l'Université de la Rochelle – France.*

*Je tiens à manifester ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, Mr. Youcef HOUMADI de l'Université de TLEMCEM, à mon encadrant, Mr. Zine El Abidine KAMECHE de l'Université d'Aïn Temouchent, à Mr. Hocine SIAD de l'Université Métropolitaine de Toronto au Canada et à Mr. Sidi Mohammed AISSA MAMOUNE de l'Université d'Aïn Temouchent, pour m'avoir intégré dans leur équipe de recherche et de m'avoir aidé à préparer ce travail de recherche. Leurs conseils, aussi bien scientifiques que moraux, m'ont beaucoup aidé pour mener cette thèse à terme et dans les bonnes conditions.*

*Mes remerciements vont également aux laboratoires : LTPO (Laboratoire des Travaux Publics de l'Ouest – Oran, Algérie), EOLE (Eau et ouvrages dans leurs environnements) de l'Université de Tlemcen et APELEC de l'Université de Djillali Liabès de Sidi Bel Abbès pour leurs soutiens.*

*J'associe également mes remerciements au Professeur Abdelkrim AÏT-MOKHTAR Directeur Adjoint du LaSIE (Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement) à l'Université de La Rochelle en France, Mr. Rachid CHERIF, les doctorants et toute l'équipe de recherche au laboratoire LaSIE pour m'avoir accueilli et bien aidé dans leur établissement de recherche durant tout mon séjour scientifique en France.*

*J'adresse mes remerciements à tous les membres du département de génie civil et travaux publics de l'Universitaire d'Aïn Témouchent, notamment les enseignants et les doctorants que j'ai côtoyé et avec qui j'ai passé des moments inoubliables.*

*Mes remerciements vont également à tous mes collègues du laboratoire, qui ont tous participé de près ou de loin au bon déroulement de ce travail : ADEL, KAWTHAR, NADJETE, SARRA WAFAA, MOHAMMED (département de chimie), FATIMA.....et bien d'autres.*

*Je voudrais également citer et remercier d'une façon très particulière mon mari ABD EL DJALIL et mon fils ADEM qui ont joué un rôle déterminant au cours de ce travail, de m'avoir supporté durant toutes ces années de recherche (avec mes absences répétées, mes occupations, mes angoisses, ...). Sans leurs encouragements et leur patience, ce manuscrit n'aurait jamais vu le jour. Je peux dire que cette thèse est aussi la leur.*

*Enfin, j'adresse mes sincères remerciements à ma famille, mes amis & collègues. Sans eux je n'aurais pas été ce que je suis et n'aurais pas pu arriver jusque là.*

**MERCI BEAUCOUP...**

## **Résumé**

D'un point de vue écologique et économique, la présente recherche vise à contribuer à la valorisation des argiles calcinées en tant qu'additions minérales dans la composition des mortiers ordinaires. Alors, l'objectif de cette étude est d'évaluer l'influence de trois ajouts minéraux qui sont: le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) et la poudre de brique (PB) (ajoutés par substitution du ciment avec des dosages différents, allant de 10 jusqu'à 30%) sur les propriétés physico-mécaniques et de durabilité des mortiers testés. En plus d'une caractérisation mécanique des mortiers étudiés, un intérêt majeur est donné à l'évaluation de certains paramètres de transfert dans ces mortiers modifiés, tels que la porosité ouverte, l'absorption capillaire, la perméabilité à l'eau ainsi qu'à la vapeur d'eau et la carbonatation (mesurée en conditions accélérées et naturelles). L'impact de la carbonatation du matériau sur les propriétés de transfert a également été étudié dans cette étude expérimentale.

Les résultats obtenus ont montré que la substitution du ciment par 25% de MK, 20% de VC et 15% de PB a permis d'obtenir les meilleures résistances mécaniques des mortiers testés. Le mortier à base de MK a toujours montré les meilleures performances, tant sur le plan physico-mécanique que de la durabilité, par rapport aux autres mortiers (à base de VC et de PB). En comparaison avec le mortier témoin, les mortiers à base de MK, de VC et de PB ont assurés de meilleures performances de durabilité. Ces trois additions minérales utilisés ont conduit notamment à une diminution de la porosité et de la perméabilité du matériau cimentaire, principalement à cause de leurs finesses et en raison de la consommation de la Portlandite par les réactions pouzzolaniques produites par l'incorporation de ces additifs dans le mortier. Par contre, dans des mortiers carbonatés, ce comportement peut être contradictoire: des propriétés du transfert dans le mortier, telles que la porosité, peuvent être plus élevées dans le cas des mortiers à base de MK, de VC ou de PB, que dans le cas du mortier de référence (sans ajout). Par conséquent, la résistance à la carbonatation est aussi contrairement influencée. Un phénomène directement attribuable à l'effet de la microfissuration influencée par le retrait dû à la carbonatation. L'effet de la carbonatation sur les propriétés de transfert dépend donc de la composition minéralogique initiale du matériau.

Afin de simuler la profondeur de la carbonatation des différents mortiers étudiés, un modèle basé sur les Réseau de Neurones Artificiels (RNA) a été développé pour prédire la profondeur de la carbonatation des matériaux à base de MK, de VC et de PB. Le modèle de prédiction a été élaboré en utilisant les résultats expérimentaux de la carbonatation mesurée en conditions accélérées et naturelles. L'élaboration du modèle a pris en compte des paramètres liés aux caractéristiques du mélange (teneur en ciment, quantité d'ajout, âge du mortier) et des paramètres liés aux conditions environnementales (concentration en CO<sub>2</sub>, humidité relative, température et temps d'exposition au CO<sub>2</sub>). La performance d'apprentissage, de validation et de test du modèle RNA élaboré a montré de très bonnes corrélations, dépassant les 90%, entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par le modèle.

**Mots clés :** *Mortier, Métakaolin, Vase Calcinée, Poudre de Brique, Durabilité, Propriétés de transfert, Carbonatation, Réseaux de Neurones Artificiels (RNA).*

## ***Abstract***

From an ecological and economic point of view, the present research aims to contribute to the valorization of calcined clays as supplementary cementitious materials (SCMs) in the composition of cementitious mortars. So, the objective of this study is to evaluate the influence of three SCMs which are: metakaolin (MK), calcined sediments (VC) and brick powder (PB) (added by substitution of cement with different dosages, ranging from 10 to 30%) on the physic-mechanical and durability properties of the tested mortars. In addition to a mechanical characterization of the mortars studied, a major interest is given to the evaluation of some transfer parameters in these modified mortars, such as open porosity, capillary absorption, water permeability, water vapor transmission permeability and carbonation (measured in accelerated and natural conditions). The impact of the carbonation of the material on the transfer properties was also investigated in this experimental study.

The results obtained showed that the substitution of cement by 25% MK, 20% VC and 15% PB allowed obtaining the best mechanical strengths of the mortars. The MK-based mortar always showed the best performances, both in terms of physic-mechanics and durability, compared to the other mortars (based on VC and PB). Compared with the control mortar, the MK, VC and PB-based mortars ensured better durability performances. These three SCMs used decreased the porosity and permeability of the cementitious material, mainly because of their fineness and because of the Portlandite consumption by the pozzolanic reactions produced by the incorporation of these SCMs in the mortar. In contrast, this behavior can be contradictory in carbonated mortars: transfer properties in the mortar, such as porosity, can be higher in mortars based on MK, VC, or PB than in the reference mortar (without SCM). Consequently, the resistance to carbonation is also influenced in the opposite way. A phenomenon directly attributable to the microcracking effect influenced by shrinkage due to carbonation. The effect of carbonation on the transfer properties therefore depends on the initial mineralogical composition of the material.

In order to simulate the carbonation depth of the different mortars studied, a model based on Artificial Neural Networks (ANN) was developed to predict the depth of carbonation of materials based on MK, VC and PB. The prediction model was developed using the experimental results of carbonation measured in accelerated and natural conditions. The model's development took into account parameters related to the characteristics of the mixture (cement content, SCMs content, mortar age) and parameters related to environmental conditions ( $\text{CO}_2$  concentration, relative humidity, temperature and exposure time to  $\text{CO}_2$ ). The learning, validation and testing performance of the developed ANN model showed very good correlations, exceeding 90%, between the experimental values and the values predicted by the model.

***Keywords:*** *Mortar, Metakaolin, Calcined Sediments, Brick Powder, Durability, Transfer properties, Carbonation, Artificial Neural Networks (ANN).*

## ملخص

من وجهة نظر بيئية واقتصادية، يهدف هذا البحث إلى المساهمة في تثمين الطين المكلس كإضافة معدنية في تكوين ملاط إسمنتي عادي. لذا، فإن الهدف من هذه الدراسة هو تقييم تأثير ثلاث المضافات معدنية والتي هي: الميكاكولين (MK)، رواسب السدود (VC) و مسحوق الأجر (BP) (المضافة عن طريق استبدال الاسمنت بجرعات مختلفة تتراوح من 10 إلى 30%) على الخصائص الفيزيائية والميكانيكية وعلى ديمومة الملاط الإسمنتي الذي تم اختياره. بالإضافة إلى الخصائص الميكانيكية التي تمت دراسته للملاط، تم تقييم بعض خصائص الانتقال داخل الملاط الإسمنتي، مثل نسبة الفراغات المفتوحة، الامتصاص الشعري، نفاذية الماء، نفاذية بخار الماء وكذلك اختبارات الكربنة (تحت الظروف المعجلة والطبيعية). تم أيضًا التطرق إلى دراسة تأثير كربنة المادة على خصائص الانتقال في هذا العمل التجريبي.

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن استبدال الأسمنت بنسبة 25% من الميكاكولين، 20% من رواسب السدود و15% من مسحوق الأجر أعطى أفضل مقاومة ميكانيكية للملاط الإسمنتي. لقد أظهر الملاط الذي يحتوي على الميكاكولين (MK) أفضل أداء، سواء من الناحية الفيزيائية والميكانيكية من حيث الديمومة، مقارنة بالملاط الآخر الذي يحتوي على رواسب السدود (VC) و مسحوق الأجر (BP). بالمقارنة مع الملاط المرجعي، يفر الملاط الذي يحتوي على الميكاكولين (MK)، رواسب السدود (VC) و مسحوق الأجر (BP) أفضل أداء من ناحية الديمومة. أدت هذه المضافات المعدنية الثلاثة المستخدمة بشكل خاص إلى تقليل نسبة الفراغات المفتوحة ونفاذية المادة الأسمنتية، ويرجع ذلك أساسًا إلى ن عومتها (دقيقة جدًا) وبسبب استهلاك هيدروكسيد الكالسيوم بواسطة التفاعلات البوزولانية الناتجة عن دمج هذه المضافات المعدنية في الملاط. من ناحية أخرى، في الملاط المكربن، يمكن أن يكون هذا السلوك متناقضًا: حيث يمكن أن تكون خصائص الانتقال في الملاط، مثل الفراغات، أعلى في حالة الملاط الذي يحتوي على الميكاكولين (MK)، رواسب السدود (VC) و مسحوق الأجر (BP)، مقارنة بالملاط المرجعي (بدون مضاف). ولذلك، فإن مقاومة الكربنة تتأثر أيضًا بشكل مختلف. ظاهرة تعزى مباشرة إلى التشققات المجهرية بسبب الانكماش الناتج عن الكربنة. وبالتالي فإن تأثير الكربنة على خصائص الانتقال يعتمد على التركيب المعدني الأولي للمادة. من أجل محاكاة عمق الكربنة للمواد المدروسة، تم تطوير نموذج رقمي يعتمد على الشبكات العصبية الاصطناعية للتنبؤ بعمق الكربنة في المواد المدمجة لكميات من الميكاكولين (MK)، رواسب السدود (VC) و مسحوق الأجر (BP). تم تطوير نموذج التنبؤ باستخدام النتائج التجريبية للكربنة في الظروف المتسارعة والطبيعية، مع مراعاة العوامل المتعلقة بخصائص الخليط (كمية الأسمنت، كمية الإضافة، و عمر الملاط) والعوامل المتعلقة بالظروف البيئية (تركيز ثاني أكسيد الكربون، الرطوبة النسبية، درجة الحرارة، و مدة التعرض لثاني أكسيد الكربون). أظهر أداء النموذج الرقمي علاقات (رياضية) جيدة جدًا تجاوزت 90% بين القيم التجريبية والقيم التي تنبأ بها النموذج.

**الكلمات المفتاحية:** ملاط إسمنتي، ميكاكولين، رواسب السدود، مسحوق الأجر، ديمومة، خصائص الانتقال، كربنة، شبكات عصبية اصطناعية.

<b>Table des matières</b> .....	<b>I</b>
<b>Liste des Figures</b> .....	<b>II</b>
<b>Liste des Tableaux</b> .....	<b>III</b>
<b>Nomenclature</b> .....	<b>IV</b>
<b>Introduction général</b> .....	<b>V</b>

**Chapitre I. Valorisation des déchets de construction et de démolition..... 25**

I.1. Introduction .....	25
I.2. Impact environnemental de ciment .....	26
I.3. Réduction des émissions de CO <sub>2</sub> des matériaux cimentaires.....	27
I.3.1. Réduction des émissions de CO <sub>2</sub> lors de la production du clinker .....	27
I.3.2. Réduction de la quantité de béton pour la réalisation d'un ouvrage .....	28
I.3.3. Réduction de la quantité de ciment par l'utilisation des additions minérales .....	29
I.4. Contexte normatif .....	29
I.4.1. Approche prescriptive .....	30
I.4.2. Approche performantielle .....	31
I.5. Additions minérales .....	32
I.5.1. Métakaolin .....	32
I.6. Déchet de construction et l'environnement .....	35
I.6.1. Déchet en Algérie .....	35
I.6.2. Déchets de la construction/démolition .....	36
I.6.3. Déchets - Sédiments issus de dragage (la vase).....	37
I.7. Valorisation et recyclage des déchets de la construction/démolition .....	38
I.7.1. Déchets utilisés dans le Béton.....	39
I.7.2. Sédiments issus de dragage.....	39
I.7.3. Déchets de démolition.....	41
I.7.4. Déchet de brique .....	42
I.8. Conclusion .....	44

**Chapitre II. Etat de l'art – Hydratation et carbonatation des matériaux cimentaires..... 44**

II.1. Introduction .....	47
II.2. Hydratation .....	48
II.2.1. Caractéristiques chimiques du ciment .....	48
II.2.2. Processus d'hydratation.....	48
II.2.3. Hydratation de la Portlandite (Ca(OH) <sub>2</sub> ) .....	49

---

II.2.4. Hydratation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) .....	50
II.2.5. Hydratation des aluminates .....	51
II.3. Hydratation des matériaux cimentaires à faible teneur en clinker.....	51
II.4. Paramètres influençant l'hydratation.....	52
II.5. Hydratation d'un ciment aux métakaolins (MK).....	52
II.5.1. Propriétés rhéologiques .....	52
II.5.2. Processus d'hydratation.....	53
II.5.3. Propriétés mécaniques .....	56
II.6. Hydratation d'un ciment aux sédiments issus de dragage (Vase Calcinée (VC)).....	58
II.6.1. Propriétés rhéologiques .....	58
II.6.2. Processus d'hydratation.....	59
II.6.3. Propriétés mécaniques .....	61
II.7. Hydratation d'un ciment à la poudre de brique (PB).....	64
II.7.1. Propriétés rhéologiques .....	64
II.7.2. Processus d'hydratation.....	65
II.7.3. Propriétés mécaniques .....	67
II.8. Microstructure des matériaux cimentaires .....	69
II.9. Transferts hydriques dans les matériaux cimentaires .....	69
II.9.1. Distribution de la taille des pores .....	70
II.9.2. Connectivité et tortuosité des pores.....	70
II.9.3. L'eau dans un matériau cimentaire.....	70
II.9.4. Modes de transferts dans un milieu poreux .....	71
II.10. Influence des additions minérales sur les indicateurs de durabilité.....	74
II.10.1. Durabilité.....	74
II.10.2. Porosité accessible à l'eau .....	75
II.10.3. Absorption d'eau par capillarité .....	78
II.10.4. Perméabilité.....	81
II.11. Processus de carbonatation .....	84
II.11.1. Diffusion et la dissolution du CO <sub>2</sub> dans la solution interstitielle .....	84
II.11.2. Carbonatation de la Portlandite (Ca(OH) <sub>2</sub> ).....	85
II.11.3. Carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) .....	86
II.11.4. Carbonatation des autres hydrates des bétons .....	86
II.11.5. Polymorphisme des carbonates de calcium .....	87
II.12. Principaux paramètres impactant la carbonatation .....	88
II.12.1. Température.....	88
II.12.2. Humidité relative .....	88
II.12.3. Concentration en CO <sub>2</sub> .....	89



---

II.12.4. Type et durée de cure.....	90
II.12.5. Rapport Eau/Ciment (E/C) .....	90
II.12.6. Degré de saturation des pores en eau liquide.....	91
II.12.7. Superplastifiant.....	91
II.12.8. Type et dosage de ciment .....	91
II.12.9. Additions minérales.....	92
II.13. Méthodes de caractérisation du phénomène de la carbonatation.....	96
II.13.1. Caractérisation macroscopique de la carbonatation.....	97
II.13.2. Caractérisation microscopique de la carbonatation .....	97
II.14. Influence de la carbonatation sur la microstructure des matériaux cimentaires.....	98
II.14.1. Modification des propriétés mécaniques .....	98
II.14.2. Retrait de carbonatation.....	99
II.14.3. Modification de la porosité (la distribution poreuse).....	99
II.14.4. Modification de la teneur en eau .....	102
II.14.5. Modification des propriétés de transfert.....	104
II.14.6. Microfissuration.....	106
II.15. Conclusion .....	106
<b>Chapitre III. Programme expérimental - Matériaux et Protocoles expérimentaux.....</b>	<b>108</b>
III.1. Introduction .....	109
III.2. Matériaux utilisés .....	110
III.2.1. Le ciment.....	110
III.2.2. Les additions minérales.....	112
III.2.3. Propriétés des additions minérales .....	118
III.3. Formulations des matériaux .....	121
III.4. Préparation des échantillons.....	122
III.4.1. Cure appliquée.....	123
III.5. Caractérisation physique et mécanique des mortiers modifiés .....	124
III.5.1. Essai de maniabilité.....	124
III.5.2. Air occlus .....	124
III.5.3. Caractéristiques mécaniques des mortiers.....	125
III.6. Caractérisation des paramètres de transfert.....	125
III.6.1. Mesure de la porosité accessible à l'eau .....	125
III.6.2. Mesure de l'absorption capillaire (la sorptivité) .....	126
III.6.3. Mesure de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau.....	127
III.6.4. Mesure de la perméabilité à l'eau.....	128

III.7. Carbonatation des mortiers modifiés.....	130
III.7.1. Teneur en Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) et C-S-H .....	130
III.7.2. Carbonatation accélérée .....	133
III.7.3. Carbonatation naturelle .....	135
III.8. Impact de la carbonatation .....	136
III.8.1. Microfissuration .....	137
III.9. Plan expérimental .....	138
<b>Chapitre IV. Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés non-carbonatés.....</b>	<b>140</b>
IV.1. Introduction .....	141
IV.2. Comportement physique des mortiers modifiés à l'état frais.....	142
IV.2.1. Maniabilité .....	142
IV.2.2. Air occlus .....	144
IV.3. Comportement mécanique des mortiers modifiés à l'état durci .....	145
IV.3.1. Résistance à la flexion et à la compression .....	145
IV.4. Détermination des paramètres du transfert des mortiers modifiés.....	149
IV.4.1. Porosité accessible à l'eau.....	149
IV.4.2. Absorption capillaire (la sorptivité) .....	153
IV.4.3. Perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) .....	155
IV.4.4. Perméabilité à l'eau.....	157
IV.5. Conclusion .....	158
<b>Chapitre V. Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés carbonatés .....</b>	<b>160</b>
V.1. Introduction .....	161
V.2. Carbonatation accélérée.....	162
V.2.1. Suivi de masse .....	165
V.2.2. Suivi de pH.....	165
V.3. Carbonatation naturelle .....	167
V.3.1. Suivi de la carbonatation par l'analyse thermogravimétrique (ATG) .....	170
V.4. Conséquences de la carbonatation.....	174
V.4.1. Influence de la carbonatation accélérée sur l'absorption capillaire.....	175
V.4.2. Influence de la carbonatation accélérée sur la porosité accessible à l'eau .....	177
V.4.3. Influence de la carbonatation accélérée sur la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE).....	179
V.4.4. Microfissuration. ....	181
V.5. Conclusion.....	183

---

<b>Chapitre VI. Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA).....</b>	<b>185</b>
VI.1. Introduction .....	186
VI.2. Applications des modèles empiriques .....	187
VI.3. Applications des modèles semi-empiriques (physico-chimiques) .....	187
VI.4. Applications des modèles de réseaux de neurones artificiels (RNA) .....	188
VI.4.1. Réseau de Neurones Artificiel .....	188
VI.4.2. Types de réseaux de neurones.....	189
VI.4.3. Architecture d'un réseau de neurones .....	190
VI.4.4. Apprentissage des réseaux de neurones .....	192
VI.4.5. Conception d'un réseau de neurones .....	193
VI.4.6. Performance d'un modèle de réseau de neurones .....	194
VI.4.7. Prédiction de la profondeur de carbonatation des matériaux cimentaires par l'approche neuronale (RNA).....	195
VI.5. Modélisation de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés .....	198
VI.5.1. Base de données .....	198
VI.5.2. Analyse statistique de base de données.....	202
VI.5.3. Architecture du réseau neuronal.....	203
VI.6. Analyse de la modélisation (RNA) .....	205
VI.7. Validation du modèle développé.....	208
VI.8. Conclusion .....	210
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>212</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>217</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>233</b>

**Liste des Figures**

<b>Figure I.1.</b> Production de ciment et les prévisions par région [5,35].	26
<b>Figure I.2.</b> Tendence des émissions de CO <sub>2</sub> par le ciment dans le monde industrie [37,38].	27
<b>Figure I.3.</b> Empreinte de carbone liée à la production des différents types de ciments normalisés [42,43].	28
<b>Figure I.4.</b> Estimation des quantités d'ajouts minéraux utilisées et disponibles dans le monde [43,49].	32
<b>Figure I.5.</b> Feuillet élémentaire de la kaolinite [43,51].	33
<b>Figure I.6.</b> Analyse par diffraction des rayons X du kaolin (a) et du métakaolin (b) [52].	33
<b>Figure I.7.</b> Parts des différents secteurs d'activité dans la production de déchets en 2012 [32].	35
<b>Figure I.8.</b> Compositions des déchets du bâtiment [55].	37
<b>Figure I.9.</b> Taux de comblement par rapport à la capacité totale des barrages Algériens (ANBT, 2011) [56].	38
<b>Figure I.10.</b> Caractérisation de la vase du barrage de Chorfa par DRX [14].	40
<b>Figure I.11.</b> Caractérisation par DRX (a) et l'analyse thermique différentielle (ATD) de la vase du barrage de Chorfa II (b) [21].	41
<b>Figure I.12.</b> Schéma de fabrication des briques en terre cuite [60].	42
<b>Figure I.13.</b> Caractérisation par DRX (a) et par MEB (b) de la poudre de brique [63].	42
<b>Figure II.1.</b> Composants du clinker [66,67].	48
<b>Figure II.2.</b> Structure cristalline de la Portlandite (a) et image au MEB de cristaux de Portlandite (b) [72].	50
<b>Figure II.3.</b> Microscopie électronique à balayage de C-S-H poussant à la surface de grains d'alite (à gauche) (a) et microscope électronique à balayage de C-S-H dans une pâte de ciment hydratée (b) [68,74].	50
<b>Figure II.4.</b> Micrographie SE d'une fracture de béton montrant une pelote d'ettringite [72,78].	51
<b>Figure II.5.</b> Évolution de l'affaissement des bétons (a) [93] et évolution de la maniabilité des mortiers (sans superplastifiant et a même E/L = 0.5) en fonction du taux de substitution en métakaolins (b) [94].	53
<b>Figure II.6.</b> Développement de la chaleur d'hydratation totale pour les échantillons de mortier à base du MK [52].	54
<b>Figure II.7.</b> ATD d'une pâte durcie contenant 20% du MK en substitution du ciment à 1, 28 et 109 jours [102].	55
<b>Figure II.8.</b> Consommation de la Portlandite au cours du temps pour différentes argiles calcinées (K = Kaolinite, H = Halloysite, S1/S2 = Montmorillonite, S3 = Hectorite, I = Illite) [23,99].	56
<b>Figure II.9.</b> Résistance à la flexion des mortiers à base du MK [109].	57
<b>Figure II.10.</b> Résistance à la compression au jeune âge des mortiers à base du MK [52].	58
<b>Figure II.11.</b> Influence du dosage en superplastifiant sur la maniabilité des mortiers à base de sédiments calcinés [21].	59
<b>Figure II.12.</b> Évolution de la chaleur d'hydratation et le flux dégagé en fonction du temps des pâtes à base de la vase calcinée [14].	60
<b>Figure II.13.</b> Évolution de la chaleur d'hydratation et de flux dégagé des mortiers à base de sédiments calcinés [21].	61
<b>Figure II.14.</b> Résistance à la flexion des mortiers à base de sédiments calcinés [120,121].	62
<b>Figure II.15.</b> Evolution de la fraction de la résistance à la compression des bétons à base de vase par rapport au béton de référence [49].	63
<b>Figure II.16.</b> Résistance à la compression des liants (a) [127] et des mortiers à base de la vase calcinée (b) [121].	64
<b>Figure II.17.</b> Demande en eau du mélange de ciment avec et sans la poudre de brique [61,63].	64

<b>Figure II.18.</b> Hydrates issus de la réaction pouzzolanique [138].	66
<b>Figure II.19.</b> ATD des pâtes de ciment à base de la poudre de brique [63,139].	66
<b>Figure II.20.</b> Résistance à la flexion des bétons (a) [141] et des mortiers (b) [130] à base de la poudre de brique.	67
<b>Figure II.21.</b> Résistance à la compression des mortiers à base de la poudre de brique [139].	68
<b>Figure II.22.</b> Schématisation de la microstructure de matériaux [48].	69
<b>Figure II.23.</b> Schématisation du matériau cimentaire en tant que milieu poreux [68].	70
<b>Figure II.24.</b> Différentes formes d'eau dans un matériau cimentaire [149].	71
<b>Figure II.25.</b> L'eau dans le gel de C-S-H [150,151] (a) et l'eau dans les zones d'adsorption empêchée et de la transition avec les pores capillaires [14,152] (b).	71
<b>Figure II.26.</b> Modes d'adsorption suivant l'HR de l'air ambiant du matériau [148].	72
<b>Figure II.27.</b> Schématisation du processus de transport d'eau dans un milieu poreux en fonction de l'HR ambiante [69].	72
<b>Figure II.28.</b> Isotherme de désorption d'un béton ordinaire [155] (a) et différents types d'isothermes d'adsorption (b) [156].	73
<b>Figure II.29.</b> Courbe de pression capillaire déduite de l'isotherme de sorption [157].	74
<b>Figure II.30.</b> Porosité accessible à l'eau des différents bétons (a) [48] et distribution de la taille des pores du mortier (b) à base du MK [164].	76
<b>Figure II.31.</b> Porosité accessible à l'eau des différents bétons à base de la vase calcinée [14].	77
<b>Figure II.32.</b> Porosité totale des différents mortiers à base de la poudre de brique [25].	78
<b>Figure II.33.</b> Microstructure des échantillons de pâte : (a) Structure des pores de pâte avec 15% de la PB et (b) structure pores de pâte avec 25% de la PB [170].	78
<b>Figure II.34.</b> Evolution du coefficient d'absorption d'eau des bétons testés en fonction de la racine carrée du temps [48].	79
<b>Figure II.35.</b> Evolution de la distribution de la taille des pores des mortiers à base de la VC [121].	80
<b>Figure II.36.</b> Coefficient d'absorption capillaire des mortiers à base de la poudre de brique [29].	81
<b>Figure II.37.</b> Evolution de la perméabilité au gaz des bétons incorporant du métakaolin [173].	82
<b>Figure II.38.</b> Evolution de la perméabilité à l'eau des bétons à base de sédiments calcinés [14].	83
<b>Figure II.39.</b> Evolution de la perméabilité à l'eau par absorption capillaire des bétons à base de la poudre de brique [26].	84
<b>Figure II.40.</b> Spéciation du système des carbonates en fonction du pH [68].	85
<b>Figure II.41.</b> Illustration du mécanisme de carbonatation de la Portlandite [68,180].	86
<b>Figure II.42.</b> Micrographies (MEB) de cristaux de calcite (a), de vaterite (b) et de cristaux d'aragonite (c) [68,186].	87
<b>Figure II.43.</b> Profondeur de carbonatation des bétons sans (a) et avec des cendres volantes (b) sous l'effet de la température [190].	88
<b>Figure II.44.</b> Vitesse de la carbonatation en fonction de l'humidité relative [48].	89
<b>Figure II.45.</b> Profondeur de la carbonatation d'un béton à base de CEM I (20°C, 65% HR) en fonction du temps et de la concentration en CO <sub>2</sub> [68,192].	89
<b>Figure II.46.</b> Profondeur de la carbonatation du béton en fonction de la durée de cure [193].	90
<b>Figure II.47.</b> Influence du rapport E/C sur la vitesse de la carbonatation naturelle [198].	91
<b>Figure II.48.</b> Influence de la nature du ciment sur la profondeur de carbonatation [201].	92
<b>Figure II.49.</b> Influence du métakaolin (MK) sur la profondeur de carbonatation [31].	94
<b>Figure II.50.</b> Profondeur de carbonatation accélérée après 28 jours d'exposition en fonction de la teneur en Portlandite [114].	94
<b>Figure II.51.</b> Profondeur de carbonatation des bétons (a) [14] et des mortiers (b) à base de sédiments calcinés [118].	95

<b>Figure II.52.</b> Profondeur de carbonatation accélérée après 28 jours d'exposition au CO <sub>2</sub> des mortiers à base de la poudre de brique [209].....	96
<b>Figure II.53.</b> Taille de pores des matériaux sains et carbonatés [68]. .....	101
<b>Figure II.54.</b> Evolution de la connectivité du réseau poreux des matériaux sains et carbonatés [68].....	102
<b>Figure II.55.</b> Taux de saturation du béton mesuré par gammadensimétrie [215]. .....	103
<b>Figure II.56.</b> Effet de la carbonatation sur la teneur en eau des matériaux [68]. .....	103
<b>Figure II.57.</b> Essais de diffusions des chlorures sur des mortiers carbonatés et non-carbonatés (pente des droites proportionnelle au coefficient de diffusion) [233]. .....	104
<b>Figure II.58.</b> Perméabilité effective $K_e$ des matériaux sains et carbonatés en fonction de la saturation $S_i$ [68]. .....	105
<b>Figure III.1.</b> Analyse granulométrique des sables.....	111
<b>Figure III.2.</b> Courbes granulométriques (par sédimentation) des additions utilisés. ....	112
<b>Figure III.3.</b> Analyse par diffraction des rayons X du kaolin. ....	113
<b>Figure III.4.</b> Etapes de la préparation du métakaolin (MK).....	114
<b>Figure III.5.</b> Courbes ATG/ATD du kaolin. ....	114
<b>Figure III.6.</b> Carte schématique du bassin versant du barrage de Sikkak (a) et vue sur la cuvette du barrage de Sikkak (b). ....	115
<b>Figure III.7.</b> Analyse par diffraction des rayons X de la vase du barrage de Sikkak.....	115
<b>Figure III.8.</b> Etapes de la préparation de la vase calcinée (VC).....	116
<b>Figure III.9.</b> Courbes ATG/ATD de la vase du barrage de Sikkak.....	116
<b>Figure III.10.</b> Déchets de brique à la briqueterie d'El-Malah.....	117
<b>Figure III.11.</b> Etapes de la préparation de la poudre de brique (PB). ....	117
<b>Figure III.12.</b> Valeur de bleu de méthylène ( $V_{BS}$ ) en fonction de la durée de calcination.....	118
<b>Figure III.13.</b> Morphologie (MEB) des additions minérales utilisées (MK, VC et PB). ....	120
<b>Figure III.14.</b> Diffractogrammes de rayons X (DRX) du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB).....	120
<b>Figure III.15.</b> Différentes tailles d'éprouvettes du mortier.....	123
<b>Figure III.16.</b> Epruvettes conservées dans de l'eau. ....	124
<b>Figure III.17.</b> Dispositif de l'essai de la résistance à la flexion (a) et la résistance à la compression (b) pour les mortiers.....	125
<b>Figure III.18.</b> Principe de la mesure de la porosité accessible à l'eau. ....	126
<b>Figure III.19.</b> Schéma de principe de l'essai de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau 'wet-cup method' (a) et la mise en place des échantillons (b). ....	128
<b>Figure III.20.</b> Schéma de principe de perméamètre à l'eau utilisé au laboratoire EOLE [177].....	129
<b>Figure III.21.</b> Dessiccateur utilisé pour la saturation complète des disques du mortier (avant l'essai de la perméabilité à l'eau) (a) et le perméabilimètre utilisé pour la mesure de la perméabilité à l'eau liquide (Laboratoire EOLE) (b).....	130
<b>Figure III.22.</b> Analyseur Thermogravimétrique (ATG) au LaSIE (Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement) à l'Université de La Rochelle.....	132
<b>Figure III.23.</b> Exemple sur la méthode de dé-convolution utilisée pour la quantification approximative de la Portlandite et les C-S-H obtenus à partir d'une courbe ATD (DTG) [48].....	132
<b>Figure III.24.</b> Enceinte de carbonatation accélérée (a) et mortier carbonaté de section (40x40) mm <sup>2</sup> en condition de carbonatation accélérée (b). ....	133
<b>Figure III. 25.</b> Mesure du pH d'une poudre de mortier.....	135
<b>Figure III.26.</b> Epruvettes de mortier exposées à une carbonatation naturelle.....	135
<b>Figure III.27.</b> Propriétés de transfert : la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire et la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau. ....	137

<b>Figure III.28.</b> Imprégnation de la pâte de ciment (PC) ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) $\text{mm}^2$ avant et après un essai de carbonatation accélérée et observation sous lampe UV (a) et après traitement d'images (b). .....	138
<b>Figure IV.1.</b> Maniabilité des mortiers avec différents dosages en MK. ....	142
<b>Figure IV.2.</b> Maniabilité des mortiers avec différents dosages en VC. ....	143
<b>Figure IV.3.</b> Maniabilité des mortiers avec différents dosages en PB. ....	143
<b>Figure IV.4.</b> Air occlus des différents mortiers testés avec différents dosages en MK, VC et PB. ....	144
<b>Figure IV.5.</b> Résistance à la flexion des mortiers à base de métakaolin (MK). ....	145
<b>Figure IV.6.</b> Résistance à la flexion des mortiers à base de la vase calcinée (VC). ....	145
<b>Figure IV.7.</b> Résistance à la flexion des mortiers à base de la poudre de brique (PB). ....	144
<b>Figure IV.8.</b> Résistance à la compression des mortiers à base du métakaolin (MK). ....	147
<b>Figure IV.9.</b> Résistance à la compression des mortiers à base de la vase calcinée (VC). ....	148
<b>Figure IV.10.</b> Résistance à la compression des mortiers à base de la poudre de brique (PB). ....	148
<b>Figure IV.11.</b> Analyses ATD relatifs aux mortiers MC, MK25, VC20 et PB15. ....	149
<b>Figure IV.12.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers à base du métakaolin (MK). ....	150
<b>Figure IV.13.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de la vase calcinée (VC). ....	150
<b>Figure IV.14.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de la poudre de brique (PB). ....	151
<b>Figure IV.15.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de différents ajouts (MK, VC et PB) à l'âge de 90 jours. ....	152
<b>Figure IV.16.</b> Morphologies de la matrice cimentaire des mortiers à base du MK et de la PB. ....	152
<b>Figure IV.17.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers à base du de métakaolin (MK). ....	153
<b>Figure IV.18.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers à base de la vase calcinée (VC). ....	154
<b>Figure IV.19.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers à base de la poudre de brique (PB). ....	155
<b>Figure IV.20.</b> Diffusion de la vapeur d'eau des mortiers testés. ....	156
<b>Figure IV.21.</b> Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers testés. ....	156
<b>Figure IV.22.</b> Perméabilité à l'eau liquide des mortiers testés. ....	158
<b>Figure V.1.</b> Profondeur de la carbonatation accélérée des mortiers à base du métakaolin (MK). ....	162
<b>Figure V.2.</b> Profondeur de la carbonatation accélérée des mortiers à base de la vase calcinée (VC). ....	163
<b>Figure V.3.</b> Profondeur de carbonatation accélérée des mortiers à base de la poudre de brique (PB). ....	163
<b>Figure V.4.</b> Sections transversales des échantillons de mortier carbonatés ( $40 \times 40$ ) $\text{mm}^2$ pulvérisées à la phénolphtaléine, après une carbonatation accélérée pendant 28 jours. ....	164
<b>Figure V.5.</b> Evolution du gain en masse en fonction de la profondeur de carbonatation des mortiers étudiés. ....	166
<b>Figure V.6.</b> Evolution du pH en fonction de la profondeur de carbonatation des mortiers étudiés. ....	166
<b>Figure V.7.</b> Profondeur de carbonatation naturelle dans les mortiers testés. ....	167
<b>Figure V.8.</b> Sections transversales des échantillons de mortier carbonatés ( $40 \times 40$ ) $\text{mm}^2$ pulvérisées à la phénolphtaléine, après une carbonatation naturelle pendant 12 mois. ....	168
<b>Figure V.9.</b> Profondeur de carbonatation en condition accélérée et naturelle des mortiers à base de métakaolin (MK). ....	168
<b>Figure V.10.</b> Corrélation entre les profondeurs de la carbonatation accélérée et celle mesurée en conditions naturelles des différents mortiers étudiés. ....	169
<b>Figure V.11.</b> Analyses ATD des mortiers modifiés carbonatés et non-carbonatés. ....	170
<b>Figure V.12.</b> Analyses ATD du mortier de contrôle (MC) carbonaté et non-carbonaté. ....	171
<b>Figure V.13.</b> Analyses ATD du mortier MK25 carbonaté et non-carbonaté. ....	172
<b>Figure V.14.</b> Analyses ATD du mortier VC20 carbonaté et non-carbonaté. ....	172
<b>Figure V.15.</b> Analyses ATD du mortier PB15 carbonaté et non-carbonaté. ....	173

<b>Figure V.16.</b> Profils de $\text{CaCO}_3$ et de $\text{Ca(OH)}_2$ des mortiers MC, MK25, VC20 et PB15 soumis à une carbonatation naturelle pendant 12 mois. ....	174
<b>Figure V.17.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK. ....	175
<b>Figure V.18.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC. ....	176
<b>Figure V.19.</b> Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB. ....	176
<b>Figure V.20.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK. ....	178
<b>Figure V.21.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC. ....	178
<b>Figure V.22.</b> Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB. ....	179
<b>Figure V.23.</b> Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK. ....	180
<b>Figure V.24.</b> Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC. ....	180
<b>Figure V.25.</b> Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB. ....	181
<b>Figure V.26.</b> Photos des pâtes ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) $\text{mm}^2$ à base du MK avant et après la carbonatation (après traitement d'image). ....	182
<b>Figure V.27.</b> Photos des pâtes ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) $\text{mm}^2$ à base de la VC avant et après la carbonatation (après traitement d'image). ....	182
<b>Figure V.28.</b> Photos des pâtes ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) $\text{mm}^2$ à base de PB avant et après la carbonatation (après traitement d'image). ....	183
<b>Figure VI.1.</b> Mise en correspondance neurone biologique/neurone artificiel [282]. ....	188
<b>Figure VI.2.</b> Schéma général d'un réseau de perceptrons multicouche [282]. ....	190
<b>Figure VI.3.</b> Types de fonctions d'activation [271]. ....	191
<b>Figure VI.4.</b> Conception d'un réseau neuronal [292]. ....	193
<b>Figure VI.5.</b> Résultats de l'expérimentation et des réseaux de neurones avec différents rapports E/C [294]. ....	195
<b>Figure VI.6.</b> Comparaison entre la rétro-propagation et la fonction radiale pour la prédiction de la profondeur de carbonatation [295]. ....	196
<b>Figure VI.7.</b> Relation entre les profondeurs de carbonatation estimées à l'aide du modèle développé (RNA) et les profondeurs mesurées expérimentalement [298]. ....	197
<b>Figure VI.8.</b> Architecture du réseau RNA. ....	204
<b>Figure VI.9.</b> Apprentissage (a), validation (b), test (c) et toutes les données (d) correspondant à l'ensemble de données. ....	206
<b>Figure VI.10.</b> Erreurs entre les valeurs expérimentales et prédites de la profondeur de carbonatation. ...	208
<b>Figure VI.11.</b> Valeurs de la carbonatation prédites par RNA en fonction des valeurs observées (données collectées [29,31,118]). ....	210



*Liste des tableaux*

<b>Tableau I.1.</b> Émissions de CO <sub>2</sub> lors de la confection de bétons à base de MK [47].	29
<b>Tableau I.2.</b> Valeurs limites spécifiées applicables à la composition et aux propriétés du béton selon EN 206-1 [14].	31
<b>Tableau I.3.</b> Propriétés physiques-chimiques moyennes du métakaolin [48].	34
<b>Tableau I.4.</b> Réactivité pouzzolanique (mg de Ca(OH) <sub>2</sub> /g de matériau) [48].	34
<b>Tableau I.5.</b> Quelques barrages envasés en Algérie [14].	38
<b>Tableau I.6.</b> Propriétés des sédiments issus de dragage tirés de la littérature [14,21,57].	40
<b>Tableau I.7.</b> Propriétés des poudres de brique tirés de la littérature [63].	43
<b>Tableau II.1.</b> Principaux constituants du clinker [68,69].	48
<b>Tableau II.2.</b> Réactions d'hydratation des composés anhydres du ciment [68].	49
<b>Tableau II.3.</b> Porosité au mercure d'échantillons de mortiers soumis à des essais de carbonatation [215].	100
<b>Tableau III.1.</b> Composition chimique et minéralogique du ciment Portland CEM I 42.5N.	110
<b>Tableau III.2.</b> Composition chimique des sables.	111
<b>Tableau III.3.</b> Caractéristiques physiques des sables.	111
<b>Tableau III.4.</b> Propriétés de superplastifiant CHRYSO Fluid Premia 180.	112
<b>Tableau III.5.</b> Propriétés des additions minérales utilisées.	119
<b>Tableau III.6.</b> Compositions des différents mortiers testés.	121
<b>Tableau III.7.</b> Compositions des différentes pâtes testées.	122
<b>Tableau III.8.</b> Tableau récapitulatif des essais effectués.	139
<b>Tableau VI.1.</b> Base de données pour la modélisation.	198
<b>Tableau VI.2.</b> Analyse statistique des données.	203
<b>Tableau VI.3.</b> Corrélation entre les variables.	203
<b>Tableau VI.4.</b> Coefficient de corrélation ( <i>R</i> ) pour le modèle linéaire et quadratique.	203
<b>Tableau VI.5.</b> Performance du modèle RNA.	207
<b>Tableau VI.6.</b> Base de données collectés [29,118,31].	209

### *Abréviation des mortiers et pâtes*

MC mortier de contrôle (témoin) à base de CEM I (Ciment Portland);  
MK10 mortier contenant 10% du métakaolin (en % massique);  
MK15 mortier contenant 15% du métakaolin (en % massique);  
MK20 mortier contenant 20% du métakaolin (en % massique);  
MK25 mortier contenant 25% du métakaolin (en % massique);  
MK30 mortier contenant 30% du métakaolin (en % massique);  
VC10 mortier contenant 10% de la vase calcinée (en % massique);  
VC15 mortier contenant 15% de la vase calcinée (en % massique);  
VC20 mortier contenant 20% de la vase calcinée (en % massique);  
VC25 mortier contenant 25% de la vase calcinée (en % massique);  
VC30 mortier contenant 30% de la vase calcinée (en % massique);  
PB10 mortier contenant 10% de la poudre de brique (en % massique);  
PB15 mortier contenant 15% de la poudre de brique (en % massique);  
PB20 mortier contenant 20% de la poudre de brique (en % massique);  
PB25 mortier contenant 25% de la poudre de brique (en % massique);  
PB30 mortier contenant 30% de la poudre de brique (en % massique);  
PC pâte de contrôle à base de CEM I (Ciment Portland);  
PMK10 pâte contenant 10% du métakaolin (en % massique);  
PMK15 pâte contenant 15% du métakaolin (en % massique);  
PMK20 pâte contenant 20% du métakaolin (en % massique);  
PMK25 pâte contenant 25% du métakaolin (en % massique);  
PMK30 pâte contenant 30% du métakaolin (en % massique);  
PVC10 pâte contenant 10% de la vase calcinée (en % massique);  
PVC15 pâte contenant 15% de la vase calcinée (en % massique);  
PVC20 pâte contenant 20% de la vase calcinée (en % massique);  
PVC25 pâte contenant 25% de la vase calcinée (en % massique);  
PVC30 pâte contenant 30% de la vase calcinée (en % massique);  
PPB10 pâte contenant 10% de la poudre de brique (en % massique);  
PPB15 pâte contenant 15% de la poudre de brique (en % massique);  
PPB20 pâte contenant 20% de la poudre de brique (en % massique);  
PPB25 pâte contenant 25% de la poudre de brique (en % massique);  
PPB30 pâte contenant 30% de la poudre de brique (en % massique).

### Signification

ATD	analyse thermique différentielle (DTG en anglais) (%/min) ;
ATG	analyse thermogravimétrique (%) ;
C	quantité du ciment (g) ;
Ca(OH) <sub>2</sub>	Portlandite ;
CaCO <sub>3</sub>	carbonate de calcium ;
C-A-S-H	silico-aluminates de calcium hydraté ;
C <sub>CO2</sub>	concentration du CO <sub>2</sub> (%) ;
C <sub>D</sub>	profondeur de carbonatation (mm) ;
CH	hydroxyde de chaux ;
CO <sub>2</sub>	dioxyde de carbone ;
C-S-H	silicate de calcium hydraté ;
C <sub>T</sub>	âge du mortier (jours) ;
DRX	diffraction des rayons X ;
ε	porosité accessible à l'eau (%) ;
E/C	rappport massique Eau sur ciment ;
E/L	rappport massique Eau sur Liant ;
E <sub>T</sub>	temps d'exposition (jours) ;
HR	humidité relative (%) ;
K <sub>L</sub>	coefficient de la perméabilité à l'eau (m <sup>2</sup> ) ;
M <sub>A</sub>	quantité de l'ajout (g) ;
MEB	microscope électronique à balayage ;
MK	métakaolin ;
MSE	erreur quadratique moyenne ;
P	perméance ;
PB	poudre de brique ;
PTVE	perméabilité par transmission de la vapeur d'eau ;
Q <sub>L</sub>	débit de l'eau (m <sup>3</sup> /s) ;
R	coefficient de détermination ;
RNA	réseaux de neurones artificiels ;
SP	Superplastifiant (%) ;
S <sub>w</sub>	coefficient de sorptivité (mm/min <sup>0,5</sup> ) ;
T	température (°C) ;
UV	lampe ultra-violette ;
V <sub>BS</sub>	valeur de bleu de méthylène ;
VC	vase calcinée ;
WVT	water vapor transmission ;
τ	tortuosité.

## **Introduction générale**

### **Contexte**

Le ciment, composant principal du béton, est le matériau de construction le plus utilisé depuis plus d'un siècle. Cependant, la production de ciment, notamment le ciment Portland, est incompatible avec les principes du développement durable, en raison de son impact environnemental important [1]. En 2021, la production mondiale de ciment a généré environ 2,9 milliards de tonnes de CO<sub>2</sub> [2] et si aucune nouvelle stratégie de réduction n'est mise en œuvre, cette émission de CO<sub>2</sub> devrait augmenter de 10,6% d'ici 2030 [3]. Cette quantité de CO<sub>2</sub> représente environ 8% des émissions mondiales de CO<sub>2</sub> [4,5], qui correspondent à 5% des émissions de gaz à effet de serre (GES) [6,7], ce qui constitue un problème majeur face aux défis climatiques actuels. L'industrie du ciment nécessite également de grandes quantités de matières premières et d'énergie, représentant 50 à 60% des coûts de production [8], avec des besoins énergétiques de 110 à 120 kWh par tonne de ciment [9,10]. Cela fait de l'industrie une source majeure de pollution et un secteur clé pour la recherche de solutions écologiques et économiques. Dans ce contexte, plusieurs approches sont explorées pour réduire l'empreinte carbone de la production de ciment. L'utilisation de sous-produits locaux, y compris les argiles calcinées dans la fabrication de béton, représente une alternative prometteuse pour réduire les émissions de CO<sub>2</sub> et améliorer les propriétés mécaniques des matériaux. Cet intérêt reflète le fait que les argiles sont largement abondantes dans la croûte terrestre, et que leur activation thermique nécessite des températures nettement inférieures à celles utilisées pour la production du clinker [11].

En outre, l'industrie des matériaux de construction est toujours accompagnée par des produits secondaires, ou des déchets de construction/démolition qui ont une incidence sur l'environnement. En Algérie, les déchets de construction, notamment ceux issus de la démolition, sont rarement recyclés, bien qu'ils constituent un problème environnemental croissant [12]. En 2012, environ 11 millions de tonnes de déchets de construction ont été générées, dont 85% étaient des déchets de béton et de maçonnerie [13]. De plus, le dragage des retenues des barrages, notamment la vase (les sédiments), est devenue une solution nécessaire pour prolonger la durée de vie des infrastructures, mais le stockage de ces sédiments constitue un défi environnemental [14].

### **Problématique et objectifs de la thèse**

Il est essentiel que chaque construction cimentaire puisse maintenir sa solidité et sa durabilité tout au long de sa durée de vie. Cependant, les matériaux cimentaires, en général, sont des matériaux poreux qui peuvent être pénétrés par des agents agressifs, provenant des milieux extérieurs et qui peuvent réduire leurs performances, comme le dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), les ions chlorures et les ions sulfates. Par conséquent, l'étude de la durabilité des nouveaux mélanges cimentaires contenant des nouveaux sous-produits, tels que les argiles et les déchets de construction/démolition, est importante, et une meilleure compréhension de leurs performances à long terme est donc nécessaire avant toute réalisation industrielle. De nombreuses études ont montré que le métakaolin améliore les performances des matériaux cimentaire, tend qu'ils sont employés en quantité limitée [15,16]. Khatib *et al.* [17] ont

indiqué que la résistance à la compression des mortiers commence à diminuer lorsque la proportion de ciment remplacée par du métakaolin dépasse 30%. Plus récemment, Ouldkaoua *et al.* [18] ont constaté qu'après 90 jours de durcissement, la résistance à la compression du béton avec 10% du métakaolin a augmenté jusqu'à 16% par rapport au mélange témoin, et que l'utilisation du métakaolin a été utile pour améliorer la durabilité des bétons. Le renforcement de la microstructure des matériaux cimentaires par les produits de la réaction pouzzolanique du métakaolin, se traduit par une diminution totale de la porosité [19,20] et par conséquent, une durabilité accrue. D'autre part, des études récentes [21, 22-24] ont montré que la vase (les sédiments des barrages) et la poudre de brique présentent des propriétés pouzzolaniques très intéressantes. Safer [14] a remarqué qu'après 90 jours de durcissement, la résistance à la compression des bétons avec 10 et 20% était supérieure à celles du béton de référence. De même, Ortega *et al.* [25] ont signalé que la résistance à la compression à long terme des mortiers contenant de 10 à 20% de la poudre de brique a été plus élevée que celle du mortier témoin. Ma *et al.* [26] ont noté que l'incorporation des déchets de brique réduit la perméabilité du matériau, et que le béton avec 30% de la poudre de brique possède le plus faible coefficient de la perméabilité. L'incorporation des métakaolins améliorent la durabilité des matériaux cimentaire [25], ce qui et on accore avec les résultats de Duan *et al.* [27] qui ont constaté que le métakaolin réduit la cinétique de la carbonatation des bétons. Des observations similaires ont été faites par Bernal [28]. Safer [14] a rapporté l'effet positif de la substitution du ciment par la vase. De même, Schachow *et al.* [29] ont montré que la profondeur de la carbonatation naturelle diminue avec l'augmentation de la poudre de brique ajoutée dans le matériau. En revanche, d'autres recherches [30,31] ont signalé que l'incorporation du métakaolin réduit la résistance à la carbonatation des matériaux cimentaire, et que la profondeur de la carbonatation devient plus importante quand la quantité du ciment remplacé par le métakaolin augmente. Selon ces auteures, la consommation de la Portlandite par la réaction pouzzolanique favorise la pénétration de CO<sub>2</sub> dans la matrice cimentaire.

La littérature montre clairement que de nombreuses études ont été réalisées ces dernières années, dans la compréhension de l'effet de ces ajouts minéraux sur diverses propriétés des matériaux. Cependant, les recherches présentent une certaine divergence dans les résultats, et de même, aucune étude n'a été menée sur la comparaison entre les effets du métakaolin, de la vase calcinée et de la poudre de brique sur les différentes performances mécaniques et de durabilité des matériaux cimentaires. En complément, les structures réelles en béton armé seraient soumises directement à la carbonatation atmosphérique dans le cadre des conditions d'exposition. En ce sens, il semble très nécessaire de prendre en considération les processus de transfert hydrique qui se produisent simultanément à la carbonatation. Ainsi, que l'état hydrique des structures en béton armé conditionne leur durabilité tout au long de leur durée de service. Cependant, il existe très peu de travaux dans la littérature qui s'intéressent aux propriétés de transfert (transferts hydriques) des matériaux cimentaires carbonatés, notamment pour les matériaux contenant des additions minérales.

Afin de réduire à la fois, l'empreinte carbone de la production de ciment et les énormes quantités des déchets de construction/démolition, le travail de recherche dans cette thèse est focalisé sur la valorisation des déchets et sous-produits industriels dans la fabrication des matériaux cimentaires plus durables et écologiques. L'objectif principal est d'étudier le comportement physique et mécanique ainsi que les performances de durabilité du mortier à

base de trois différents ajouts minéraux (le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique), tout en s'intéressant aux propriétés du transfert dans le mortier et en donnant l'intérêt majeur à la carbonatation du matériau et son impacte sur certaines propriétés de transfert hydrique au sein des mortiers modifiés par ces ajouts. Alors, un accent particulier est mis sur l'évaluation de la résistance à la compression, de la porosité ouverte (accessible à l'eau), de l'absorption d'eau par capillarité, de la perméabilité ainsi que sur l'évaluation de la profondeur de carbonatation (mesurée dans des conditions accélérées et naturelles). Cette carbonatation qui peut affecter d'autres propriétés de transfert, telles que la porosité la perméabilité et même la teneur en portlandite, qui sont des propriétés importantes contrôlant la durabilité du matériau cimentaire. Cette recherche explore donc la manière dont la carbonatation influence sur la performance des mortiers modifiés par différentes additions minérales, en particulier leur comportement vis-à-vis des transferts hydriques.

### **Organisation du mémoire**

Ce travail de recherche comporte trois parties : la première est liée à l'étude de l'influence des ajouts (le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) et la poudre de brique (PB)) sur les propriétés des mortiers, la seconde est consacrée à l'étude de l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transfert dans les mortiers testés, et la troisième partie est relative à la modélisation de la profondeur de carbonatation des mortiers. Pour ce faire, ce mémoire de thèse est structuré en six chapitres et une conclusion générale.

Le premier chapitre (I) donne une description sur l'impact environnemental de l'industrie du ciment et les enjeux associés aux déchets de construction, en soulignant la situation en Algérie. Ce chapitre met également en lumière les solutions possibles pour réduire ce problème environnemental. Tandis que le deuxième chapitre (II) est consacré, dans un premier temps, à une synthèse sur l'hydratation des matériaux cimentaires enrichis en ajouts minéraux (métakaolin, vase calcinée, poudre de brique), ainsi qu'aux effets de ces ajouts sur la microstructure du matériau cimentaire, sur ces propriétés mécaniques et ces paramètres de durabilité. Dans un deuxième lieu, une étude bibliographique qui traite un état des lieux sur la carbonatation des matériaux cimentaires a été présentée, avec un focus sur les mécanismes impliqués dans ce phénomène de carbonatation et son impact sur la durabilité des structures.

Le troisième chapitre (III) dans ce document présente la méthodologie expérimentale suivie pour la préparation des mortiers étudiés et les différents essais effectués par plusieurs dispositifs expérimentaux pour la mesure (à l'état frais et durci) des propriétés physiques et mécaniques, ainsi que de certaines propriétés du transfert dans le mortier et son comportement face à la carbonatation. Les résultats de l'effet des additions minérales utilisées (MK, VC et PB) sur ces propriétés indiquées ci-dessus concernant la performance mécanique et de durabilité sont présentés avec analyses dans le quatrième chapitre (IV). Cependant, les résultats des essais de la carbonatation menés sur les différents mortiers sont présentés dans le cinquième chapitre (V), avec une analyse de l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transfert des mortiers testés dans cette étude.

Le sixième chapitre (VI) est consacré dans ce mémoire à la partie modélisation de la carbonatation. Dans la première partie de ce chapitre, une synthèse sur les différents modèles prédictifs de la profondeur de carbonatation est exposée. Le modèle neuronale proposé pour la

prédiction de la profondeur de la carbonatation dans les différents échantillons des mortiers étudiés, ainsi que les analyses de la simulation numérique obtenue sont présentés dans la deuxième partie de ce chapitre.

Enfin une conclusion générale avec des perspectives envisageables pour les futurs travaux clôturent ce mémoire, où on met en évidence l'importance de la valorisation des sous-produits industriels et des déchets de construction dans la production des matériaux cimentaires durables. Les résultats obtenus montrent qu'il est possible de réduire l'empreinte écologique des matériaux cimentaires tout en améliorant leurs performances. La carbonatation, bien qu'un phénomène naturel, peut avoir un impact significatif sur la durabilité des structures en béton, ce qui nécessite une attention particulière dans la formulation des mortiers et des bétons à base de matériaux recyclés. Les travaux futurs pourront se concentrer sur l'optimisation de ces mélanges et sur la mise en place de pratiques de recyclage plus efficaces.

# Chapitre I.

## Valorisation des déchets de construction et de démolition

---

### Sommaire

I.1. Introduction.....	25
I.2. Impact environnemental de ciment.....	26
I.3. Réduction des émissions de CO <sub>2</sub> des matériaux cimentaires.....	27
I.3.1. Réduction des émissions de CO <sub>2</sub> lors de la production du clinker.....	27
I.3.2. Réduction de la quantité de béton pour la réalisation d'un ouvrage.....	28
I.3.3. Réduction de la quantité de ciment par l'utilisation des additions minérales.....	29
I.4. Contexte normatif.....	29
I.4.1. Approche prescriptive.....	30
I.4.2. Approche performantielle.....	31
I.5. Additions minérales.....	32
I.5.1. Métakaolin.....	32
I.6. Déchet de construction et l'environnement.....	35
I.6.1. Déchet en Algérie.....	35
I.6.2. Déchets de la construction/démolition.....	36
I.6.3. Déchets - Sédiments issus de dragage (la vase).....	37
I.7. Valorisation et recyclage des déchets de la construction/démolition.....	38
I.7.1. Déchets utilisés dans le Béton.....	39
I.7.2. Sédiments issus de dragage.....	39
I.7.3. Déchets de démolition.....	41
I.7.4. Déchet de brique.....	42
I.8. Conclusion.....	44



# Chapitre I.

## Valorisation des déchets de construction et de démolition

---

### I.1. Introduction

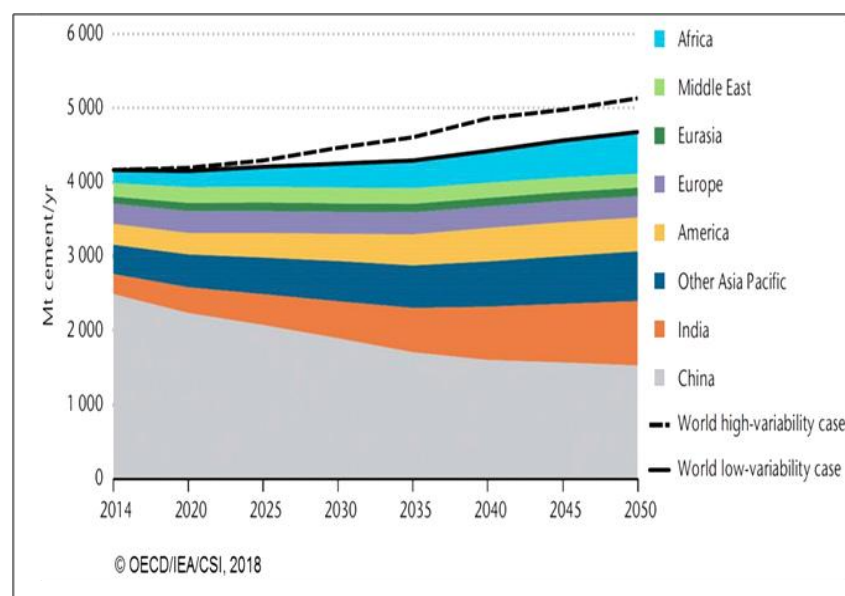
Actuellement, l'un des principaux défis auxquels l'humanité doit faire face pour assurer un niveau de vie adéquat aux générations présentes et futures, sont la protection de l'environnement et la préservation des ressources non renouvelables. Dans une vision intégrée au développement durable, la problématique des déchets doit être placée dans une perspective holistique de gestion des risques et des ressources, qui couvre tout le cycle de vie du déchet, depuis sa génération jusqu'au traitement ultime. Dans cette situation, il est important de valoriser le recyclage des déchets provenant de la déconstruction, car il permet de remplacer des ressources non renouvelables qui sont largement utilisées dans le secteur des matériaux cimentaires et réduire les zones de stockage (dépôt).

Ce chapitre décrit, dans un premier temps, les impacts environnementaux du ciment et les problèmes environnementaux liés aux déchets en général et en particulier aux déchets des matériaux cimentaires. On présente la gestion et l'activité de recyclage de ces matériaux en soulignant la situation en Algérie. Nous présentons aussi les différents déchets utilisés dans le domaine du génie civil. Dont l'objectif de réduire les problèmes environnementaux, ce chapitre permet à une description d'une approche de valorisation des déchets, et en somme, il permet à une définition plus en détail sur les problématiques et les objectifs de ce travail de thèse.

## I.2. Impact environnemental de ciment

Le ciment Portland est le liant hydraulique le plus répandu et utilisé au monde, dont la consommation à l'échelle mondiale est estimée aux environs de 200 kg de ciment par personne par an [8]. Cette matière pulvérulente, majoritairement constituée de clinker (80% de calcaire et 20% d'argile), est à l'origine à la fois d'une consommation accrue de matières premières et d'énergie, et représente également la principale source d'impacts environnementaux des matériaux cimentaire [32,33], en particulier les émissions de CO<sub>2</sub> due à la fabrication du ciment, ce qui présente 5% des émissions mondiales de gaz à effet de serre [6,7]. Avec l'augmentation de l'industrialisation, l'urbanisation et la croissance mondiale de la population allant de 8,2 à 9,8 milliards de personnes d'ici 2050 selon les estimations des Nations Unies [4,34], le béton jouera un rôle important dans la fourniture des solutions dans les domaines du logement, des infrastructures, des systèmes de transport et des projets de production d'énergie verte [2]. Les techniques de construction sont orientées vers une utilisation plus efficace des ressources, mais le béton reste néanmoins le matériau de construction principal et indispensable. Par conséquent, le ciment Portland doit être considéré comme indispensable pour la production de béton et son utilisation mondiale devrait augmenter de 12-13% d'ici 2050 [4,5]. La Figure I.1 montre la production de ciment prévue jusqu'en 2050. Les principaux impacts de la production du clinker sur l'environnement sont :

- ✓ La diminution des ressources naturelles,
- ✓ L'émission de CO<sub>2</sub> et la pollution.



**Figure I.1.** Production de ciment et les prévisions par région [5,35].

À l'étape de production du béton, les principales sources d'émissions de CO<sub>2</sub> sont: 88% lors de la production du ciment, 6% lors de la production des granulats et 6% lors du transport amont [36]. La part importante du ciment dans les émissions de CO<sub>2</sub> du béton s'explique par les fortes émissions liées à sa production en cimenterie. En effet, comme conséquence inévitable de la croissance mondiale de la production de ciment, les émissions de CO<sub>2</sub> ont

rapidement augmenté et la situation risque de se compliquer encore plus à l'avenir. En 1990, seulement 576 millions de tonnes de CO<sub>2</sub> ont été émises par l'industrie mondiale du ciment [37], mais en 24 ans, les émissions ont plus que triplé et atteint 2,083 milliards de tonnes en 2014 [6]. Si le taux actuel d'émissions de CO<sub>2</sub> est maintenu et qu'aucune autre stratégie de réduction n'est mise en œuvre, on prévoit que les émissions de CO<sub>2</sub> de l'industrie mondiale du ciment atteindront 2,34 milliards de tonnes en 2050 [38] (cf. Figure I.2).

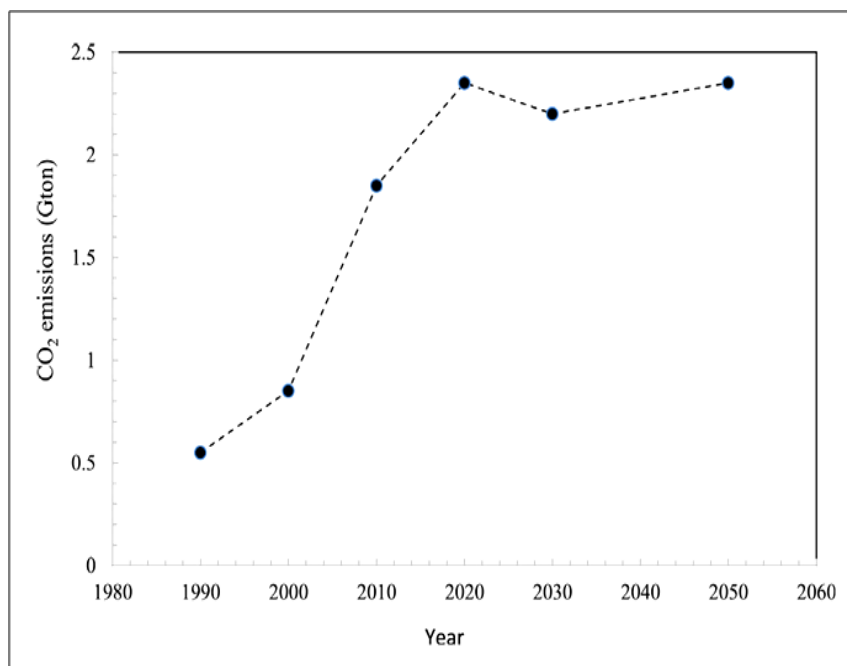


Figure I.2. Tendence des émissions de CO<sub>2</sub> par le ciment dans le monde industrie [37,38].

### I.3. Réduction des émissions de CO<sub>2</sub> des matériaux cimentaires

Le concept de développement durable comprend la conservation d'énergie, la protection de l'environnement et les ressources naturelles non renouvelables [1], ce qui est totalement incompatible avec l'industrie cimentaire. À l'heure actuelle, la protection de l'environnement est l'une des préoccupations majeures des chercheurs. Les principales approches afin de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> liées au ciment sont:

#### I.3.1. Réduction des émissions de CO<sub>2</sub> lors de la production du clinker

Une solution pour réduire les émissions de CO<sub>2</sub> du béton peut être adoptée directement, on améliorant les performances des procédés de cuisson. Il est possible de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> issues de la cuisson du cru dues à la production du clinker en utilisant du fuel à faible dégagement en CO<sub>2</sub>. Cependant, cette approche ne peut pas réduire l'émission du CO<sub>2</sub> issu de la décarbonatation du calcaire [32].

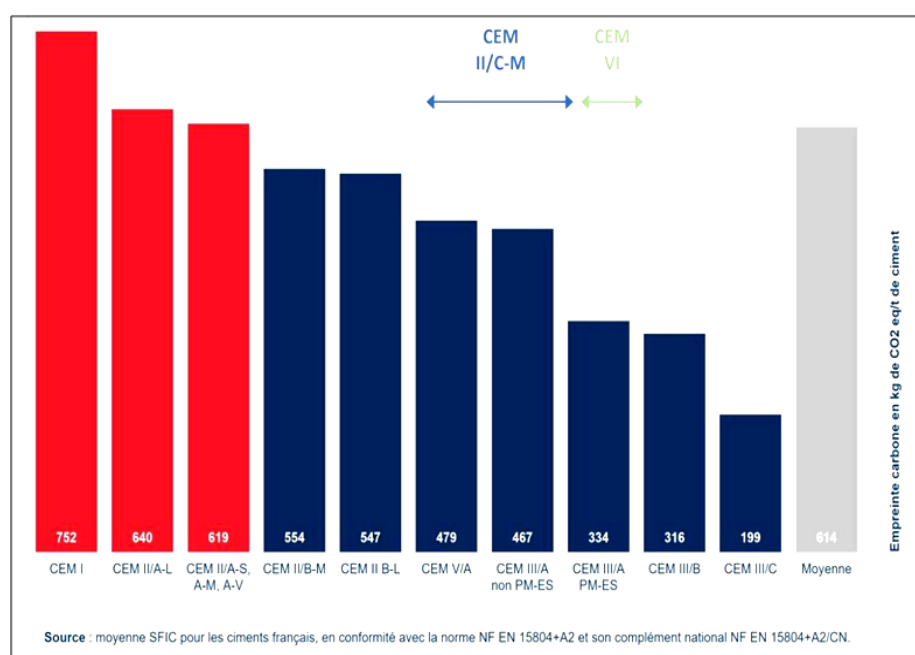
#### I.3.2. Réduction de la quantité de béton pour la réalisation d'un ouvrage

Cette approche proposée par Habert *et al.* [39] consiste à diminuer le volume de béton pour la conception des ouvrages en utilisant un béton de plus haute performance. Cependant ce béton

de plus haute performance nécessite un dosage en ciment plus important et sera à l'origine d'un dégagement de CO<sub>2</sub> plus élevé, mais étant produit en moins grande quantité, réduira l'impact global du matériau béton de l'ouvrage [4].

### I.3.3. Réduction de la quantité de ciment par l'utilisation des additions minérales

Une dernière approche très simpliste apparaît comme une des solutions les plus efficaces permettant à la fois de cibler trois objectifs: un objectif économique, technologique et écologique. Cette approche, déjà proposée par Vitruve (architecte romain du 1<sup>er</sup> siècle) [40] n'avait pas encore pour but de réduire les émissions de CO<sub>2</sub>, mais seulement de renforcer la matrice du matériau hydraulique. Ajouter des additions minérales en cimenterie ou directement lors de la confection des bétons permet de réduire la quantité de clinker dans les bétons [32] et par conséquent réduire les émissions de CO<sub>2</sub>. En cimenterie, afin de produire les différents types de ciment selon la norme NF EN 197-1 et NF EN 197-5, plusieurs additions minérales sont utilisées pour remplacer une partie du clinker au moment du broyage. La Figure I.3 présente les quantités de CO<sub>2</sub> émises pour les différents types de ciments normalisés. En moyenne, ces ciments avec ajouts pourraient réduire les émissions mondiales dues au clinker d'environ 21% [36,41].



**Figure I.3.** Empreinte de carbone liée à la production des différents types de ciments normalisés [42,43].

Il est également possible de diminuer le dosage en clinker des matériaux cimentaires lors de leur formulation [32], en remplaçant une partie du ciment par des ajouts durant le malaxage. Ces additions peuvent être d'origines naturelle ou artificielle (les fillers calcaires et les pouzzolanes) et la majorité sont des sous-produits de l'industrie (le laitier de haut-fourneau et les cendres volantes). Le rôle de ces constituants est de substituer une partie du clinker du ciment, et ce pour trois raisons principales:

- ✓ La première raison est d'ordre économique, les éléments d'additions sont généralement moins coûteux et moins énergivore que le clinker;
- ✓ La seconde raison est technique, les additions peuvent améliorer les caractéristiques des matériaux cimentaires;
- ✓ La troisième raison est écologique, les éléments d'addition permettent de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> due à la fabrication du ciment.

En effet Flower *et al.* [44] ont constaté que la diminution de la quantité de ciment au profit du laitier de haut-fourneau ou de cendres volantes permet de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> de 22% avec une substitution de 40% par du laitier de haut-fourneau et de 13-15% de remplacement par des cendres volantes, tout en gardant des propriétés mécaniques constantes [32]. Ces constatations corroborent celles faites par Rosković *et al.* [45] et Collins [46] (laitier de haut-fourneau et cendres volantes réduire les émissions de CO<sub>2</sub>). Le Tableau I.1 présente la quantité de CO<sub>2</sub> émise pour la confection d'un mètre cube de béton normal et un béton à base du métakaolin [47]. On constate que la diminution de la quantité de ciment au profit du métakaolin permet de réduire les émissions de CO<sub>2</sub>. Par rapport au béton ordinaire (456 kg CO<sub>2</sub> eq), le béton à base du métakaolin (445,9 kg CO<sub>2</sub> eq) émet moins de CO<sub>2</sub> : environ 3% avec une substitution de 10%.

**Tableau I.1.** Émissions de CO<sub>2</sub> lors de la confection de bétons à base de MK [47].

Normal concrete						
Impact category	OPC-53	Fine aggregate	Coarse aggregate	MK	Water	Total
Global warming (Kg CO <sub>2</sub> eq)	437	2.46	8.17	/	0.237	456
Metakaolin concrete						
Global warming (Kg CO <sub>2</sub> eq)	393	2.48	8.28	42	0.23	445.9

## I.4. Contexte normatif

### I.4.1. Approche prescriptive

L'approche prescriptive de la norme européenne *EN 206* indique des règles et des valeurs à respecter pour la composition d'un béton en fonction des classes d'exposition liées à la durabilité (Tableaux NA.F.1, 2, 3 et 4 dans la norme *EN 206*). Seuls des ciments de types CEM I et CEM II/A sont concernés pour les mélanges avec des additions minérales. Elle considère 18 classes d'exposition regroupées en 6 familles par risque de corrosion, d'attaques ou d'agressions dépendant des actions et conditions environnementales auxquelles le béton de l'ouvrage, ou de la partie de l'ouvrage, est soumis. Les classes d'exposition à prendre en compte sont les suivantes (dans chaque colonne du tableau NAF.1 de la norme *EN 206*):

- ✓ **X0** : absence de risque de corrosion ni d'attaque ;
- ✓ **XC** : risque de corrosion induite par carbonatation (XC1/XC4) ;

- ✓ **XD** : risque de corrosion induite par les chlorures, ayant une origine autre que marine (XD1/XD3) ;
- ✓ **XS** : risque de corrosion induite par les chlorures de l'eau de mer (XS1/XS3) ;
- ✓ **XF** : attaque par le gel-dégel (XF1/XF4) ;
- ✓ **XA** : attaques chimiques (XA1/XA3).

La résistance du béton aux diverses conditions environnementales auxquelles il est soumis impose le respect d'exigences précises traduites sous forme de propriétés du béton et de valeurs limites de composition (*cf.* Tableau I.2). Les critères prescriptif à respecter sont les suivantes (dans chaque ligne du tableau NAF.1 de la norme *EN 206*):

- ✓ Rapport Eau efficace / Liant équivalent maximal,
- ✓ Classe de résistance minimale,
- ✓ Teneur minimale en liant équivalent,
- ✓ Teneur minimale en air pour les environnements spécifiques gel/dégel,
- ✓ Rapport maximal A/(A+C).

#### I.4.2. Approche performantielle

Les règles de cette approche alternative sont définies par le fascicule FD P 18-480. Il permet de justifier la durabilité des ouvrages en béton par la méthode performantielle. Pour atteindre les exigences de durabilité spécifiée pour un environnement donné, la norme *EN 206* permet d'utiliser une démarche novatrice. Il s'agit d'établir la formulation d'un béton sur des critères de performance (obligation de résultats). En effet, selon, la dernière version de la norme *EN 206/CN* (de novembre 2022), il est possible de formuler un béton ne respectant pas la démarche prescriptive (certaines exigences relatives à la composition du béton), à condition de prouver qu'il a une équivalence de performances avec un béton respectant la démarche prescriptive de la norme et de justifier de la durabilité du béton envisagé par approche performantielle. Son applicabilité dépend du respect de certaines conditions [48]:

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

L'approche performantielle permet quant à elle de valoriser davantage les additions minérales. Elle est en revanche plus longue et plus coûteuse à mettre en place, car nécessitant la réalisation d'essais de durabilité sur plusieurs bétons (compositions nominales et dérivées) ainsi que d'une épreuve de convenance. De manière simplifiée, il s'agit donc de qualifier les bétons réalisés via les essais de durabilité telle que la résistivité, le coefficient de diffusion des ions chlorure, la porosité à l'eau, perméabilité au gaz, la carbonatation accélérée, etc...

Les valeurs caractéristiques obtenues à la suite de ces essais sont alors comparées à des valeurs seuils récapitulées dans des tableaux pour chaque essai de durabilité (dans la norme). C'est-à-dire que pour un béton donné, la probabilité que la performance mesurée soit inférieure au seuil déclaré est inférieure à 5%. Les seuils sont définis pour chaque classe d'exposition et modulés en fonction de la Durée d'Utilisation du Projet (DUP) visée.

**Tableau I.2.** Valeurs limites spécifiées applicables à la composition et aux propriétés du béton selon EN 206-1 [14].

	Classes d'exposition									
	Corrosion induite par carbonatation				Corrosion induite par les chlorures					
					Eau de mer			Chlorures autres que l'eau de mer		
XC1	XC2	XC3	XC4	XS1	XS2	XS3	XD1	XD2	XD3	
Rapport E/C maximal	0,65	0,60	0,55	0,50	0,50	0,45	0,45	0,55	0,55	0,45
Classe de résistance minimale	C20/25	C25/30	C30/37	C30/37	C30/37	C35/45	C35/45	C30/37	C30/37	C35/45
Teneur minimale en ciment (kg/m <sup>3</sup> )	260	280	280	300	300	320	340	300	300	320

- Les valeurs du Tableau F.1 sont fondées sur l'hypothèse d'une durée de vie de la structure prévue de 50 ans.
- Les valeurs du Tableau F.1 correspondent à du ciment de type CEM I conforme à l'EN 197-1, et à des granulats dont la dimension nominale maximale est comprise entre 20 mm et 32 mm.
- Les classes de résistance minimales ont été déterminées à partir de la relation existant entre le rapport eau/ciment et la classe de résistance du béton fabriqué à partir de ciment appartenant à la classe de résistance 32,5.

### I.5. Additions minérales

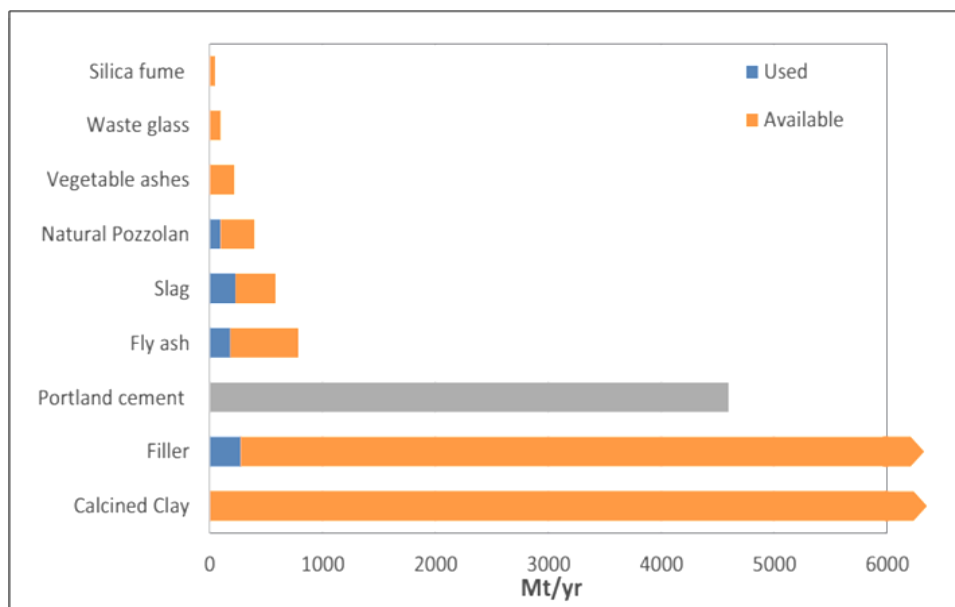
Les additions minérales sont des poudres utilisées dans le ciment ou directement dans le béton, en substitution partielle du ciment ou en complément, afin d'améliorer certaines propriétés du béton [36], ou pour des raisons économiques. Les ajouts minéraux peuvent être des fumées de silice, des métakaolins, des cendres volantes, des laitiers de haut-fourneau ou des additions calcaires et siliceuses. D'une manière générale, les additions minérales se scindent en deux familles:

- ✓ Les additions de type I dites inertes comme les fillers calcaires,
- ✓ Les additions de type II dites actives comme le laitier de haut fourneau, les cendres volantes, la fumée de silice ou le métakaolin.

Dans ce travail trois types de métakaolin sont utilisées. La procédure expérimentale ainsi que les matériaux utilisés sont présentés dans le chapitre III de cette thèse.

Réduire l'impact environnemental, notamment les émissions de CO<sub>2</sub>, semble être indispensable afin de diminuer la quantité de CO<sub>2</sub> libérée pour les matériaux cimentaires [32]. Des efforts de recherche importants sont consacrés aux nouveaux mélanges de ciment Portland moins polluant, en utilisant des Kaolins (argiles) calcinés comme des additions

minérales. Cet intérêt reflète le fait que les argiles sont largement abondantes dans la croûte terrestre et effectivement à l'échelle mondiale [32] (cf. Figure I.4) et que leur activation thermique nécessite des températures nettement inférieures à celles utilisées pour la production de clinker. Cependant, l'exploitation d'autres ressources naturelles ne doit pas être la solution [32].



**Figure I.4.** Estimation des quantités d'ajouts minéraux utilisées et disponibles dans le monde [43,49].

### I.5.1. Métakaolin

L'utilisation des matériaux à base du métakaolin dans la construction a été étudiée depuis le 19<sup>ème</sup> siècle [50]. Les métakaolins sont obtenus par calcination d'argile kaolinique (silicate d'alumine hydrate) associée à différents minéraux comme des phyllo silicates, du quartz ou des oxydes de fer à des températures comprises entre 600 et 900 °C [11]. La température de la calcination dépend du degré de pureté du kaolin utilisé. Le kaolin (autrement dénommé la kaolinite) est défini comme une roche sédimentaire caractérisée par une teneur significative en minéraux de la famille de la kaolinite. Les minéraux de la famille de la kaolinite sont les plus simples des minéraux argileux. Ils appartiennent au groupe des phyllosilicates, les silicates en feuillets [51]. Le feuillet élémentaire des cristaux de la kaolinite constitué d'une couche de tétraèdres à cœur de silicium  $\text{SiO}_4$  située au dessus d'une couche d'octaèdres à cœur d'aluminium  $\text{AlO}_6$  (cf. Figure I.5). La kaolinite présente un certain nombre de défauts structuraux, dont l'abondance permet de définir une échelle de cristallinité. On distingue les kaolins bien cristallisés, des kaolins de cristallinité moyenne et mal cristallisés. La calcination entraîne une des-hydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale de la kaolinite selon l'Eq. I.1, conduisant à une nature amorphe du matériau (métakaolin), qui lui confère un pouvoir pouzzolanique élevé, susceptible d'être utilisée efficacement comme un matériau pouzzolanique [52] (cf. Figure I.6).





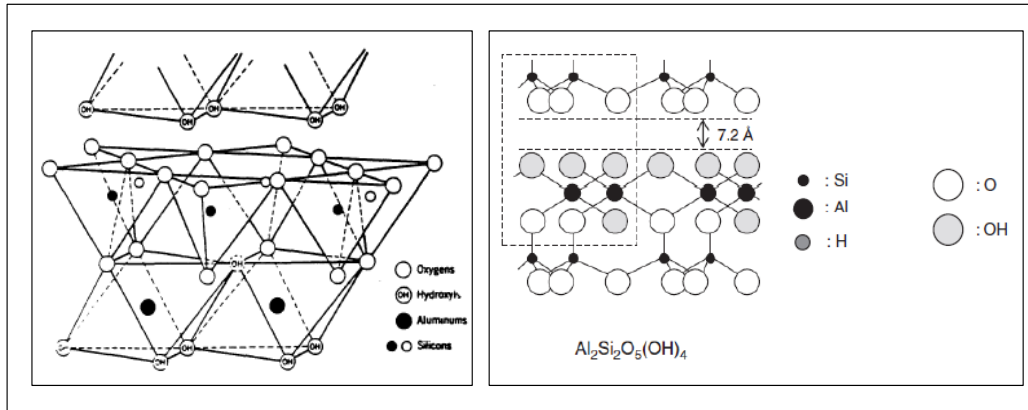


Figure I.5. Feuillelet élémentaire de la kaolinite [43,51].

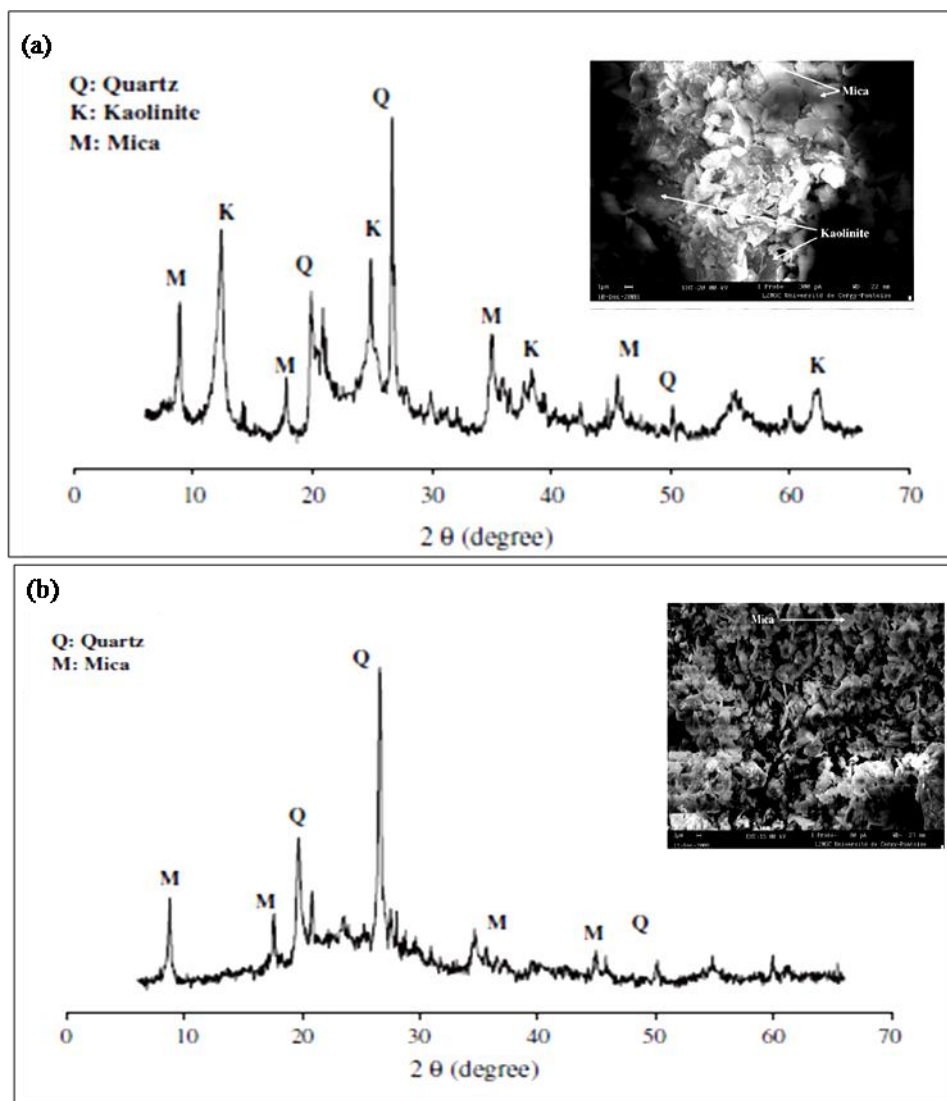


Figure I.6. Analyse par diffraction des rayons X du kaolin (a) et du métakaolin (b) [52].

Dans lequel, le métakaolin peut réagir en présence d'eau, avec de l'hydroxyde de chaux (CH) libérée par le ciment hydraté pour donner naissance à des nouveaux composés stables

(dissolution/précipitation), tel que les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et les silico-aluminates de calcium hydraté (C-A-S-H), qui favorisent plusieurs propriétés du mortier ou du béton. On expose plus de détails de l'influence de la substitution du ciment par le métakaolin sur l'hydratation, les propriétés physiques et mécaniques et ainsi la durabilité des matériaux cimentaires dans le chapitre II. Le métakaolin contient principalement des quantités importantes des oxydes de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) et d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (entre 40 et 45%) [53]. Des exemples des propriétés physico-chimiques moyennes des métakaolins tirés de la littérature sont présentés dans le Tableau I.3. La plupart des métakaolins présente une granulométrie suffisante pour être classés dans la catégorie des ultrafines. Selon le test «*Chapelle*», qui mesure la quantité consommée d'hydroxyde de calcium, le métakaolin possède une haute réactivité pouzzolanique comparativement aux autres additions minérales (cf. Tableau I.4).

**Tableau I.3.** Propriétés physique-chimiques moyennes du métakaolin [48].

Propriétés physiques		Composition chimique moyenne (%)			
Masse volumique	2500 - 2600 kg/m <sup>3</sup>	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\geq 90$	
Morphologie	particules lamellaires	50-55	40-45		
Surface spécifique (BET)	10-30 m <sup>2</sup> /g	$\text{TiO}_2$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\leq 10$
Granularité courants	$d_{50} \approx 1-20 \mu\text{m}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{MgO}$	$\text{CaO}$	

**Tableau I.4.** Réactivité pouzzolanique (mg de  $\text{Ca(OH)}_2$ /g de matériau) [48].

Bauxite calcinée	Fumée de silice	Laitier de haut fourneau	Cendres volantes	Métakaolin
534	427	300	875	1000

Comme dans tout procédé de fabrication, il est possible de définir différentes qualités de produits. L'utilisation du métakaolin comme une addition minérale peut donner des résultats très différents et des effets variables sur les propriétés des bétons [53]. Cela est dépend du choix du fabricant, les sources de la kaolinite (pureté, composition, etc.) et le mode de la calcination. Les métakaolins utilisés dans les matériaux cimentaires doivent être conformes aux spécifications de la norme NF P 18-513. Deux types d'addition à base du métakaolin sont définies (NF P18-513) :

- ✓ Le type A : présentant une haute activité, selon la norme *EN 206*, les métakaolins de type A peuvent être utilisés pour les bétons courants (béton prêts à l'emploi par exemple), ou pour des bétons tels que BAP, BHP, BUHP,...) avec un indice d'activité minimum à 1,
- ✓ Le type B : présentant une activité moyenne. Les métakaolins de type B se caractérisent par une moins grande pureté et une moins grande finesse que le type A. Ce type d'addition n'est pas considéré dans la norme *EN 206*. Par contre, leur utilisation est possible pour des bétons particuliers " hors norme *EN 206* ". Cette norme définit également d'autres exigences, notamment :

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

Étant donné son caractère réactif, le métakaolin peut donc être incorporé dans les ciments pour des teneurs plus élevées. Idéalement, cette incorporation doit être limitée en fonction de la capacité du métakaolin à réagir avec la Portlandite formée [53].

## I.6. Déchet de construction et l'environnement

Le secteur du Bâtiment et de la construction est le plus grand consommateur des ressources naturelles. Que cela soit pour le ciment, le sable ou les gravillons, l'extraction en carrières pour la confection du béton reste un problème environnemental important [32]. La réutilisation des déchets générés de ce domaine de génie civil est la meilleure gestion et la meilleure alternative à l'exploitation des ressources naturelles. Du fait de l'augmentation des activités du Bâtiment et des Travaux Publics depuis quelques décennies, on constate un afflux croissant du volume des déchets issus des chantiers. Le secteur du bâtiment et des travaux publics représente environ 41% de la production totale de déchets qui était de 868 millions de tonnes en 2012 [32] (cf. Figure I.7). La démolition des ouvrages en béton et l'industrie des matériaux de construction sont toujours accompagnées par des produits secondaires ou des déchets; le stockage de tels déchets solides dans des dépôts favorise la pollution de l'environnement. Ces déchets sont répartis en trois grandes activités: les déchets issus de la construction, les déchets de démolition et ceux de réhabilitation [32].

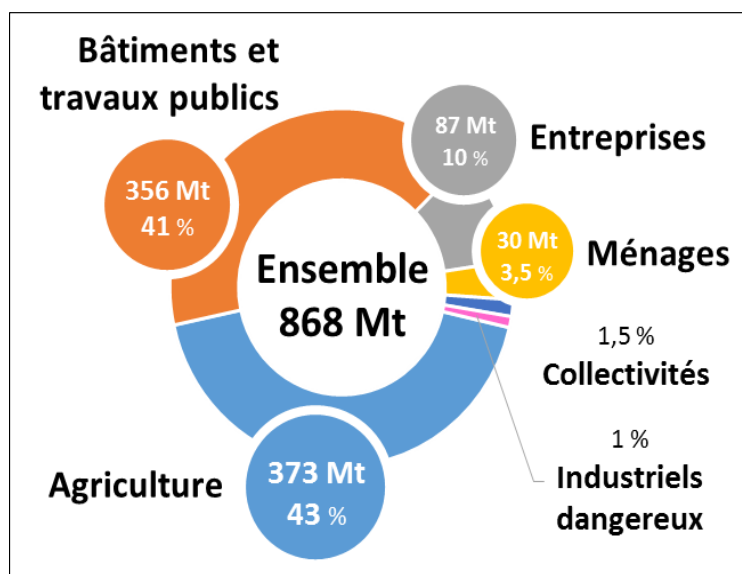


Figure I.7. Parts des différents secteurs d'activité dans la production de déchets en 2012 [32].

### I.6.1. Déchet en Algérie

L'Algérie est en train de connaître un développement économique et démographique sans précédent. Le taux élevé d'accroissement de la population a ainsi engendré une urbanisation

accélérée, le plus souvent de manière anarchique qui a vu la prolifération de l'habitation précaire. Cela ne s'est pas fait sans conséquences sur l'environnement. Les natures des déchets générés sont réparties en des catégories. En référence au décret exécutif n°84/378 du 14/12/1984 et à la loi n°12/01 du 12/12/2001, on distingue trois catégories de déchets qui sont :

- ✓ **Les déchets solides urbains** : sont des déchets domestique, telle que les ordures ménagères industrielles ou collectives, commerciales, artisanales et autres.
- ✓ **Les déchets spéciaux** : sont des déchets issus des activités industrielles, agricoles, de services et toutes autres activités (qui ne sont pas traités dans les mêmes conditions que les déchets solides et inertes).
- ✓ **Les déchets inertes** : sont des déchets provenant notamment de l'exploitation des carrières, des mines, des travaux de démolition, de construction ou de rénovation.

### **I.6.2. Déchets de la construction/démolition**

En Algérie, le secteur du Bâtiment produit chaque année des milliers de tonnes de déchets. Suite à des sinistres naturels comme les séismes ou les dégradations des bâtiments, des ponts et des installations industrielles, sont démolis mais jamais recyclés [12]. Les déchets provenant des projets de construction et de démolition se trouvent généralement partout dans le pays. GiZ (Deutsche Gesellschaft für Internationale Zusammenarbeit (GIZ) GmbH) a fournit une estimation d'environ 11 millions de tonnes par an en 2012 [13], dont 85% sont des déchets de béton et de maçonnerie tels que les déchets de brique. Les déchets de chantiers du bâtiment et des travaux publics sont rarement pris en compte dans le cadre des plans d'élimination des déchets imposés par la réglementation pour gérer les déchets ménagers. Il est nécessaire de distinguer les différentes catégories des déchets industriels. Quatre grandes catégories présentées dans la Figure I.8 permettent de classer ces déchets industriels:

#### ✓ **Déchets inertes désignés (DI) ;**

Les déchets inertes ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne produisent aucune autre réaction physique ou chimique. Ces déchets n'entraînent pas de pollution de l'environnement et ne peuvent nuire à la santé humaine (Exemple: béton, briques, pierre, tuiles, céramiques). Mais leur stockage pose actuellement un problème qui menace l'environnement.

#### ✓ **Déchets industriels banals (DIB) ;**

Un déchet est dit banal si est traité par les mêmes procédures que ceux employés pour les déchets ménagers. Ces déchets ne sont ni inertes, ni toxiques (Exemple : plastiques, métaux, verre, bois non traités...).

#### ✓ **Déchets industriels spéciaux (DIS) ou déchets dangereux (DD) ;**

En opposition avec les DIB, ce type de déchet est traité par des procédés qui diffèrent de ceux employés pour les ordures ménagères. Ils contiennent des substances dangereuses pour l'homme et pour l'environnement. Leur stockage et leur traitement sont soumis à des règles strictes (Exemple: amiante, solvants, peintures, huiles, colles, goudron, bois traités ou emballages souillés).

### ✓ Déchets d'emballages

Dont le traitement impose une valorisation au-delà d'une certaine quantité. Les déchets de démolition de Bâtiments peuvent donc être constitués de l'ensemble de ces types de déchets. En effet, la composition approximative des déchets de démolition se répartit comme suit: béton (40 %), briques (30 %), bois (10 %), plastique (5 %), métaux (5 %) et autres éléments (10 %) [38,39].

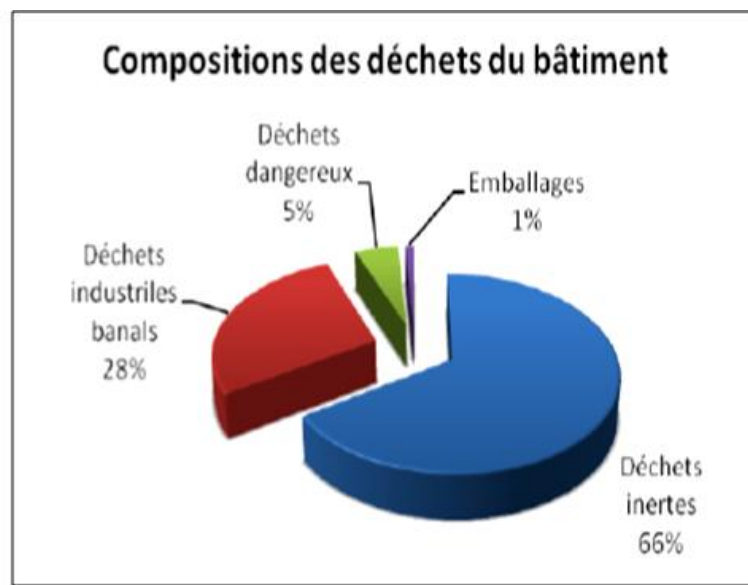


Figure I.8. Compositions des déchets du bâtiment [54].

### I.6.3. Déchets - Sédiments issus de dragage (la vase)

L'Algérie comme plusieurs pays dans le monde est touchée par le phénomène d'envasement qui prend de l'ampleur. Plusieurs barrages en Algérie sont connus par leurs fort taux d'envasement, qui conduit à une chute sans cesse du potentiel hydraulique du pays au cours du temps [14] (cf. Tableau I.5).

Ces dernières années, l'envasement des barrages en Algérie devient de plus en plus inquiétant et fréquent. Les retenues du barrage sont soumises à une forte sédimentation en raison des volumes considérables d'apports solides transportés chaque année par les rivières surtout lors des fortes crues (cf. Figure I.9). Plus de 32.106 m<sup>3</sup> de vase se déposent chaque année au fond des retenues [55]. Afin de prolonger la durée de vie des barrages, le dragage de la retenue est devenu une solution indispensable. Les énormes quantités des sédiments (vases) extraites par les vannes de fond du barrage ou par le dragage, ne trouvent aucune application et leur stockage pose actuellement un problème qui menace l'environnement. Il serait alors plus judicieux de mener une réflexion pour une utilisation rationnelle de la vase qui peut être valorisée dans le domaine des matériaux de construction.

Tableau I.5. Quelques barrages envasés en Algérie [14].

N°	Barrage	Wilaya	Capacité initiale (Hm <sup>3</sup> )	Capacité (dernier levé) (Hm <sup>3</sup> )	Envasement annuel (Hm <sup>3</sup> /an)
01	Beni-behdel	Tlemcen	63.00	54.63	0.20
02	Sarno	S.B.Abbes	22.00	21.25	0.12
03	Meffrouch	Tlemcen	15.00	14.99	0.12
04	Sidi-abdelli	Tlemcen	110.00	106.61	0.18
0.5	H. boughrara	Tlemcen	177.00	175.45	0.43
06	Sikkak	Tlemcen	27.00	27.00	0.11
07	Kerrada	Motaganem	70.00	70.00	/

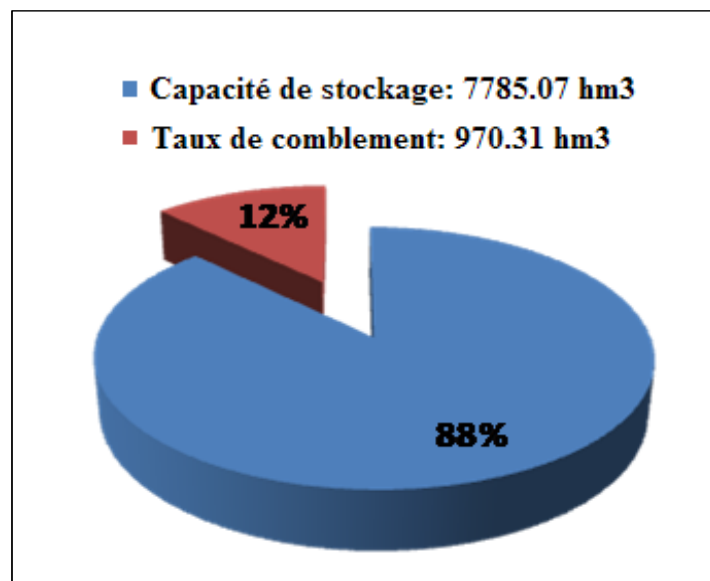


Figure I.9. Taux de comblement par rapport à la capacité totale des barrages Algériens (ANBT, 2011) [56].

### I.7. Valorisation et recyclage des déchets de la construction/démolition

La valorisation des déchets de construction/démolition (Bâtiment et Travaux Publics) fait l'objet de plusieurs projets de recherche. Les déchets sont valorisés sous deux formes principales:

- ✓ **Valorisation en tant qu'agrégats** en remplacement des granulats dans les bétons;
- ✓ **Valorisation en tant qu'addition minérale** sous une forme d'une poudre fine en remplacement une quantité du ciment dans les matériaux cimentaires.

L'exploitation de ces déchets permettrait une réduction de la surface de stockage des déchets [32]. En particulier depuis les années 70, le recyclage est une activité importante de l'économie et des conditions de vie des pays développés. Le recyclage est un procédé de traitement des déchets, qui permet de réintroduire, dans le cycle de production d'un produit, des matériaux qui le composent. Le recyclage a deux conséquences écologiques majeures : la réduction du volume de déchets et la préservation des ressources naturelles. Malgré le fait que la valorisation et le recyclage des déchets de la construction en Algérie soient encore à leurs débuts, de nombreux travaux de recherche se sont développés ou sont en cours de préparation.

Bien que ces produits sont une ressource précieuse et immense, l'industrie du ciment et du béton utilisent depuis longtemps des sous-produits issus d'autres industries, en remplacement de certains constituants du ciment ou du béton sans modifier la qualité du produit. Ainsi, ces déchets n'ont pas à être éliminés par d'autres moyens. Généralement, l'industrie cimentière emploie 80% de calcaire et 20% d'argile pour la fabrication du ciment [36]. Or, cette argile peut être en partie remplacée par:

- ✓ **Ajouts inertes**, telle que la poussière de ciment, les calcaires et les fillers,
- ✓ **Ajouts actifs**, telle que les laitiers de haut fourneau, les Cendres volantes, les Fumées de silice et les Pouzzolanes (naturelles ou artificielles).

## I.7.1. Déchets utilisés dans le Béton

### I.7.1.1. Déchets divers

#### ✓ **Boues rouges**

Les boues rouges sont des résidus industriels issus du processus d'extraction d'aluminium à partir de la bauxite [57]. Elles sont de consistance assez plastique pour être formées en boules, chauffées à des températures de 1260 à 1310°C, elles sont transformées en granulats denses et résistants pouvant entrer dans la composition de bétons de résistances convenables.

#### ✓ **Bentonite**

Les bentonites sont des argiles de type montmorillonite. Ce matériau qui peut améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux cimentés grâce à leur finesse et à leur forte teneur en silice et en alumine. La finesse de la bentonite permet à l'argile d'apporter l'effet des fillers aux mortiers et bétons en réduisant les pores et en renforçant leur structure.

## I.7.2. Sédiments issus de dragage

Les sédiments où les vases, sont définis comme un ensemble constitué par la réunion de particules plus ou moins grosses. On peut distinguer trois origines dans les sédiments:

- Origine endogène: les particules s'agissent des débris de macrophytes tels que les plantes aquatiques, les cadavres de microphytes et d'animaux. Elles proviennent de la production autochtone du milieu [14].
- Origine exogène: des particules qui sont transportées par le vent ou bien provenant du ruissellement des eaux.
- Origine anthropique ou naturel : des particules proviennent de la décomposition de matière végétale, matière organique ou de l'érosion des sols [14].

#### ✓ **Constitution des vases**

Les sédiments de dragage sont composés de 4 éléments principaux: la fraction argileuse (kaolinite), la matrice minérale (quartz), la fraction organique (débris végétaux), et une certaine quantité d'eau. La vase contient principalement des minéraux essentiels, tels que l'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ), l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et l'oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) (cf .Tableau I.6).

Tableau I.6. Propriétés des sédiments issus de dragage tirés de la littérature [14,21,58].

Composition chimique (%)										Propriétés physiques	
CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	MgO	PAF	Densité	S. spécifique (cm <sup>3</sup> /g)
23.08	47.36	15.75	7.43	0.17	2.97	/	0.37	2.67	1.76	2.65	6446
19.59	44.5	16.25	5.72	/	2.41	0.67	0.27	2.32	/	2.63	10,848.08
11.87	46.37	13.73	5.76	/	1.48	0.67	0.37	1.64	17.9	2.5	d <sub>50</sub> 40-68

Dans le cadre de la recherche sur l'envasement du barrage de Chorfa, Safer [14] a démontré que l'analyse minéralogique au DRX (*cf.* Figure I.10) a mis en évidence la prépondérance du quartz, de la calcite ainsi que de l'anorthite et la kaolinite.

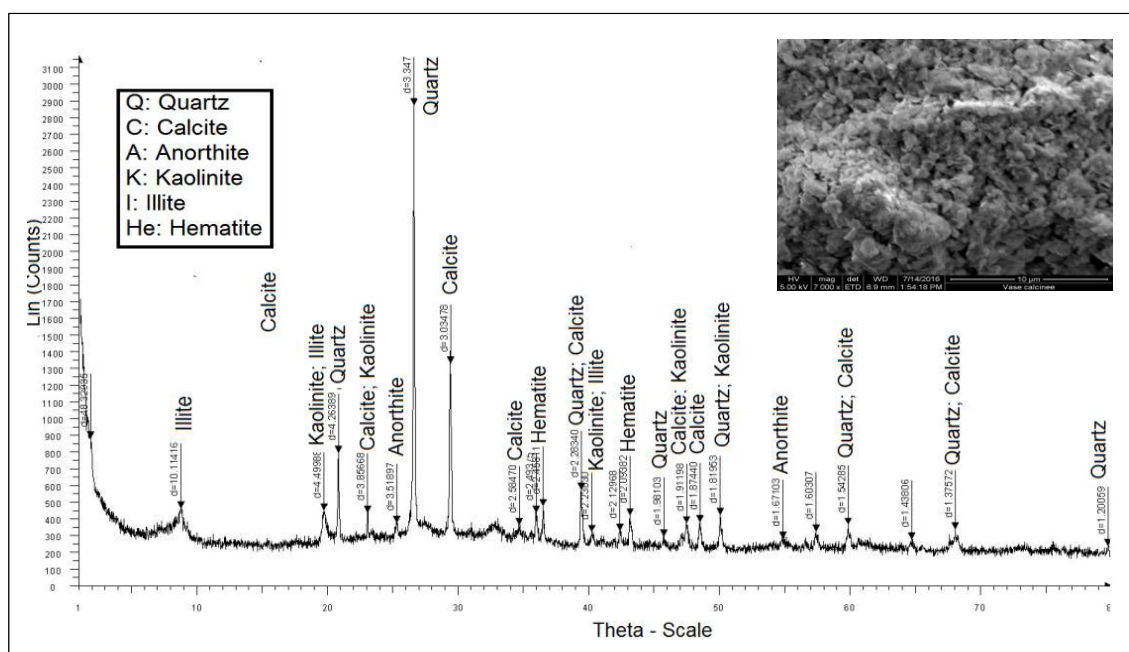
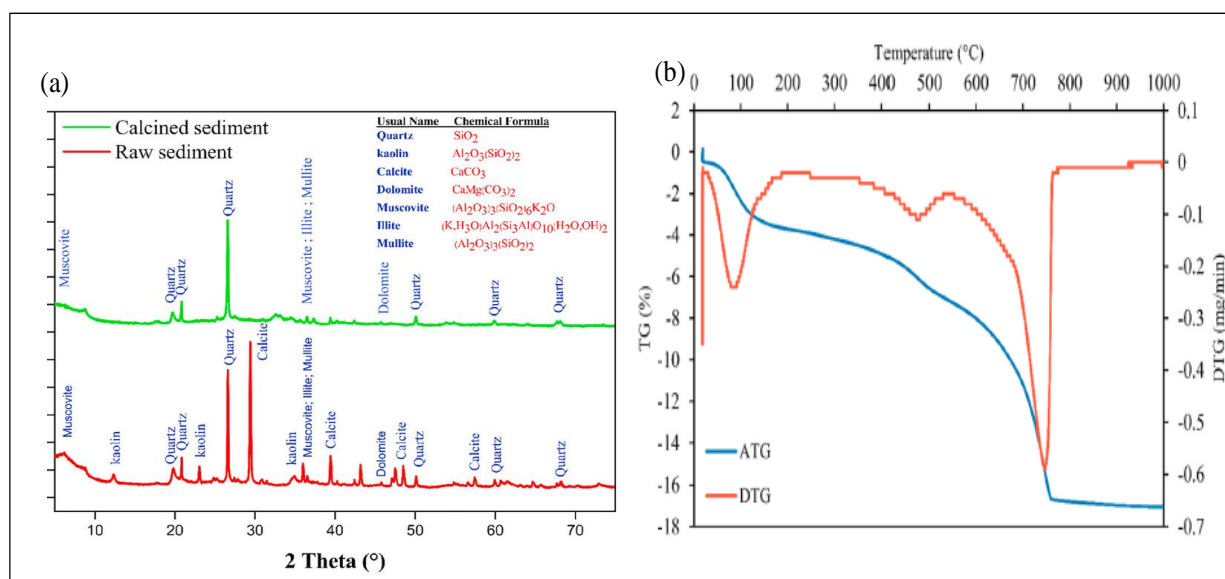


Figure I.10. Caractérisation de la vase du barrage de Chorfa par DRX [14].

De même Hadj-sadouk *et al.* [21] ont constaté que l'analyse minéralogique au DRX des sédiments du barrage de Chorfa II a montré la présence des pics qui correspondent à des minéraux tels que le quartz, la kaolinite, la calcite et la dolomite (*cf.* Figure I.11 (a)). L'analyse d'ATG (*cf.* Figure I.11 (b)) a confirmé qu'une calcination à 750 °C de la vase, a permis d'obtenir une structure amorphe et pouzzolanique (métakaolin).





**Figure I.11.** Caractérisation par DRX (a) et l'analyse thermique différentielle (ATD) de la vase du barrage de Chorfa II (b) [21].

### I.7.2.1. Valorisation en tant qu'addition minérale

Dans le domaine des matériaux cimentaires, plusieurs études ont permis l'utilisation de sédiments de dragage en vue de réduire la quantité de clinker dans le ciment. À travers l'utilisation de cette vase, il est possible de réduire la consommation des matières premières utilisées pour la production du clinker. Plusieurs travaux scientifiques ont été réalisés évoquant la possibilité de fabriquer des bétons ou des mortiers [59] à base de différents pourcentages de la vase calcinée. Les résultats obtenus ont montré que la substitution du ciment par un taux optimale de la vase, a développé des propriétés intéressantes [14].

Nous exposons plus de détails de l'influence de la substitution du ciment par la vase sur l'hydratation, les propriétés physiques et mécaniques et ainsi la durabilité des matériaux cimentaires dans le chapitre II.

### I.7.3. Déchets de démolition

#### - Verre de récupération

Des millions de tonnes de verre sont récupérées chaque année et une voie de recyclage du verre consiste à l'utiliser dans les matériaux de construction. Il peut être utilisé dans les bétons comme granulats (taille > 4 mm) ou poudres (taille < 4 mm) en remplacement du ciment.

#### - Ciment durci

Dans le cas où un sac de ciment est en contact avec l'eau, la poudre se cristallise. Le ciment ainsi durci devient automatiquement un déchet qui peut être concassé et réutilisé. Ce déchet est produit accidentellement ou par négligence, il est donc important d'éliminer le ciment durci et d'œuvrer pour empêcher sa production.

## - Béton durci

Le béton constitue presque 75%, en poids de tous les matériaux de construction. Il s'ensuit donc que la plus grande partie de rebuts de démolition est constituée de béton.

### I.7.4. Déchet de brique

Les déchets de briques sont des produits céramiques dont les argiles sont la matière première, avec ou sans additifs. Il existe deux types de briques: briques en terre crue et briques en terre cuite. Les briques en terre cuite se composent d'argile, d'adjuvants naturels (sable) et d'eau. Les composants sont broyés jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. L'argile est façonnée puis séchée et cuite à une température d'environ 1200°C (cf. Figure I.12), pour devenir ce que l'on appelle des briques en terre cuite. La calcination (cuisson) des briques pendant la fabrication entraîne une des-hydroxylation de la structure cristalline de l'argile (cf. Figure I.13), qui permette d'obtenir un matériau suffisamment déshydroxylée et totalement amorphe (formation du métakaolin).

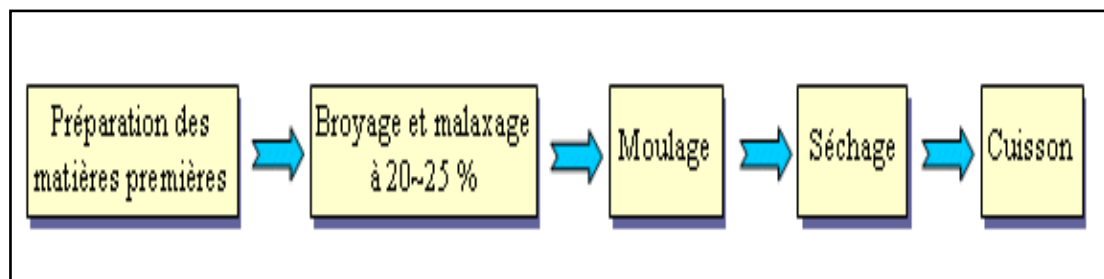


Figure I.12. Schéma de fabrication des briques en terre cuite [60].

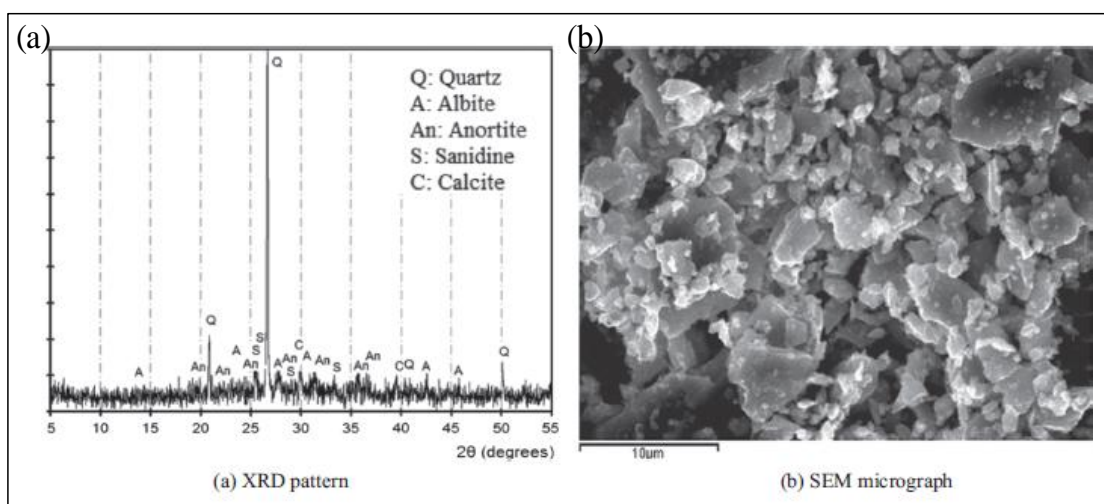


Figure I.13. Caractérisation par DRX (a) et par MEB (b) de la poudre de brique [63].

Les briques sont couramment utilisées dans la construction des bâtiments et des travaux publics. Par rapport aux autres matériaux, c'est l'un des plus anciens matériaux de construction. D'énormes quantités des déchets de brique sont produites, soit sur les chantiers

de construction et de démolition, soit dans les briqueteries pendant la fabrication, et qui commencent à représenter un défi majeur et un vrai problème environnemental, et malheureusement que les travaux de recherche sur la réutilisation et la valorisation de ces déchets sont rares. En effet, des études récentes [61-63] ont montrés que la poudre de brique (BP) a des propriétés pouzzolaniques très intéressantes. La poudre de brique contient principalement de l'oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) et l'oxyde d'aluminium (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (cf. Tableau I.7).

**Tableau I.7.** Propriétés des poudres de brique tirés de la littérature [63].

Chemical Composition (%)											Particle Size/Fineness
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	LOI	
58.80	19.60	6.90	5.70	2.80	2.90	1.50	0.80	0.70	-	-	-
61.25	17.00	11.34	1.67	1.62	3.30	2.04	0.96	0.24	-	-	Specific surface area=1.48 m <sup>2</sup> /g
66.15	15.36	2.95	5.98	2.13	2.77	0.89	-	0.11	-	1.50	Specific surface area=0.557 m <sup>2</sup> /g
66.55	14.80	6.15	5.48	2.39	2.13	-	-	-	-	1.48	Specific surface area=0.39 m <sup>2</sup> /g, 0.43 m <sup>2</sup> /g and 0.52 m <sup>2</sup> /g
60.56	17.16	10.70	3.46	1.78	2.50	1.26	-	0.34	-	-	-
66.72	21.21	0.21	6.22	0.48	0.85 <sup>a</sup>	-	1.37	-	0.09	2.78	d <sub>50</sub> =4.94 μm
41.47	39.05	0.63	12.73	-	2.81	-	1.03	1.59	-	-	Specific surface area=6485 m <sup>2</sup> /kg
64.46	16.94	3.23	6.13	2.59	1.89	2.16	1.47	0.13	0.18	-	Specific surface area=3476 cm <sup>2</sup> /g
66.54	16.88	4.24	6.62	2.73	2.41	1.03	-	0.46	-	-	-
63.89	25.49	0.29	7.73	0.04	0.95	-	-	-	-	-	BET surface area=19 m <sup>2</sup> /g
42.80	10.30	26.30	6.91	3.36	2.11	1.34	-	-	-	-	Specific surface area=608 m <sup>2</sup> /kg
52.37	12.50	22.83	2.41	1.44	2.46	0.24	0.40	3.71	-	-	d <sub>50</sub> =8.5 μm
55.50	17.10	10.50	5.80	4.50	2.80	1.90	0.80	1.00	-	-	BET surface area=3.9 m <sup>2</sup> /g
51.10	16.25	9.90	6.45	5.60	5.05 <sup>a</sup>	-	-	3.35	-	-	Specific surface area=380 m <sup>2</sup> /kg
49.90	16.60	9.70	6.50	5.50	4.40	0.50	0.80	3.30	0.20	2.40	d <sub>90</sub> =56.2 μm
50.96	16.92	9.92	6.68	5.62	4.33	0.55	-	3.37	-	1.65	d <sub>90</sub> =50 μm
60.64	14.23	0.27	4.93	1.72	1.44	1.94	0.98	-	0.90	-	-
63.60	18.60	1.65	9.11	1.28	1.82	-	-	0.02	-	-	d <sub>50</sub> =15.89 μm
67.95	17.25	1.35	6.93	1.52	2.33	1.31	1.03	0.17	-	-	-
64.50	18.40	1.90	8.00	1.50	2.70	1.10	1.00	0.10	-	0.20	Specific surface area=253.3 m <sup>2</sup> /kg, 367.2 m <sup>2</sup> /kg, 554.4 m <sup>2</sup> /kg and 795.4 m <sup>2</sup> /kg
67.58	18.94	0.95	8.08	0.72	1.88	0.25	1.06	0.13	-	-	Specific surface area=460 m <sup>2</sup> /kg and 632 m <sup>2</sup> /kg
68.10	16.35	2.05	6.04	1.43	2.38	1.20	0.85	0.11	0.26	0.80	d <sub>90</sub> =75 μm
49.30	17.90	1.13	2.92	1.66	2.09	-	-	0.11	-	3.50	Specific surface area=450 m <sup>2</sup> /kg
42.80	10.30	26.30	6.91	3.36	2.11	1.34	-	-	-	-	Specific surface area=608 m <sup>2</sup> /kg
63.47	17.51	1.84	8.26	1.19	2.85	-	-	0.13	-	-	Specific surface area=424 m <sup>2</sup> /kg
63.60	18.60	1.65	9.11	1.28	2.82	-	-	-	-	-	Specific surface area=354.16 m <sup>2</sup> /kg
66.52	14.20	6.06	5.45	2.35	2.09	0.67	-	0.75	-	-	-
63.21	16.41	0.52	6.05	1.11	2.83	1.19	-	-	-	-	Specific surface area=500 m <sup>2</sup> /kg
54.20	15.40	6.80	7.60	2.50	-	-	-	1.10	-	6.20	-
49.90	16.60	9.70	6.50	5.50	4.40	0.50	0.80	3.30	-	2.40	d <sub>90</sub> =56.2 μm
64.11	18.77	2.49	7.35	1.93	2.53	1.64	0.91	0.20	-	-	Median diameter=12.64 μm
46.52	10.62	24.48	4.29	8.56	1.84	1.02	0.51	0.90	0.20	0.66	-
63.89	25.49	0.29	7.73	0.04	0.95	-	-	-	-	-	BET surface area=1899 m <sup>2</sup> /kg

<sup>a</sup> Alkali equivalent (K<sub>2</sub>O+Na<sub>2</sub>O), which can form expansive compound.

#### **I.7.4.1. Valorisation de la poudre de brique en tant qu'addition minérale**

La poudre de brique peut être utilisée efficacement comme un ajout pouzzolanique dans les matériaux cimentaire [60, 63], avec des avantages environnementaux de la réduction à la fois de la quantité des déchets jetés et des émissions de CO<sub>2</sub> de l'industrie du ciment. Ortega *et al.* [25] et Li *et al.* [64] ont constaté que la résistance à la compression à long terme des mortiers contenant de 10% à 20% de la poudre de brique, a été plus élevée que celle du mortier témoin. Wu *et al.* [65] ont trouvé que les liants avec de la poudre de brique ont révélés un pourcentage des pores avec des diamètres inférieurs (en particulier pour ceux dans la gamme < 10 nm) à celle de la série de référence.

Plus de détails sur l'influence de la substitution du ciment par la poudre de brique sur l'hydratation, les propriétés physiques et mécaniques et ainsi sur la durabilité des matériaux cimentaires sont exposés dans le chapitre II.

### **I.8. Conclusion**

L'enjeu de cette étude est de contribuer à la diminution de l'épuisement des ressources naturelles pour l'avenir, point fort du grenelle de l'environnement. La valorisation des déchets de construction/démolition issus du recyclage présente un intérêt d'ordre économique, technique et environnemental. La réutilisation des matériaux à base de kaolinite (les sédiments de dragage et déchets de brique) dans la fabrication des bétons, contribuerait à la réduction du volume de déchets et au même temps à la préservation des ressources naturelles. Par ailleurs, ces déchets recyclés pouvant se substituer au ciment Portland. Ceci permet de réduire l'impact environnemental, notamment les émissions de CO<sub>2</sub>. Néanmoins, il est nécessaire d'approfondir les connaissances sur les propriétés de ces déchets (les sédiments de dragage et déchets de brique) destinés pour la fabrication des bétons et/ou des mortiers, en fonction de leurs origines, ce qui facilitera leurs valorisations.

Afin de comprendre le processus d'hydratation d'une addition recyclée (déchets recyclés), une analyse détaillée pour l'hydratation des matériaux cimentaires (avec et sans ajout) est présentée dans le Chapitre II.

# Chapitre II

## Etat de l'art – Hydratation et carbonatation des matériaux cimentaires

---

### Sommaire

II.1. Introduction .....	47
II.2. Hydratation .....	48
II.2.1. Caractéristiques chimiques du ciment .....	48
II.2.2. Processus d'hydratation.....	48
II.2.3. Hydratation de la Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) .....	49
II.2.4. Hydratation des silicates de calcium hydratés (C-S-H).....	50
II.2.5. Hydratation des aluminates .....	51
II.3. Hydratation des matériaux cimentaires à faible teneur en clinker.....	51
II.4. Paramètres influençant l'hydratation.....	52
II.5. Hydratation d'un ciment aux métakaolins (MK).....	52
II.5.1. Propriétés rhéologiques .....	52
II.5.2. Processus d'hydratation.....	53
II.5.3. Propriétés mécaniques .....	56
II.6. Hydratation d'un ciment aux sédiments issus de dragage (Vase Calcinée (VC)).....	58
II.6.1. Propriétés rhéologiques .....	58
II.6.2. Processus d'hydratation.....	59
II.6.3. Propriétés mécaniques .....	61
II.7. Hydratation d'un ciment à la poudre de brique (PB).....	64
II.7.1. Propriétés rhéologiques .....	64
II.7.2. Processus d'hydratation.....	65
II.7.3. Propriétés mécaniques .....	67
II.8. Microstructure des matériaux cimentaires .....	69
II.9. Transferts hydriques dans les matériaux cimentaires .....	69
II.9.1. Distribution de la taille des pores .....	70
II.9.2. Connectivité et tortuosité des pores.....	70
II.9.3. L'eau dans un matériau cimentaire.....	70
II.9.4. Modes de transferts dans un milieu poreux .....	71

# Chapitre II

## Etat de l'art – Hydratation et carbonatation des matériaux cimentaires

---

II.10. Influence des additions minérales sur les indicateurs de durabilité.....	74
II.10.1. Durabilité.....	74
II.10.2. Porosité accessible à l'eau.....	75
II.10.3. Absorption d'eau par capillarité.....	78
II.10.4. Perméabilité.....	81
II.11. Processus de carbonatation.....	84
II.11.1. Diffusion et la dissolution du CO <sub>2</sub> dans la solution interstitielle.....	84
II.11.2. Carbonatation de la Portlandite (Ca(OH) <sub>2</sub> ).....	85
II.11.3. Carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H).....	86
II.11.4. Carbonatation des autres hydrates des bétons.....	86
II.11.5. Polymorphisme des carbonates de calcium.....	87
II.12. Principaux paramètres impactant la carbonatation.....	88
II.12.1. Température.....	88
II.12.2. Humidité relative.....	88
II.12.3. Concentration en CO <sub>2</sub> .....	89
II.12.4. Type et durée de cure.....	90
II.12.5. Rapport Eau/Ciment (E/C).....	90
II.12.6. Degré de saturation des pores en eau liquide.....	91
II.12.7. Superplastifiant.....	91
II.12.8. Type et dosage de ciment.....	91
II.12.9. Additions minérales.....	92
II.13. Méthodes de caractérisation du phénomène de la carbonatation.....	96
II.13.1. Caractérisation macroscopique de la carbonatation.....	97
II.13.2. Caractérisation microscopique de la carbonatation.....	97
II.14. Influence de la carbonatation sur la microstructure des matériaux cimentaires.....	98
II.14.1. Modification des propriétés mécaniques.....	98
II.14.2. Retrait de carbonatation.....	99
II.14.3. Modification de la porosité (la distribution poreuse).....	99
II.14.4. Modification de la teneur en eau.....	102
II.14.5. Modification des propriétés de transfert.....	104
II.14.6. Microfissuration.....	106
II.15. Conclusion.....	106

# Chapitre II

## Etat de l'art – Hydratation et carbonatation des matériaux cimentaires

---

### II.1. Introduction

Dans l'intention de comprendre les modifications et les changements minéralogiques et microstructuraux provoquées par les ajouts pouzzolaniques dans un matériau cimentaire, il est important de spécifier les principales différences de composition entre le ciment Portland et les ciments composés (avec ajout). Pour cela, dans ce chapitre, une synthèse bibliographique sur le ciment est présentée d'une part: la chronologie d'hydratation, les hydrates formés et leurs propriétés, et d'une autre part, le processus de l'hydratation et les propriétés mécaniques des matériaux à base du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB) sont présentés. Ensuite, les différents travaux liés à la durabilité, notamment la durabilité des matériaux à base du MK, de la VC et de la PB sont exposés dans ce chapitre II.

En outre, la durabilité des structures en béton armé est affectée par le transfert d'agents agressifs à travers le réseau poreux contenu dans leurs matériaux. Parmi ces agents, se trouvent le dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) provenant de l'environnement et affectant les structures en béton armé. Il en va ainsi que la structure porale des matériaux cimentaires contribue de façon significative dans la pénétration de  $\text{CO}_2$ . En effet, la carbonatation est la plus répandue des agressions environnementales que subissent les bétons armés, en favorisant la corrosion des armatures. Il est donc primordial de bien comprendre les mécanismes intervenant lors la carbonatation des matériaux cimentaires. Pour cela, nous présentons dans la deuxième partie de ce chapitre, une revue de la littérature concernant la carbonatation des matériaux cimentaires. Tous d'abord, nous rappelons le processus de carbonatation, la carbonatation des différents hydrates constituant la matrice cimentaire et les paramètres influençant la carbonatation. Ensuite, nous décrivons la carbonatation des matériaux contenant des ajouts minéraux, en particulier le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique. Des méthodes de caractérisation expérimentale de la carbonatation sont exposées. Enfin, les conséquences de la carbonatation (minéralogiques et microstructurales) sur les matériaux cimentaires, notamment sur les propriétés de transfert sont présentées dans la dernière partie de ce chapitre.

## II.2. Hydratation

### II.2.1. Caractéristiques chimiques du ciment

Le ciment est un liant de nature hydraulique. Il est issu de la cuisson d'un mélange de calcaire (environ 80%) et d'argile (environ 20%) à haute température (1450°C), desquelles résulte sous le clinker [66]. Dans sa forme la plus simple, le ciment est appelé ciment de Portland et noté CEM I. Le clinker se compose de 4 oxydes principaux: oxyde de calcium CaO, oxyde de silicium SiO<sub>2</sub>, oxyde d'aluminium Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et oxyde de fer Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Lors de la cuisson de la matière première, ces oxydes se combinent en quatre phases principales (cf. Figure II.1). Les constituants principaux du clinker sont regroupés dans le Tableau II.1. Les ciments courants sont subdivisés en cinq types selon leur composition (NF EN 197-1). Chaque type de ciment composé est constitué d'un mélange de clinker, de gypse et d'éléments d'additions. Le but de l'utilisation du gypse est de ralentir l'hydratation du C<sub>3</sub>A pour éviter la prise rapide.

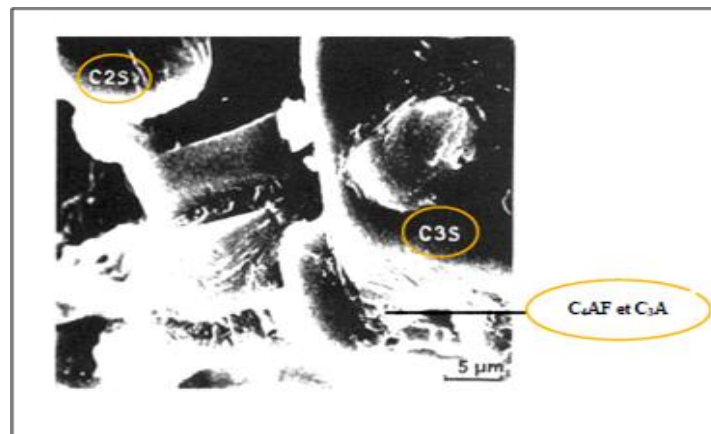


Figure II.1. Composants du clinker [66,67].

Tableau II.1. Principaux constituants du clinker [68,69].

Nom du constituant	Formule chimique	Notation cimentière	Proportions moyennes (%)
Silicate tricalcique (alite)	3CaO, SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S	60 à 65
Silicate bicalcique (bélite)	2CaO, SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S	20 à 25
Aluminate tricalcique	3CaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A	8 à 12
Aluminoferrite tétracalcique	4CaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF	8 à 10

### II.2.2. Processus d'hydratation

Les réactions d'hydratation correspondent à l'ensemble des réactions chimiques se produisant entre le ciment et l'eau. Le processus de dissolution/précipitation est initié dès lors que ces deux phases sont en contact. Les principales phases formées consécutivement au processus



d'hydratation sont présentées dans le Tableau II.2, où, CH correspondent à la Portlandite, C-S-H au silicates de calcium hydratés et  $C_3A.3CS.H_{32}$  où  $C_3(A,F).3CS.H_{32}$  à l'étringite. L'hydratation du ciment anhydre dépend essentiellement, dans les premiers temps, de celles du  $C_3S$  et du  $C_3A$  [70]. L'hydratation des composés  $C_3S$  et  $C_3A$  se produit rapidement en comparaison des composés  $C_2S$  et  $C_4AF$ , qui s'hydratent pendant plusieurs mois, voire plusieurs années [68].

**Tableau II.2.** Réactions d'hydratation des composés anhydres du ciment [68].

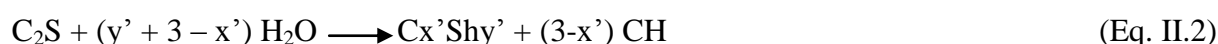
Composé anhydre		Composé hydraté
$C_3S$	→	C-S-H et CH
$C_2S$	→	C-S-H et CH
$C_3A$	→	$C_4AH_{13}$ et $C_3AH_6$
$C_3A + \text{Gypse}$	→	$C_3A.3C\bar{S}.H_{32}$ et $C_3A.C\bar{S}.H_{12}$
$C_4AF$	→	$C_4(A,F)H_{13}$ et $C_3(A,F)H_6$
$C_4AF + \text{Gypse}$	→	$C_3(A,F).3C\bar{S}.H_{32}$ et $C_3(A,F).C\bar{S}.H_{12}$

Les silicates  $C_2S$  et  $C_3S$  se dissolvent dans l'eau pour former la Portlandite ( $Ca(OH)_2$ ) et les silicates de calcium hydratés (C-S-H). En outre, les aluminates  $C_3A$  et  $C_4AF$  réagissent avec le gypse en présence d'eau pour former de nouveaux hydrates insolubles formant une pâte de ciment durcie sous la forme d'un milieu poreux composé de phases solides hydratées et d'une solution interstitielle [66]. Au final, les principaux systèmes hydratés constituant la matrice cimentaire sont:

- ✓ La Portlandite ( $Ca(OH)_2$ ) ou CH,
- ✓ Les silicates de calcium hydratés (C-S-H),
- ✓ Les sulfoaluminates de calcium (AFm et AFt), plus communément appelé ettringite et les aluminoferrites. Ces aluminates jouent un rôle mineur sur la microstructure par rapport aux C-S-H et à la Portlandite (présentent en très faible quantité).

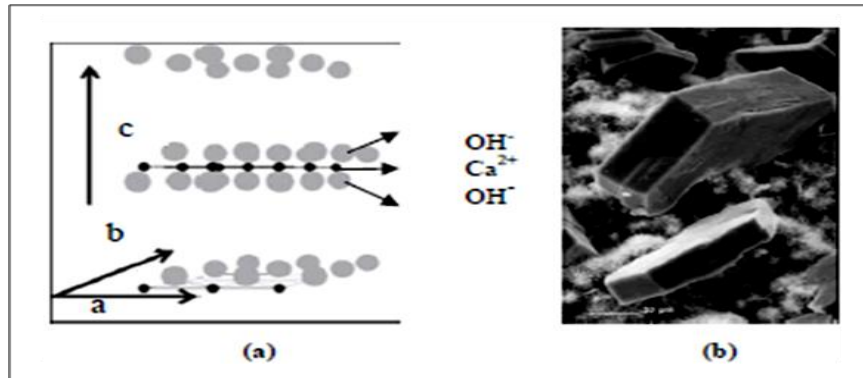
### II.2.3. Hydratation de la Portlandite ( $Ca(OH)_2$ )

La Portlandite (CH) est le nom minéralogique de l'hydroxyde de calcium cristallisé. C'est la phase la plus soluble de la pâte de ciment hydratée. Elle représente jusqu'à 25% des produits d'hydratation (pour une pâte de ciment durcie (type CEM I)) [68]. Elle provient de l'hydratation de  $C_3S$  et de  $C_2S$  selon les Eq. II.1 et II.2 [66].



Sa solubilité dans l'eau est de l'ordre de 22 mol/L à 25°C, soit environ 1,6 g/L [71], ce qui correspond à un pH d'équilibre de 13 [72]. Sa présence dans la pâte de ciment, par cette basicité, maintient le pH de la solution interstitielle élevé qui permet la passivation des armatures métalliques du béton armé. Sa structure cristalline est de type hexagonal (*cf.* Figure

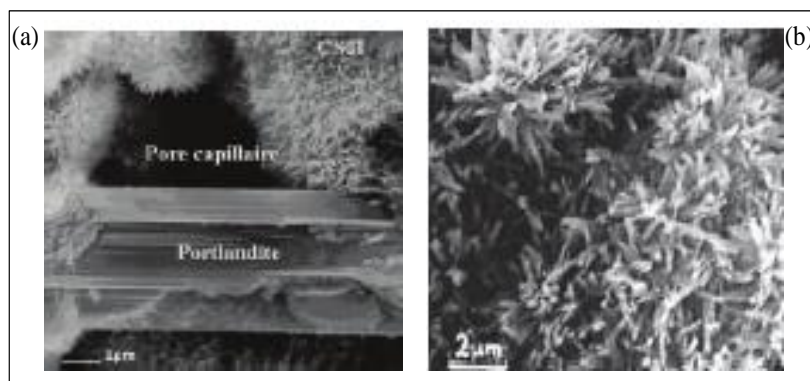
II.2). La Portlandite n'a que peu d'importance du point de vue de la résistance mécanique mais, en revanche, cet hydrate joue un rôle notable du point de vue de la durabilité [69], étant donné qu'elle opère un effet tampon en maintenant un pH basique [71].



**Figure II.2.** Structure cristalline de la Portlandite (a) et image au MEB de cristaux de Portlandite (b) [72].

#### II.2.4. Hydratation des silicates de calcium hydratés (C-S-H)

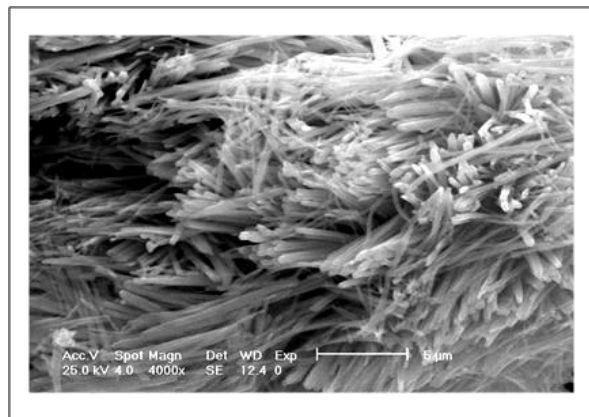
Lors de l'hydratation, les C-S-H constituent la plus grande partie de la phase liante de la pâte de ciment [32]. Ils occupent 50 à 70% du volume solide de la pâte de ciment hydratée (type CEM I) [69]. Ils proviennent de l'hydratation de  $\text{C}_3\text{S}$  et de  $\text{C}_2\text{S}$  (l'Eq. II.1 et II.2), ou de réactions pouzzolaniques. Les C-S-H contribuent essentiellement au développement de la résistance mécanique des matériaux cimentaires. Dans un matériau cimentaire à base d'additions pouzzolaniques, d'autres C-S-H peuvent se former via une consommation de la Portlandite [32]. Au cours de l'hydratation, les C-S-H assurent la cohésion entre les composants des matériaux cimentaires. Ils recouvrent progressivement les grains de ciment anhydres et remplissent peu à peu l'espace intergranulaire. Les C-S-H sont des produits poreux dont la porosité atteint environ 28% [73], c'est pour cela qu'ils sont souvent appelés le gel des C-S-H. Morphologiquement, les C-S-H sont souvent associés à un composé amorphe, présentent également une structure lamellaire (cf. Figure II.3).



**Figure II.3.** Microscopie électronique à balayage de C-S-H poussant à la surface de grains d'alite (à gauche) (a) et microscope électronique à balayage de C-S-H dans une pâte de ciment hydratée (b) [68,74].

### II.2.5. Hydratation des aluminates

L'hydratation des aluminates ( $C_3A$ ) est très rapide et exothermique (parmi les plus exothermiques de toutes les réactions d'hydratation), ce qui entraîne également une fragilisation prématurée du matériau [68], en limitant les quantités des hydrates formées (Portlandite et de C-S-H) [75]. Des sulfates (gypse) sont ajoutés aux aluminates, pour limiter ce phénomène [76]. Lors de l'hydratation à très jeune âge, l'aluminate tricalcique et le gypse se dissolvent rapidement donnant des ions  $Ca^{2+}$ ,  $AlO_2^{-2}$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $OH^-$ . Ces derniers produisent  $C_4AH_{13}$  et des aluminates tricalciques cubiques hydratés ( $C_3AH_6$ ) [77]. Il existe trois types de trisulfoaluminates, les ettringites primaires sous forme d'aiguilles à base hexagonale (cf. Figure II.4), augmentent la compacité et la résistance mécanique du béton, les ettringites secondaires et différées (DE) ont un effet direct et indésirable sur la matrice cimentaire dont les conséquences sont la diminution des propriétés mécaniques et la durée de vie [66].



**Figure II.4.** Micrographie SE d'une fracture de béton montrant une pelote d'ettringite [72,78].

### II.3. Hydratation des matériaux cimentaires à faible teneur en clinker

Dans le cadre de développement de nouveaux matériaux, des additions minérales sont utilisées en substitution du ciment afin de réduire la teneur en clinker ou conférer certaines propriétés aux matériaux. Chacune entraîne des modifications du processus d'hydratation et la nature d'hydrates qui se produisent dans les systèmes du ciment sans ajout. L'incorporation d'additions minérales avec du ciment peut exercer une influence sur les réactions d'hydratation. Selon Wang *et al.* [79], quatre mécanismes différents interviennent et dépendent des caractéristiques physiques de l'addition utilisée :

- ✓ **Effet de dilution:** Ce phénomène est observé dès lors qu'une partie du clinker est substituée par une addition minérale inerte ou participante tardivement aux réactions d'hydratation (additions pouzzolaniques par exemple). C'est-à-dire qu'elles participent chimiquement très peu aux réactions d'hydratation. Pour une teneur en eau fixe, plus le taux de la substitution du ciment par de l'ajout augmente et plus la quantité d'hydrates formés diminue [43].

- ✓ **Effet filler** : Ce mécanisme intervient lorsque l'addition utilisée est d'une finesse telle que ses particules sont capables de s'insérer dans les interstices de l'empilement des grains de ciment. Le cas échéant, la compacité du mélange augmente [80]. Selon Berodier *et al.* [81], l'augmentation de la compacité est synonyme d'une réduction des distances inter-particulaires.
- ✓ **Effet nucléation** : L'effet de nucléation correspond à la capacité d'une addition minérale à constituer en surface de ses grains des sites permettant la croissance d'hydrates.
- ✓ **Effet chimique** : En plus des phénomènes d'accélération et d'amplification des réactions d'hydratation du ciment seul, le carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  est capable de réagir avec les phases riches en aluminium ( $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$ ).

#### II.4. Paramètres influençant l'hydratation

L'hydratation est régie par plusieurs facteurs. Chacun de ces facteurs va ralentir ou bien accélérer les cinétiques d'hydratation des différentes phases du ciment [82-88]:

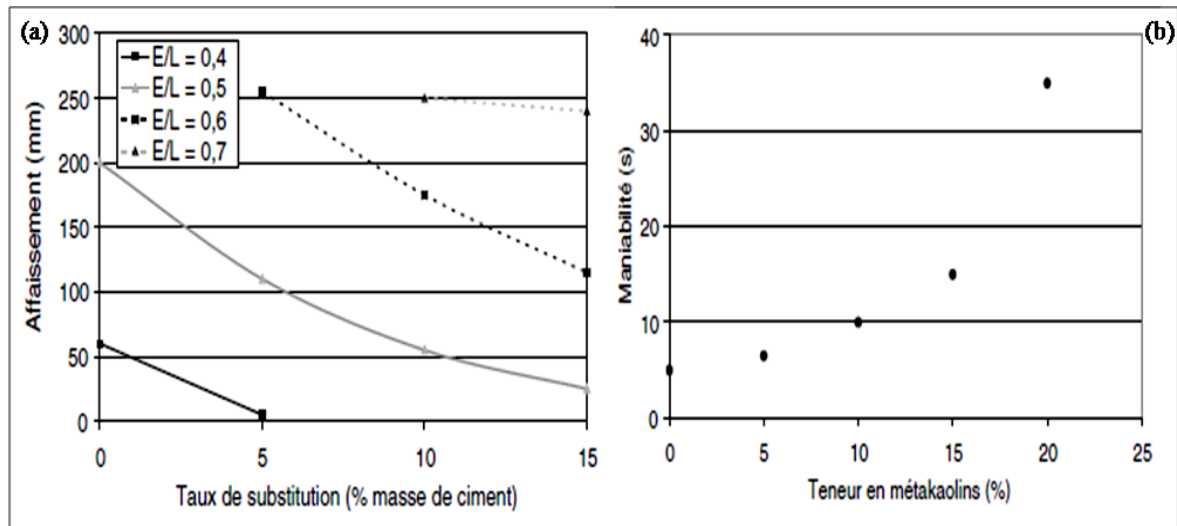
- La composition chimique des constituants,
- La granularité des constituants,
- La proportion d'eau de gâchage,
- La présence d'ajout ou d'adjuvant,
- Les conditions thermiques du milieu,
- Les conditions hydriques du milieu,
- Le malaxage.

#### II.5. Hydratation d'un ciment aux métakaolins (MK)

##### II.5.1. Propriétés rhéologiques

Les particules du métakaolin se présentent sous la forme d'empilements de plaquettes ayant tendance à s'agglomérer [32] (*cf.* chapitre I). Du fait de cet empilement de feuillets, la surface spécifique des métakaolins est généralement très élevée, ce qui leur confère une demande en eau accrue par rapport à un ciment Portland. En effet, une partie de l'eau d'ajout est piégée dans les espaces entre les feuillets et n'est plus disponible pour enrober les particules et les écarter les unes des autres dans la solution [43]. Cette morphologie particulière exerce une influence non négligeable sur les propriétés rhéologiques des mélanges cimentaires à l'état frais. La pureté du métakaolin utilisé influence également ces propriétés. Plus il est pur et plus le maintien des propriétés rhéologiques est réduit. La littérature fait état d'une augmentation de la demande en eau des mélanges de pâtes, mortiers et bétons, lorsqu'un métakaolin est utilisé en remplacement du ciment [89-91]. Antoni *et al.* [92] ont observé une augmentation du dosage en superplastifiant requis avec l'augmentation de la teneur en métakaolin. Basheer *et al.* [93] ont étudié l'influence du taux de la substitution du ciment par les métakaolins dans des bétons pour différents rapports E/L. Les résultats ont montrés que l'affaissement diminue avec l'augmentation du taux de la substitution en métakaolin (*cf.* Figure II.5 (a)). Cet effet est d'autant plus marqué que le rapport E/L est faible. De leur côté Courard *et al.* [94] ont

constaté que dans le cas du métakaolin, il est nécessaire d'augmenter la quantité d'adjuvant ou la quantité d'eau, pour maintenir une constante maniabilité des mortiers (*cf.* Figure II.5 (b)).



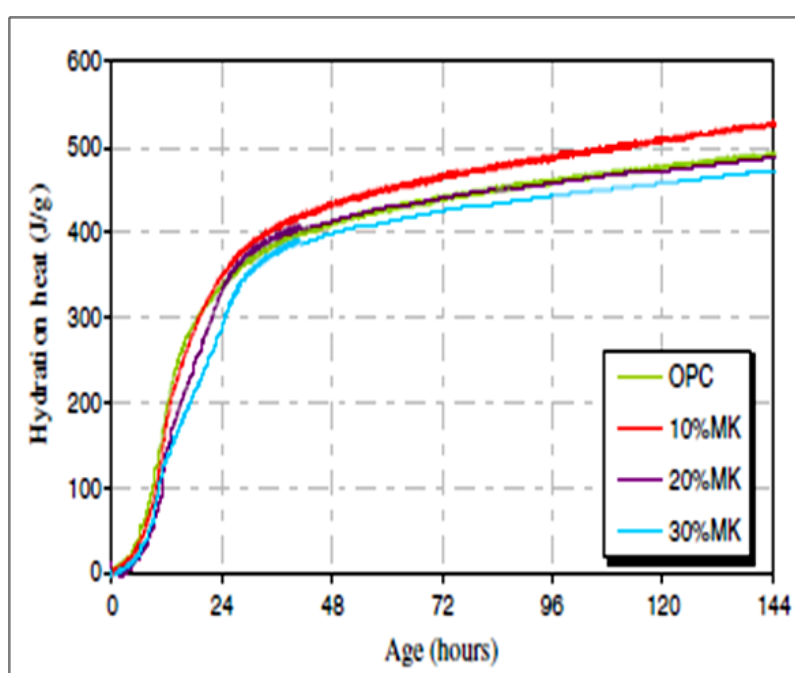
**Figure II.5.** Évolution de l'affaissement des bétons (a) [93] et évolution de la maniabilité des mortiers (sans superplastifiant et à même E/L = 0.5) en fonction du taux de substitution en métakaolins (b) [94].

Cassagnabère *et al.* [95] ont quant à eux observé le comportement rhéologique de mortiers incorporant des métakaolins de différentes puretés. Des taux de la substitution de 12,5 % et 25 % pour un E/L de 0,5 ont été testés. Par des mesures d'affaissement au mini-cône, ils ont observés que l'incorporation du métakaolin réduisait l'affaissement mesuré ainsi que son maintien dans le temps. Selon ces auteurs, du fait d'une demande en eau plus élevée, les distances inter-particulaires au sein des mélanges à base du métakaolin sont réduites. L'incorporation du métakaolin nécessite donc un ajustement de la teneur en eau et/ou de l'adjuvantation pour permettre une meilleure dispersion de ces particules.

### II.5.2. Processus d'hydratation

Le métakaolin est une addition minérale dite pouzzolanique, c'est-à-dire qu'il peut réagir avec la Portlandite (produit d'hydratation du clinker) pour former d'autres hydrates. Les réactions pouzzolaniques sont donc des réactions tardives, nécessitant dans un premier temps une hydratation suffisante du clinker [43]. En effet, la réactivité d'un métakaolin dépend de plusieurs caractéristiques, le taux de déshydroxylation après calcination, la surface spécifique ainsi que la présence d'agglomérats et d'impuretés [96]. Selon Alujas *et al.* [97] plus la teneur en  $Al_2O_3$  de l'argile kaolinique de départ est élevée et plus le métakaolin obtenu est réactif. Cette tendance est également observée aussi par Pierkes *et al.* [98] qui ajoutent que la réactivité d'un métakaolin avec du ciment peut également être améliorée par l'utilisation d'un ciment riche en  $C_3S$  et  $C_3A$ . Hollanders *et al.* [99] ont observé que plus la surface spécifique du métakaolin augmente, plus sa réactivité augmente, du fait de sa dissolution plus importante en solution. L'augmentation de la vitesse de réaction d'hydratation dans les matériaux cimentaire en présence du métakaolin s'accompagne d'une augmentation de la chaleur

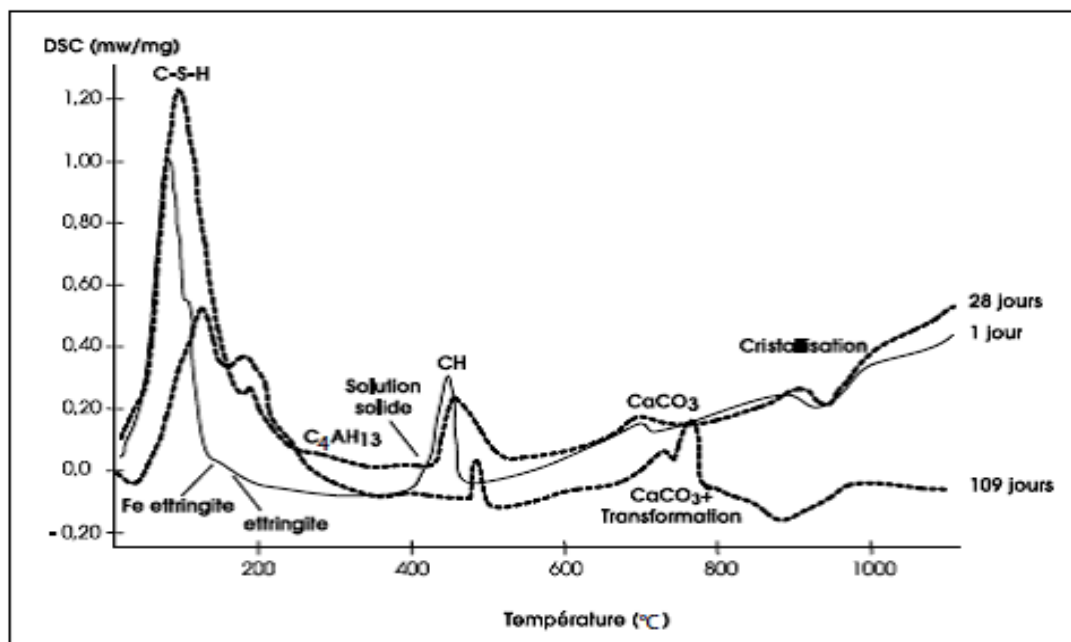
dégagée. Wild *et al.* [100] ont observé que le maximum de la chaleur dégagée pendant les premières 48 heures a été enregistré pour une pâte de ciment avec 10% en métakaolin. Au-delà de ce taux de la substitution, un effet de dilution semblerait prédominer et limiterait le dégagement de chaleur. Les mêmes constatations ont été notés par Said-Mansour *et al.* [52]. Les chercheurs ont démontré que le MK améliore le processus d'hydratation. Le mortier à base de 10% du kaolin calciné à 850 °C pendant 3 h a fourni un développement thermique d'hydratation comparable au mortier de référence (OPC) pendant les premières 20 heures (*cf.* Figure II.6). Après 20 heures, le mortier avec une substitution de 10% du ciment Portland par le MK a libéré la plus grande chaleur d'hydratation par rapport aux autres mortiers et le mortier à 30% du MK a donné la plus faible chaleur d'hydratation.



**Figure II.6.** Développement de la chaleur d'hydratation totale pour les échantillons de mortier à base du MK [52].

Cassagnabère *et al.* [101] ont réalisé des pâtes de ciment Portland incorporant 25% du métakaolin. Par des analyses d'ATG/ATD et de DRX, ils ont constaté que la réaction pouzzolanique soit précoce. Une consommation de la Portlandite dès 1 jour d'hydratation. Dans les travaux de Sha *et al.* [102], la réaction pouzzolanique d'une pâte de ciment durcie contenant 20% en masse du métakaolin a été 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 (*cf.* Figure II.7). Les auteurs ont noté une diminution significative du pic correspondant à la Portlandite (CH), en raison de sa consommation par les réactions pouzzolaniques et une augmentation progressive de celui des C-S-H. Entre 28 et 109 jours le pic des C-S-H a continué d'évoluer (réactions à long terme). Bücher *et al.* [103] ont noté le même constat, plus la teneur en métakaolin augmente, plus la

quantité de Portlandite au sein du mélange des bétons diminue. Ce qui est d'une part lié à la réaction pouzzolanique mais également à un effet de dilution par la substitution du ciment.



**Figure II.7.** ATD d'une pâte durcie contenant 20% du MK en substitution du ciment à 1, 28 et 109 jours [102].

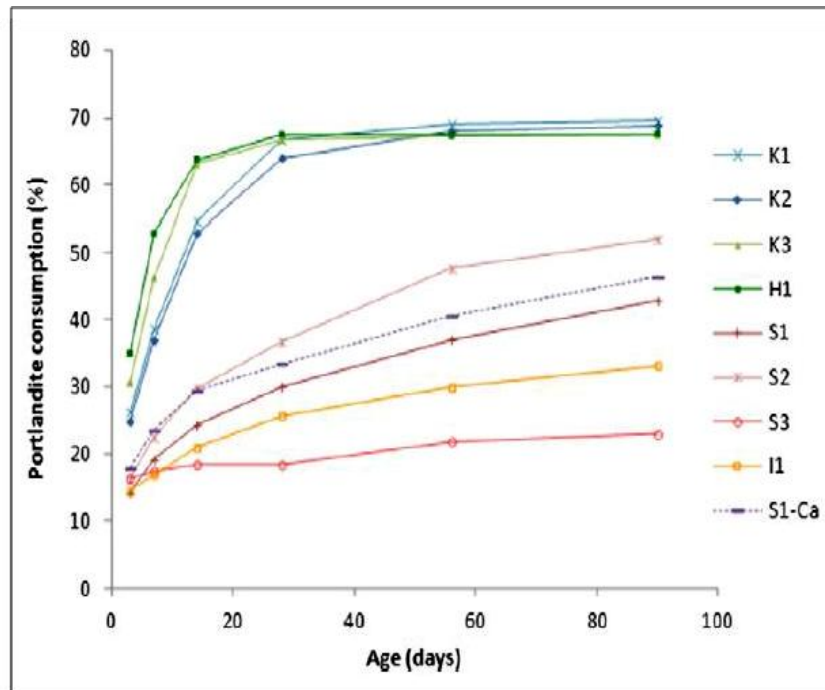
En revanche, Hollanders *et al.* [99] ont comparé la réactivité de différentes argiles calcinées entre 500°C et 900°C en mélange avec de la chaux, par la mesure de la consommation de la Portlandite au cours du temps (*cf.* Figure II.8). Les résultats d'ATG ont montrés que les métakaolins (K1 à K3) sont les plus réactifs et les réactions pouzzolaniques sont terminées dès 28 jours d'hydratation (réactions à court terme).

L'incorporation du métakaolin au sein du mélange provoque un enrichissement de la solution en ions  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  et  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$ , modifie l'équilibre de précipitation de la solution interstitielle. Les phénomènes de substitutions ioniques ( $\text{Si}^{4+}$  remplacé par  $\text{Al}^{3+}$ ) lors de la formation des hydrates, contribuent à la formation de silicates, voire d'aluminates de calcium hydrates, un gel de C-A-S-H de structure semblable au gel de C-S-H au détriment de la Portlandite. Cette réaction consommerait entre 30 et 40% de la quantité de métakaolinite présente initialement dans le mélange. En notation cimentaire, la réaction qui a lieu peut être décrite par l'Eq. II.3 [104].



Pendant la période d'hydratation, la microstructure des matériaux à base du MK est riche en C-A-S-H et C-S-H. D'autant plus, il est également possible que d'autres phases d'hydratation vont être produites en fonction de la teneur en métakaolin dans la texture cimentaire. En particulier, l'étringite (AFm) [105], la stratlingite ( $\text{C}_2\text{ASH}_8$ ) [106] et l'hydrogrenats ( $\text{C}_3\text{ASH}_6$ ) comme il était présenté par Frias *et al.* [107]. Cassagnabère *et al.* [101] ont noté

que la quantité totale d'hydrates formés pour un taux de substitution de 25% d'un ciment Portland par du métakaolin a augmentée de 86% par rapport à la référence. La formation de ces espèces est bénéfique car elle permet de densifier la matrice cimentaire. Ceci a un effet positif sur les propriétés physiques, mécaniques et la durabilité du matériau obtenu.



**Figure II.8.** Consommation de la Portlandite au cours du temps pour différentes argiles calcinées (K = Kaolinite, H = Halloysite, S1/S2 = Montmorillonite, S3 = Hectorite, I = Illite) [23,99].

### II.5.3. Propriétés mécaniques

Les tendances observées dans la littérature sur l'effet du métakaolin sur les propriétés mécaniques (la résistance à la flexion et compression) sont différentes, étant que le métakaolin est un ajout pouzzolanique et il est influencé par plusieurs facteurs (le dosage, la pureté par exemple). Peu de travaux relatent des essais de résistance à la flexion réalisés sur des matériaux cimentaires incorporant le métakaolin. Rougeau *et al.* [108] ont mesurés la résistance à la flexion pour deux types de bétons, (BHP et des BFUP), contenant différents types d'ultrafines (fumée de silice, métakaolin, cendres volantes...). À 28 et à 90 jours, les bétons à base du métakaolin ont présenté la meilleure résistance à la flexion, environ 9 MPa pour les bétons BHP et 25 MPa pour les bétons BUHP. Les résultats obtenus par Belaidi *et al.* [109] ont montré que l'incorporation du métakaolin (10 à 50%) aux échantillons de mortiers de chaux, a provoqué des variations considérables dans les valeurs de la résistance à la flexion. La valeur de la résistance à la flexion la plus élevée est de 0,48 MPa pour le mortier contenant 10% du métakaolin (*cf.* Figure II.9).



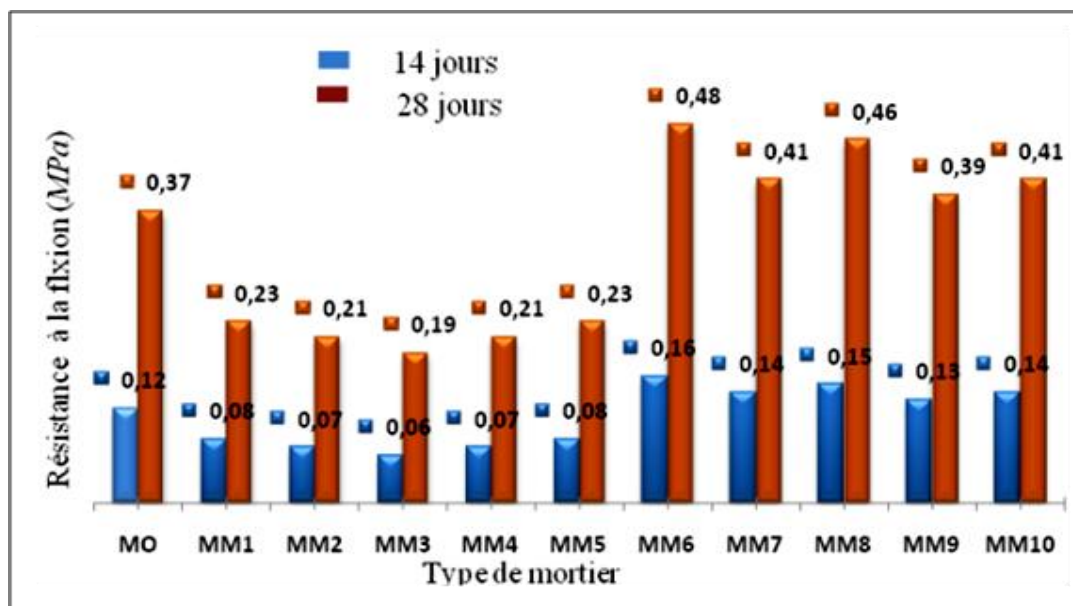


Figure II.9. Résistance à la flexion des mortiers à base du MK [109].

Plusieurs études ont montrés que l'utilisation des teneurs optimales en métakaolin peut améliorer la résistance à la compression du béton [75,80]. Au jeune âge, l'effet du métakaolin peut être bénéfique ou délétère. Selon Poon *et al.* [110], au jeune âge, le développement de la résistance à la compression des bétons au métakaolin est supérieur, lorsque le rapport E/L est de 0.5 ( $E/L > 0.3$ ). Étant donné que la réaction pouzzolanique du métakaolin est précoce, une plus grande quantité d'eau favorise la formation d'une plus grande quantité de Portlandite, ce qui permet au métakaolin de réagir davantage. Selon ces auteurs, le dosage optimal en métakaolin est de 10%. Cette tendance est également observée aussi par Said-Mansour *et al.* [52] sur des mortiers à base de MK (*cf.* Figure II.10).

Cornac *et al.* [111] et Pierkes *et al.* [98] ont mesuré la résistance à la compression de différents mortiers pour un E/L de 0.5 au jeune âge (1-3 jours). Cependant, Cornac *et al.* [111] ont utilisé un CEM I 52,5 R tandis que Pierkes *et al.* [98] ont utilisé un ciment CEM I 42,5 R. Les résultats obtenus divergent pour un taux de substitution de 40% du MK. Les résultats de ces deux études suggèrent que la résistance mécanique au jeune âge est liée à l'hydratation du ciment. En effet, avec l'utilisation d'un ciment de faible réactivité, le métakaolin ne réagit pas bien du à la faible quantité de la Portlandite et provoque l'effet de dilution [112]. Par contre si le ciment est suffisamment réactif, la quantité de la Portlandite est trop importante, ce qui permet au développement des réactions pouzzolanique du métakaolin. Alvarez et coll. [113] ont remarqué que la résistance à la compression des mortiers s'est améliorée avec une substitution du ciment de 10% du métakaolin. Au-delà (10% de MK), la résistance à la compression a diminué. Khatib *et al.* [17] ont signalé que la résistance à la compression des mortiers n'a diminué que lorsque le remplacement du ciment par le MK dépasse 30%. San Nicolas et coll. [114] ont constaté qu'après un an de durcissement, la résistance à la compression des bétons contenant 25% de MK était supérieure à celle des bétons contenant 100% de ciment Portland (CEM I). Plus récemment, Singh et coll. [115] ont étudié l'effet du métakaolin sur les propriétés du béton perméable et ont montré que le taux optimal du

remplacement de ciment par le métakaolin était de 15% pour améliorer les propriétés mécaniques des bétons.

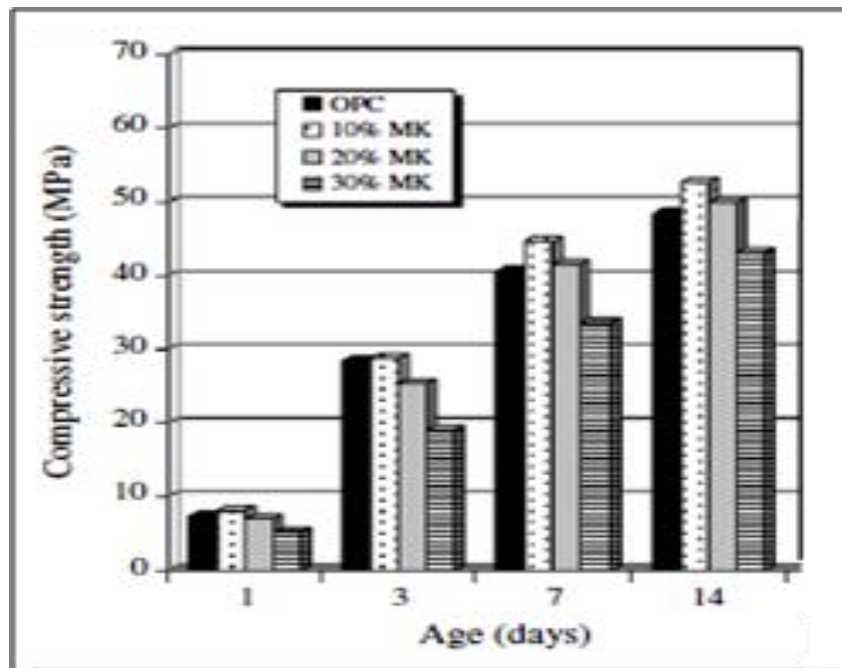


Figure II.10. Résistance à la compression au jeune âge des mortiers à base du MK [52].

En effet, il n'est pas facile de déterminer un taux de substitution optimum en MK, étant donné que la résistance mécanique est liée à la microstructure du matériau qui comme nous l'avons exposé, subit un grand nombre de modifications. Vu *et al.* [116], ont rapporté que les performances mécaniques des bétons et des mortiers ont diminué à des valeurs inférieures à celles des matériaux sans métakaolin. Selon ces auteurs, le taux optimum se situe entre 10 et 20%. Ils ont souligné qu'il existe différents taux optimaux en fonction de l'âge, la composition des bétons et notamment le rapport E/C du matériau.

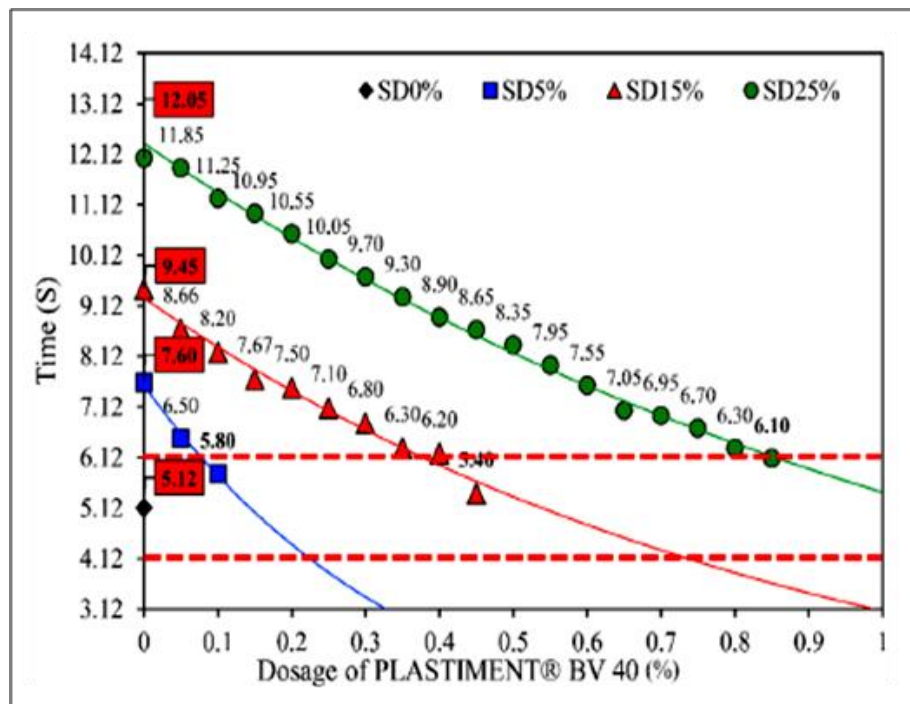
## II.6. Hydratation d'un ciment aux sédiments issus de dragage (Vase Calcinée (VC))

### II.6.1. Propriétés rhéologiques

Les sédiments calcinés en général diminuent l'ouvrabilité des matériaux cimentaires. Les sédiments absorbent de l'eau en raison de leur grande finesse par rapport au ciment. L'augmentation de la substitution du ciment par les sédiments nécessite une quantité importante de superplastifiant. Il est donc possible que la demande en superplastifiant soit plus importante pour obtenir une même fluidité ou une même valeur de seuil.

Hadj-Sadok *et al.* [21] ont montré que l'utilisation de sédiments calcinés augmente la demande en eau et en superplastifiant (*cf.* Figure II.11). Pour maintenir la même consistance des mortiers, l'augmentation du dosage de superplastifiant était nécessaire. Les auteurs montrent que l'utilisation de superplastifiant permet de diminuer la demande en eau,

d'homogénéiser le mélange, de prévenir la floculation des particules fines et d'améliorer ainsi l'hydratation. En termes de rhéologie, la vase calcinée réduit la viscosité plastique. Safer [14] a constaté que le rapport E/L augmente avec l'augmentation de la substitution du ciment par la vase calcinée. Cela est dû à la finesse de la vase qui absorbe une partie importante de l'eau destinée à l'hydratation du ciment.

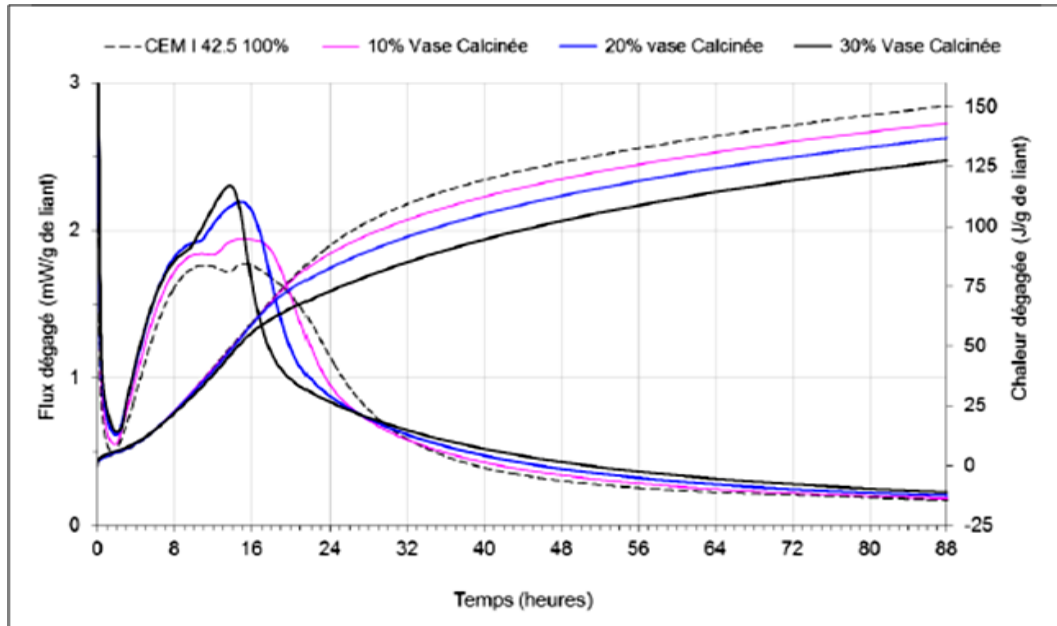


**Figure II.11.** Influence du dosage en superplastifiant sur la maniabilité des mortiers à base de sédiments calcinés [21].

## II.6.2. Processus d'hydratation

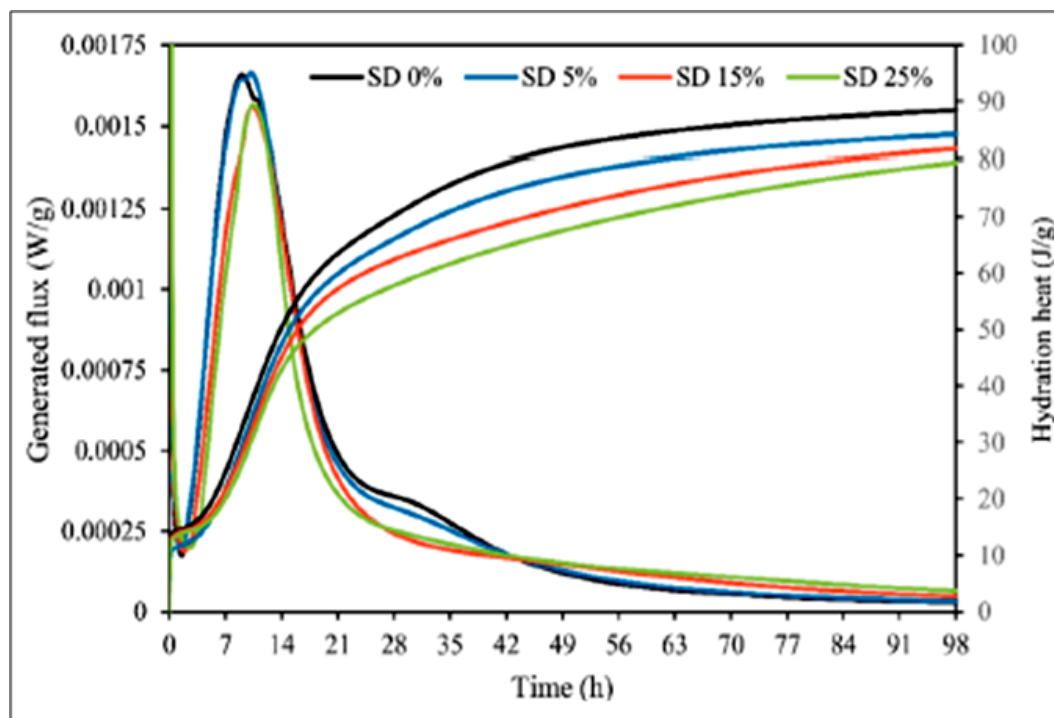
La réaction pouzzolanique de la vase calcinée est dépendante de la composition minéralogique (composition chimique et la quantité des phases pouzzolaniques ou amorphes), et le temps d'hydratation. La vitesse de la réaction pouzzolanique est influencée par la température de la calcination, la surface spécifique de la vase et le taux de l'eau de gâchage. L'utilisation de sédiments calcinés dans les matériaux cimentaire entraîne des réactions chimiques entre la Portlandite et les particules de la vase, ce qui conduit à la formation de gel de silicates de calcium hydratés (C-S-H), et donc l'augmentation des produits de l'hydratation (le C-S-H et les aluminates de calcium hydratés (C-A-H)) avec le développement de la réaction pouzzolanique des sédiments calcinés. Dans l'étude de Safer [14], il a été observé que la réaction pouzzolanique de la vase est lente, parce qu'avant son déclenchement, il faut d'abord que la Portlandite se forme suite à l'hydratation du ciment Portland. La chaleur d'hydratation a montré que le processus d'hydratation endothermique est très influencé par le remplacement du ciment par les sédiments calcinés (*cf.* Figure II.12). La substitution de 10% du ciment par la vase a procurée une chaleur plus importante que celle de 20 et 30%. Cela est due au caractère lent de la réaction pouzzolanique de la vase, par rapport à

la réaction d'hydratation du  $C_3S$ . Selon Belguesmia [117], la chaleur d'hydratation des pâtes à base de sédiments calcinés était plus élevée que celle de la pâte Portland, en raison de la réaction pouzzolanique entre le métakaolin présent dans les sédiments et la Portlandite.



**Figure II.12.** Évolution de la chaleur d'hydratation et le flux dégagé en fonction du temps des pâtes à base de la vase calcinée [14].

En conséquent, Benzerzour *et al.* [118] et Chikouche *et al.* [119] ont observé que le dégagement de chaleur des mortiers à base de sédiments était plus élevé que les mortiers de contrôle (sans sédiments), qui pourrait être dû à la production de C-S-H. Hadj-Sadouk *et al.* [21], ont suivi la chaleur d'hydratation et le flux libérés des mortiers avec des différents dosages de sédiments calcinés ajoutés au ciment par substitution (0, 5, 15, et 25%). Leurs résultats montrent que la chaleur libérée diminue avec l'augmentation de la substitution du ciment par la vase et que le processus d'hydratation endothermique des mortiers est significativement influencé par la quantité du ciment. Le flux thermique de mortier témoin (0%) et le mortier à base de 5% de la vase était nettement supérieur à celui des mortiers avec 15% et 25% de la vase (*cf.* Figure II.13).



**Figure II.13.** Évolution de la chaleur d'hydratation et de flux dégagé des mortiers à base de sédiments calcinés [21].

### II.6.3. Propriétés mécaniques

L'utilisation des sédiments de dragage calcinés dans la formulation des bétons (mortiers) favorise l'hydratation du ciment, principalement par un effet physique, et conduit à une matrice cimentaire dont la structure est plus dense. Ces effets ont une influence sensible sur la résistance mécanique. Bouhmid *et al.* [120] ont testé l'influence de la vase calcinée (0 à 50%) sur les propriétés mécaniques des mortiers normalisés. Ils ont constatés qu'à tout âge (2, 7, 28 et 90 jours) la résistance mécanique à la flexion du mortier à base de la vase calcinée diminue avec l'augmentation du taux de la substitution et reste toujours inférieure à celle du mortier témoin (sans ajout) (*cf.* Figure II.14 (a)). Néanmoins, le taux de 10% de la vase a montré une résistance à la flexion pratiquement équivalente à celle du mortier témoin et plus élevée par rapport aux autres pourcentages pour les quatre échéances. Les résultats de Benkabouche *et al.* [121] ont indiqué une augmentation linéaire de la résistance à la flexion jusqu'à 90 jours pour les différents types de mortiers (0, 15, 20 et 30%). Après 7 jours la vase calcinée a un impact limité sur la résistance à la flexion, quel que soit le taux de la substitution du ciment. Ils ajoutent que le pourcentage de 15% est le taux optimal, où le mortier M1 (15%) a des performances similaires au mortier témoin (M0) (*cf.* Figure II.14 (b)).

Pour la résistance à la compression, plusieurs recherches scientifiques ont été réalisées évoquant la possibilité de fabriquer des matériaux cimentaires dont le ciment est substitué par la vase calcinée avec des dosages allant jusqu'à 20% [122, 123]. Les études de Limeira *et al.* [124], ont montré une augmentation de la demande en eau et une diminution de l'ouvrabilité des matériaux à l'état frais. De plus, ils ont montré que la substitution du ciment par les

sédiments diminue les performances mécaniques des mortiers à 7 et 28 jours. De même, Zri *et al.* [125] ont réalisé une étude portant sur la formulation de bétons à base de sédiments non traités. D'après ces auteurs, les sédiments ne présentent pas d'activité pouzzolanique.

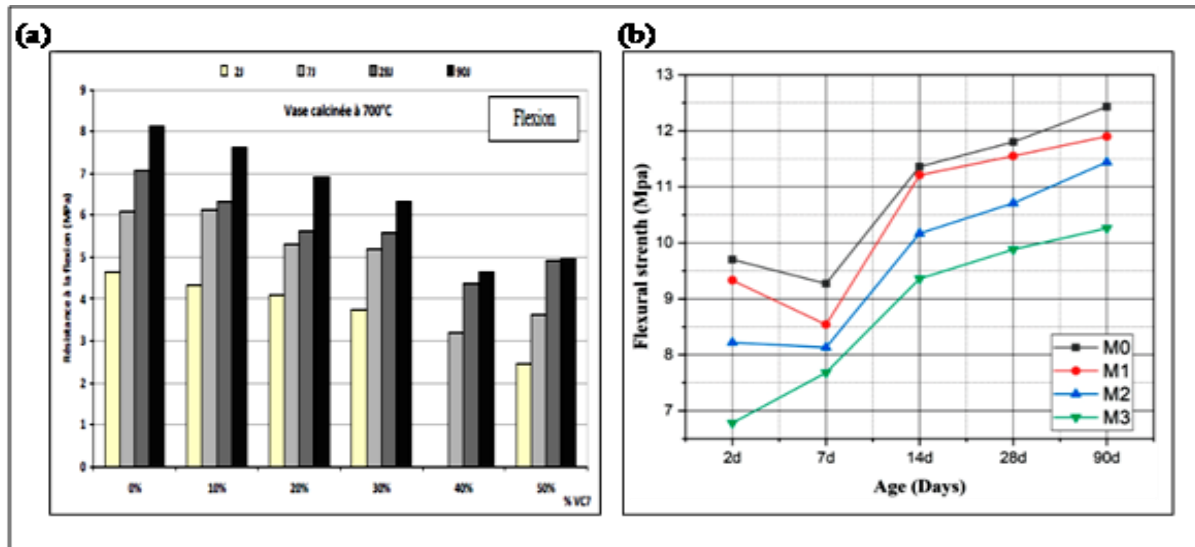
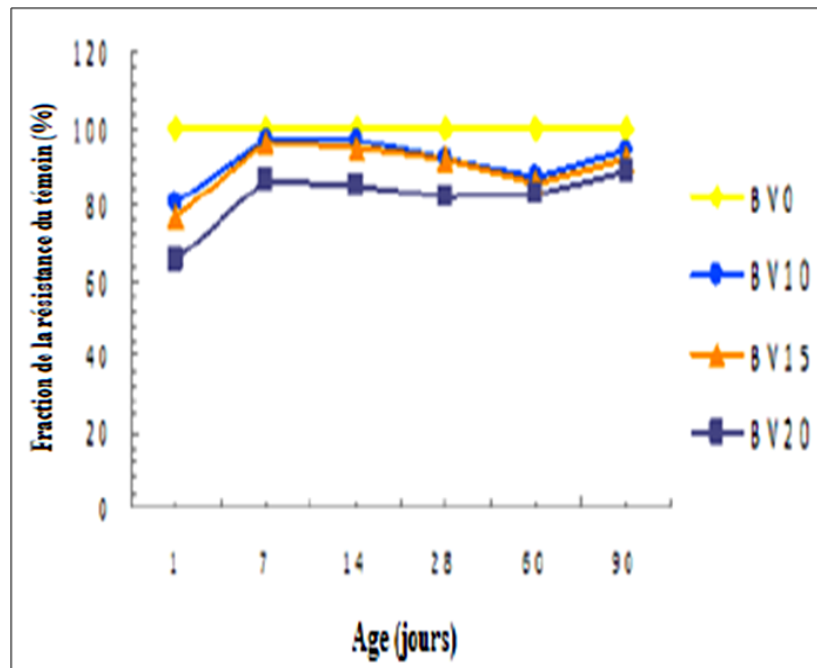


Figure II.14. Résistance à la flexion des mortiers à base de sédiments calcinés [120,121].

La substitution du ciment par les sédiments donne des résultats insatisfaisants en termes de résistance mécanique et de maniabilité. Belas *et al.* [49] ont présenté l'évolution de la fraction de la résistance à la compression des bétons à base de la vase, par rapport au béton témoin (sans vase) (*cf.* Figure II.15). Ils ont constaté, pour la plupart des mélanges, une augmentation régulière de ce rapport durant les premiers jours, confirmant ainsi une certaine activité de la vase calcinée. De 7 à 60 jours, les résistances des différents bétons sont inversement proportionnelles à la quantité de la vase substituée. Cet effet de réduction est assez habituel avec les pouzzolanes naturelles [126]. Au-delà de 28 jours, pour le béton avec 20% de la vase (BV20) et 60 jours pour les bétons avec 10 et 15% de la vase (BV10 et BV15), l'effet de la vase devient perceptible, puisque les résistances des bétons à base de la vase s'approchent des résistances du béton témoin. Il est vraisemblable que pour des échéances supérieures à 90 jours, les résistances seront évoluées au delà du béton témoin. Cette cinétique de développement des résistances s'explique par l'activité de la vase et par le fait que l'action pouzzolanique ne devient sensible qu'à partir des âges plus avancés, pour se déclencher et réagir avec la Portlandite libérée par le ciment au cours de son hydratation, pour former de nouveaux hydrates (C-S-H) qui participent à la résistance. En effet, une étude comparative des mortiers à base de sédiments calcinés a été faite par Kazi *et al.* [51]. Ils ont mis en considération différents pourcentages de la vase (0,5,10,15 et 20%). Ils ont montré que l'évolution de la résistance à la compression des quatre séries des mortiers à base de la vase est légèrement inférieure de celle du mortier témoin jusqu'à l'âge de 90 jours. Le pourcentage de 5% apparaît le plus approprié.



**Figure II.15.** Evolution de la fraction de la résistance à la compression des bétons à base de vase par rapport au béton de référence [49].

Ouhba *et al.* [127] ont étudié quatre mélanges cimentaires à base de 30, 50 et 70% de la vase calcinée à 750°C et un mélange témoin (100% de ciment). Ils ont trouvés que la résistance à la compression augmente en fonction de l'âge et de pourcentage en ciment (*cf.* Figure II.16 (a)). Le liant avec 30% de vase calcinée a donné des résistances à la compression égales à 85% de celles obtenues dans le cas de ciment seul. Ces résultats peuvent être améliorés en ayant un temps de conservation plus long, sachant que la réaction pouzzolanique intervient après celle d'hydratation du ciment libérant de la Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

Safer [14] a constaté qu'après 90 jours, la résistance à la compression des bétons avec 10 et 20% était supérieure à celle du béton témoin. Ils atteignent à 360 jours environ 116% et 104% respectivement. En effet, la réaction pouzzolanique est lente au jeune âge, mais elle peut se développer tardivement, où à une influence remarquable sur la résistance mécanique à moyen et à long terme. Plus récemment, Benkabouche *et al.* [121] ont montré que la substitution du ciment par 15% de la vase a donné les meilleures résistances à la compression des mortiers, mais la résistance à la compression des différents mortiers (avec une teneur de 15, 20 et 30% de la vase calcinée) reste toujours inférieure à celle du mortier témoin (0%) (*cf.* Figure II.16 (b)), et que l'utilisation de la vase était utile pour améliorer la durabilité des mortiers.

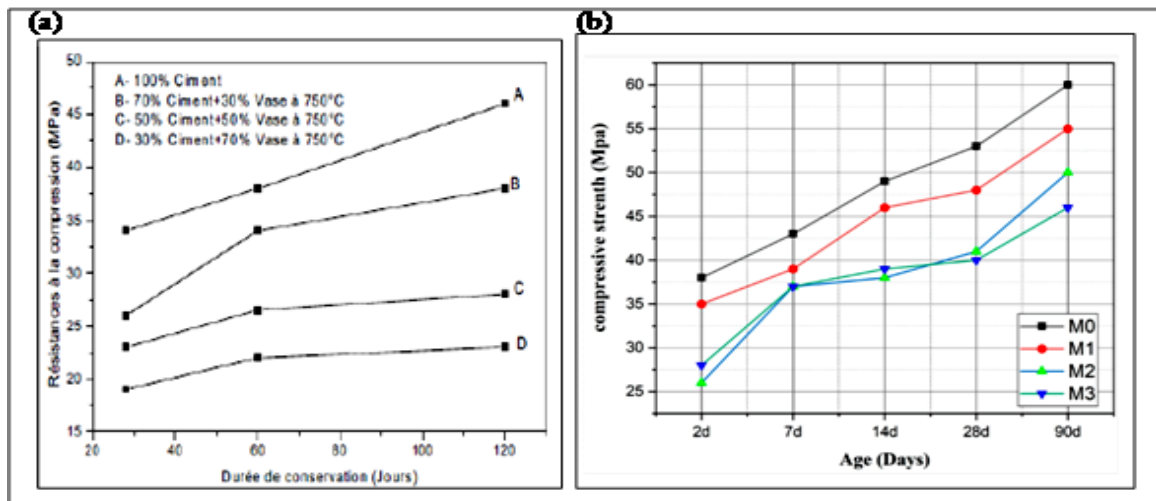


Figure II.16. Résistance à la compression des liants (a) [127] et des mortiers à base de la vase calcinée (b) [121].

## II.7. Hydratation d'un ciment à la poudre de brique (PB)

### II.7.1. Propriétés rhéologiques

En raison de la nature poreuse des particules de la poudre de brique (*cf.* chapitre I), la demande en eau et l'adjuvantation doivent être pris en compte dans la conception des mélanges cimentaires à base de la poudre de brique [128,129]. La morphologie et la surface spécifique élevée de la brique confèrent une demande en eau accrue, ce qui affecte sur la maniabilité du matériau. La taille des particules de la poudre de brique a également une grande influence sur ces propriétés. Zhao *et al.* [61] ont analysé l'effet de la poudre de brique avec différentes finesses sur la demande en eau pour une consistance normale lors du remplacement de 30% du ciment avec la poudre de brique (*cf.* Figure II.17).

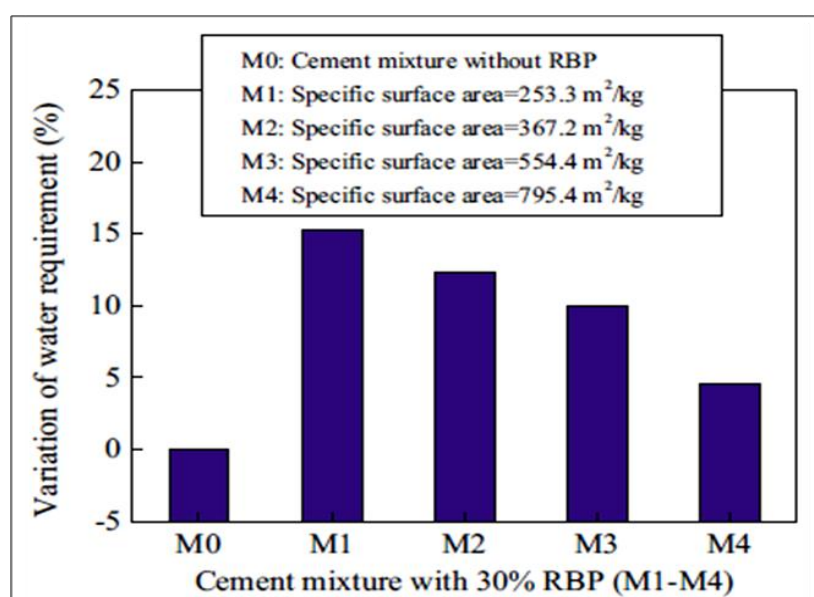


Figure II.17. Demande en eau du mélange de ciment avec et sans la poudre de brique [61,63].



Les résultats ont montré que la demande en eau des pâtes avec 30% de la poudre de brique (PB) a diminué avec la diminution de la taille des particules de la PB. Selon ces auteurs, cela peut être due à la taille des particules de la poudre de brique et sa microstructure qui devient régulière et non angulaire, ce qui peut fournir un effet lubrifiant évident causée par une augmentation de la surface spécifique [63,130]. Lorsque la taille des particules de la poudre de brique diminue progressivement, la maniabilité du mélange s'améliore. Les particules sphérique de la PB ont moins de résistance au frottement, réduisant la capacité d'absorption d'eau ainsi la viscosité du mélange, donc moins d'eau de mélange est nécessaire [61,131].

Nous devrions noter que tandis que la taille des particulaire de la poudre de brique diminue, la surface spécifique des particules augmente, et l'augmentation de la surface spécifique réduit la fluidité du mélange. Zheng [131] ont étudié l'effet de la finesse et le taux du remplacement du ciment par la poudre de brique sur la maniabilité des mortiers ordinaires. Les résultats ont indiqué que lorsque la granulométrie moyenne de la poudre de brique était entre 0,04 (mm) et 0,3 (mm), la fluidité du mortier diminuait avec l'augmentation de la substitution du ciment avec la PB. Alors, pour une granulométrie entre 0,06 (mm) et 0,1 (mm) et pour un taux inférieur à 20% de la PB, la fluidité du mortier était similaire ou même meilleure que celle du mortier de contrôle. Par des mesures d'affaissement des mortiers à base de la poudre de brique, Schackow *et al.* [29], ont observé que l'affaissement d'un mortier contenant 10% de la PB était environ 8,5% inférieur à celui du mortier de référence. L'incorporation de la PB réduisait l'affaissement mesuré ainsi que son maintien dans le temps, mais l'influence de la poudre de brique sur l'ouvrabilité n'est pas très claire. Pour certains auteurs [132-134], l'augmentation du dosage de la poudre de brique diminue la maniabilité des composites cimentaires, principalement en raison de l'angularité et de la surface rugueuse des particules de la PB, absorbant ainsi l'eau de mélange disponible.

### II.7.2. Processus d'hydratation

De nombreuses études ont montrés que la poudre de brique (PB) a des propriétés pouzzolaniques très intéressantes, qui peut améliorer les performances des matériaux cimentaire. Par conséquent, il est important d'étudier le processus d'hydratation des matériaux cimentaires contenant la PB. Sur la base des résultats de recherche mentionnés dans la littérature [25,135-137], le mécanisme de l'hydratation peut être résumé par la réaction des oxyde de  $\text{SiO}_2$  et de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de la poudre de brique avec la Portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  pour former les gels de C-S-H, C-A-H et C-A-S-H (*cf.* Figure II.18).

Les recherches de Zhao *et al.* [61] ont montré que l'ajout de la poudre de brique peut favoriser la formation des produits d'hydratation dans le ciment. Ils ont également constaté que plus la taille des particules de la poudre de brique est fine, plus la chaleur d'hydratation dégagée est importante et par conséquent le processus d'hydratation du ciment est favorisé.

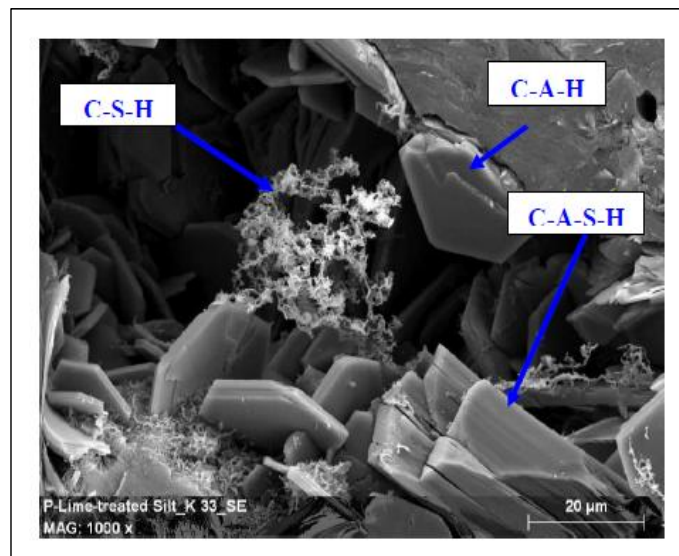


Figure II.18. Hydrates issus de la réaction pouzzolanique [138].

Basé sur la L'analyse thermogravimétrique ATG/ATD et les diffractogrammes de rayons X (DRX), sur des pâtes de ciment à base de la poudre de brique, Ma *et al.* [139] ont suggère que l'ajout de la poudre de brique diminue les produits d'hydratation ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et C-S-H) dans les matériaux cimentaires, tandis que les oxydes de  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dans la PB favorisent la réaction pouzzolanique dans une certaine mesure (*cf.* Figure II.19).

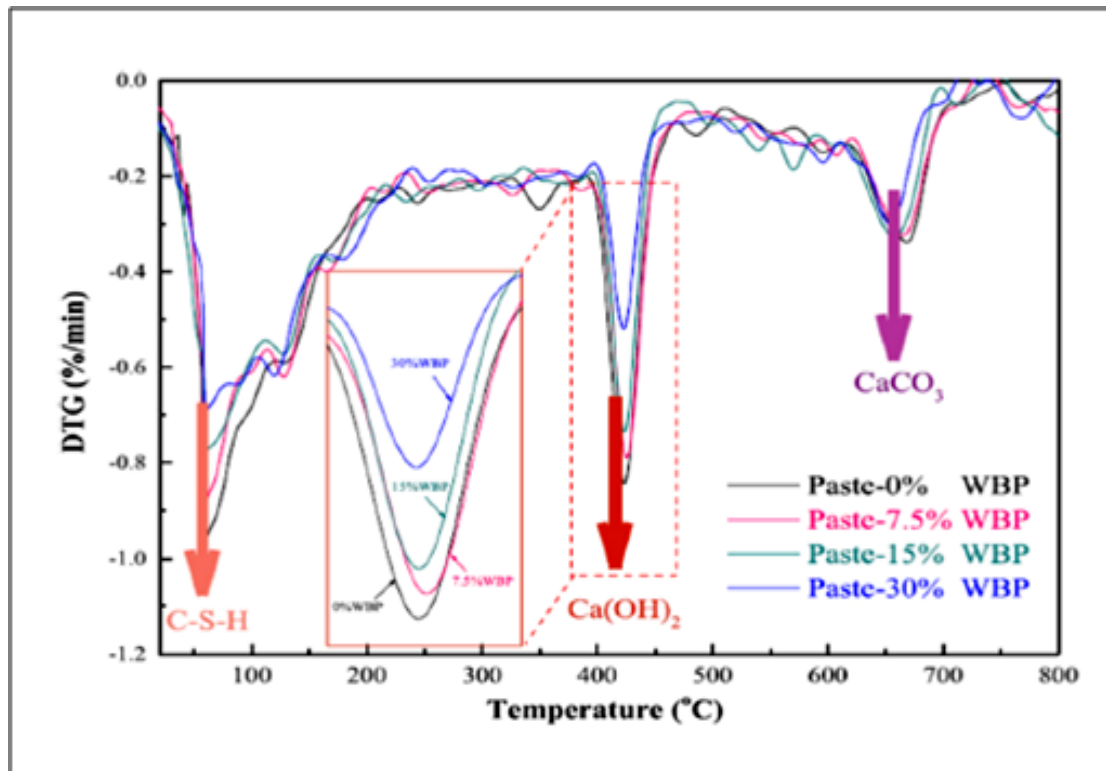
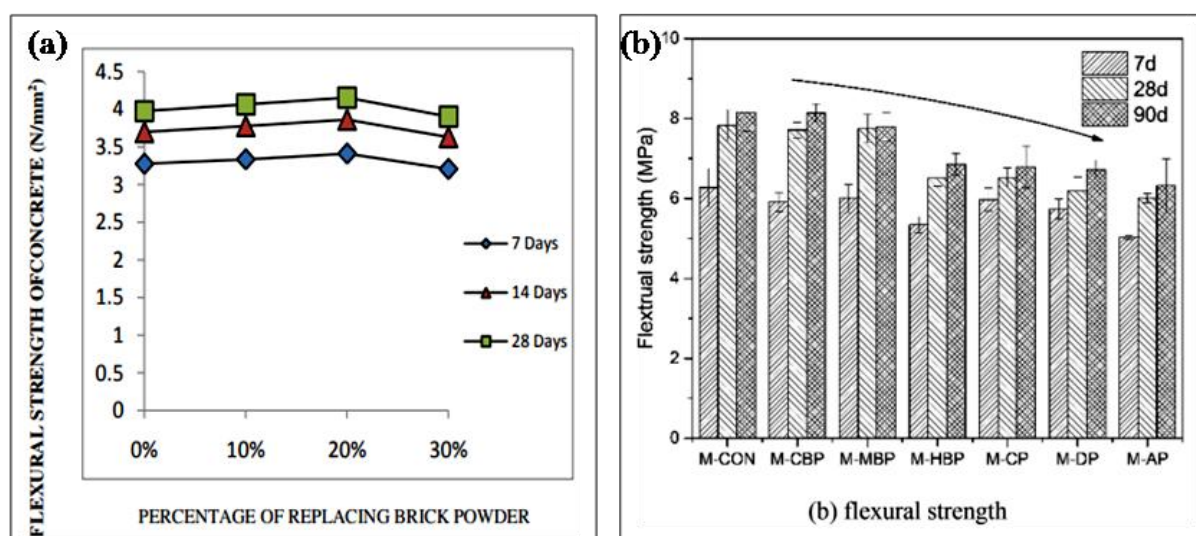


Figure II.19. ATD des pâtes de ciment à base de la poudre de brique [63,139].

Shao *et al.* [136] ont révélé le degré de la réaction pouzzolanique de la poudre de brique. Par une comparaison de l'intensité et de la quantité maximales de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans des pâte à base de la PB et des pâte de contrôle, les auteurs ont constatés que de 60 à 90 jours, la quantité de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  consommée par la PB a dépassé la quantité de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  produite par l'hydratation du ciment. C'est-à-dire la réaction pouzzolanique de la poudre de brique s'est principalement produite entre 60 et 90 jours. Selon ces auteurs, les pâtes qui avaient une microstructure relativement dense sans microfissures ont été celles composées de 20% de la poudre de brique. Des conclusions similaires ont été signalées par Ortega *et al.* [25] et Schackow *et al.* [29]. Il convient de noter que si le taux de la substitution du ciment par la poudre de brique est trop élevé, la quantité des produits d'hydratation diminue et la microstructure de la matrice cimentaire devient lâche et poreuse.

### II.7.3. Propriétés mécaniques

L'utilisation de la poudre de brique comme une addition minérale améliore les performances mécanique des matériaux cimentaire, tend qu'ils sont employés en quantité limitée. Abib *et al.* [140] ont étudié l'influence de l'utilisation de la poudre des déchets de brique sur le comportement rhéologique et mécanique du mortier. Les résultats montrent que la poudre de brique réduit la chaleur d'hydratation et un dosage de 5% de la PB a une influence favorable sur la résistance à la flexion et à la compression du mortier par rapport aux autres dosages (10 et 15%). Après 28 jours de durcissement, Rani *et al.* [141] ont constaté que la résistance à la flexion des bétons avec 10% et 20% de la poudre de brique était supérieure à celle du béton ordinaire. Lorsque le taux de la substitution du ciment par la PB a atteint les 30%, la résistance à la flexion a diminué (*cf.* Figure II.20 (a)). De même, Duan *et al.* [130] ont démontré qu'avec l'augmentation du taux de la poudre de brique dans le mortier, la résistance à la flexion de 28 jours a légèrement diminué (*cf.* Figure II.20 (b)). Cependant, il convient de noter que le mortier avec 30% de la PB avait une résistance à la flexion comparable à celle du mortier de contrôle (sans PB).



**Figure II.20.** Résistance à la flexion des bétons (a) [141] et des mortiers (b) [130] à base de la poudre de brique.

Ortega *et al.* [25] et Li *et al.* [64] ont constaté que la résistance à la compression à long terme des mortiers contenant de 10% à 20% de la poudre de brique, a été plus élevée que celle du mortier témoin. Kirgiz [142] et Toledo *et al.* [143] ont arrivé à la conclusion que la poudre de brique peut améliorer la matrice cimentaire, lorsqu'elle a été employée en quantités limitées. Selon ces auteurs le taux optimum se situe entre 10 et 20%. De même, Ma *et al.* [139] ont rapporté que le taux de la substitution du ciment par la poudre de brique ne devrait pas dépasser les 15%. Au-delà de ce dosage (de 15%), la résistance à la compression des mortiers à base de la poudre de brique était inférieures à celle de mortier de contrôle (*cf.* Figure II.21). Olofinnade *et al.* [144] ont constaté que si le taux de la substitution du ciment par la poudre de brique dépasse 10%, la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de la quantité de PB dans le béton. Tandis que, Heikal *et al.* [145] ont trouvé que plus la teneur en poudre de brique dans le béton augmente, plus la résistance à la compression augmente et les contraintes de cisaillement augmentent aussi. Ainsi que la microstructure de la poudre de brique avec le ciment affiche un arrangement dense de microcristallines (C-S-H) qui améliore la résistance à la compression. Safi *et al.* [146] ont étudié le développement de la résistance mécanique des bétons autoplaçants contenant 10% de déchets de brique. Une augmentation de la densité et des valeurs de la résistance à la compression des bétons ont été observées. Mais il faut tenir compte que la poudre des déchets de brique est caractérisée par une grande demande en eau, ce qui influe négativement sur les propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais. L'incorporation de la poudre de brique nécessite donc un ajustement de la teneur en eau et/ou de l'adjuvantation pour permettre une meilleure fluidité et dispersion de ces particules.

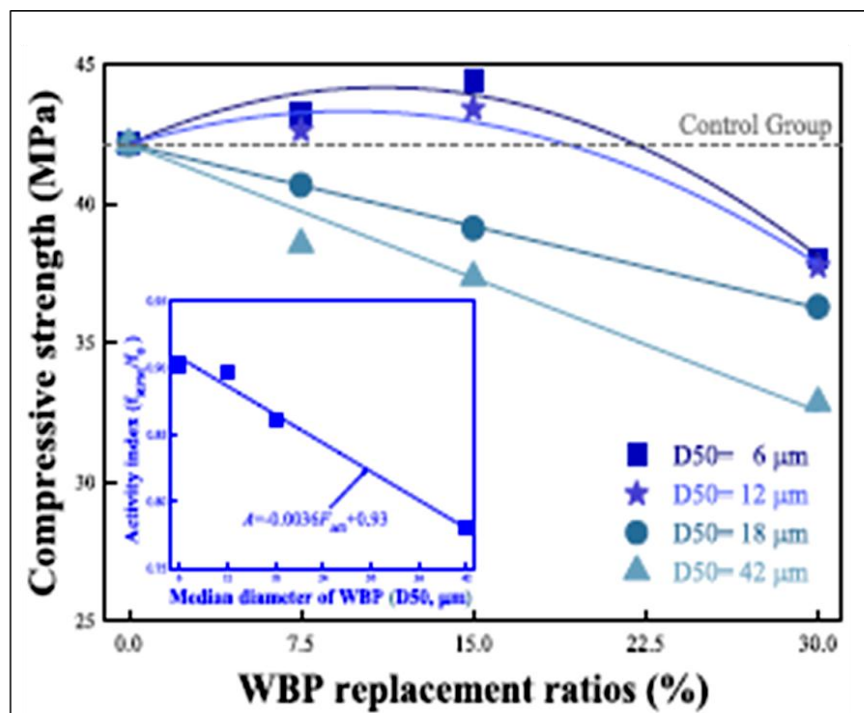


Figure II.21. Résistance à la compression des mortiers à base de la poudre de brique [139].

## II.8. Microstructure des matériaux cimentaires

La microstructure est la morphologie du matériau à l'échelle microscopique. Celle-ci est développée à partir des constituants élémentaires et se traduit généralement par une phase solide (hydrates et matériaux anhydres) traversée par une phase fluide (solution interstitielle et gaz) [66] (cf. Figure II.22). Dans cette définition, on englobe les notions souvent associées à la « structure » proprement dite et à la « texture » [147]. La microstructure se caractérise par :

- ✓ Les proportions des constituants amorphes ou cristallisés,
- ✓ Les faciès, la taille, la distribution granulométrique des « grains » (granulats, anhydres, hydrates) ainsi que la façon dont ils sont agencés les uns par rapport aux autres,
- ✓ L'orientation des constituants dans l'espace,
- ✓ Leur distribution dans la région examinée (homogénéité, hétérogénéité),
- ✓ Le degré de remplissage de l'espace (texture poreuse ou compacte).

Pour reprendre une définition qui a été souvent proposée pour la microfissuration des bétons, l'AFREM [147] a proposé une étude de la microstructure (progressive dans le sens des échelles décroissantes) couvrant les aspects correspondant à une échelle maximale ne dépassant pas celle du plus gros granulats. Cela signifie que la définition adoptée englobe les aspects du béton, allant du centimètre (échelle du gravillon) au nanomètre (échelle du cristal), et que les observations microscopiques sont précédées d'un examen macroscopique à l'œil nu.

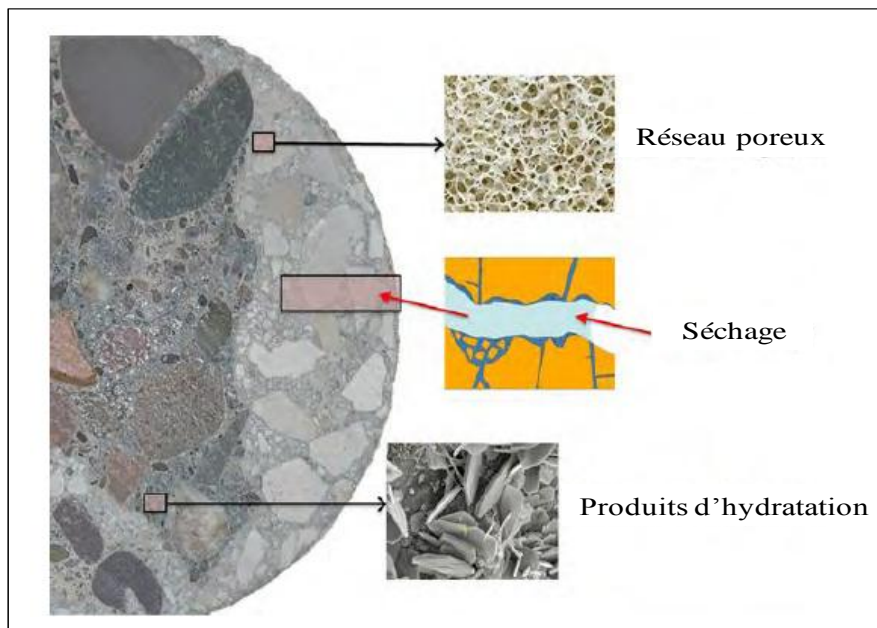


Figure II.22. Schématisation de la microstructure de matériaux [48].

## II.9. Transferts hydriques dans les matériaux cimentaires

La porosité et sa distribution sont des paramètres très importants pour la caractérisation d'un matériau cimentaire. Chaque type de matériau a des formes et des tailles des pores différentes. En effet, l'eau utilisée pour la fabrication du béton (mortier ou pâte), tend à s'évaporer laissant des vides sous forme de canalicules. Ces vides constituent le premier squelette du réseau poreux du matériau [14]. Un matériau cimentaire peut être considéré comme un milieu

poreux, où trois phases distinctes sont en équilibre (cf. Figure II.23): la phase solide ( $V_s$ ) (s'agit d'une matrice minérale poreuse solide), la phase liquide ( $V_l$ ) (s'agit de l'eau capillaire et de l'eau adsorbée dans les pores du matériau) et la phase gazeuse ( $V_g$ ) (s'agit de l'air sec et de vapeur d'eau dans les pores du matériau).

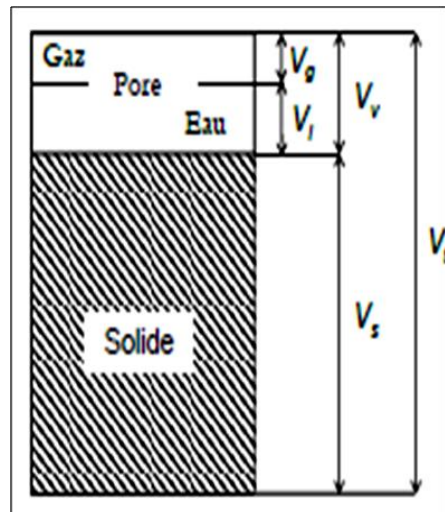


Figure II.23. Schématisation du matériau cimentaire en tant que milieu poreux [68].

### II.9.1. Distribution de la taille des pores

La porosité, définie comme le rapport du volume des pores sur le volume total. La porosité est le paramètre utilisé pour la caractérisation du réseau poreux d'un matériau cimentaire [14].

- ✓ la porosité « **fermée** » où les vides ne sont pas connectés entre eux.
- ✓ la porosité « **ouverte** » où les vides sont connectés entre eux. Cette porosité ouverte (accessible à l'eau) sera, par la suite, l'objet d'une partie de notre étude.

Les pores peuvent être classifiés selon leur taille : **Macropores (pores d'air)** (avec un diamètre  $> 50$  nm), **Méso-pores (pores capillaire)** (avec un diamètre entre 2,6 et 50 nm) et **Micropores** (avec un diamètre  $< 2,6$  nm) [68].

### II.9.2. Connectivité et tortuosité des pores

La connectivité est un critère lié à la topologie et à la constrictivité de la structure poreuse, déterminant le niveau d'interconnexion d'une structure poreuse [48]. Elle représente le plus grand nombre de branches du réseau poreux qui peuvent être connectées. Le réseau poreux doit être connecté pour qu'il y ait un transfert important dans un matériau.

La tortuosité constitue un indicateur significatif pour décrire la microstructure [68]. Elle présente le chemin que suit une espèce pour traverser le réseau poreux.

### II.9.3. L'eau dans un matériau cimentaire

Afin de caractériser les transferts hydriques dans les matériaux cimentaires poreux, il est nécessaire de rappeler les formes sous laquelle l'eau est présente. L'eau évaporable et l'eau non-évaporable (cf. Figure II.24).

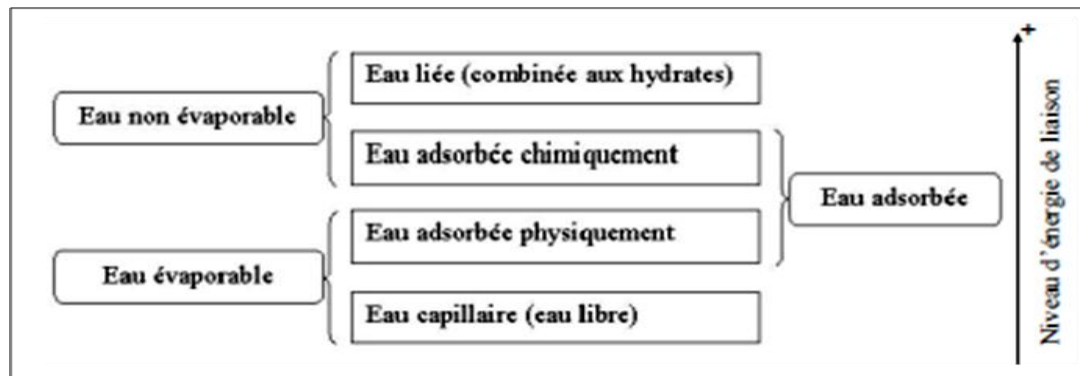


Figure II.24. Différentes formes d'eau dans un matériau cimentaire [149].

- L'eau non évaporable englobe l'eau chimiquement liée, ainsi que l'eau chimiquement adsorbée. C'est l'eau qui est combinée aux hydrates [68], ce qui crée une liaison forte entre les hydrates et les molécules de la vapeur d'eau. Par exemple l'eau de la Portlandite (énergies importantes de l'ordre de 100 à 400  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) [148,149].

- Dans le cas de l'eau évaporable, deux formes d'eau peuvent être distinguées: l'eau capillaire et l'eau adsorbée physiquement. L'eau capillaire, est constituée de la phase condensée qui remplit le volume poreux au-delà de la couche adsorbée et séparée de la phase gazeuse par des ménisques [14,68] (cf. Figure II.25). L'eau adsorbée physiquement, est celle adsorbée sur la surface interne des particules de C-S-H et entre les feuillets des particules sous l'action des forces intermoléculaires de Van Der Waals (adsorption physique pure) et des forces électrostatiques (liaisons hydrogène d'énergie intermédiaire comprises entre celles de physi- et chimi-sorption (environ 20 à 30  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) [68] (cf. Figure II.25).

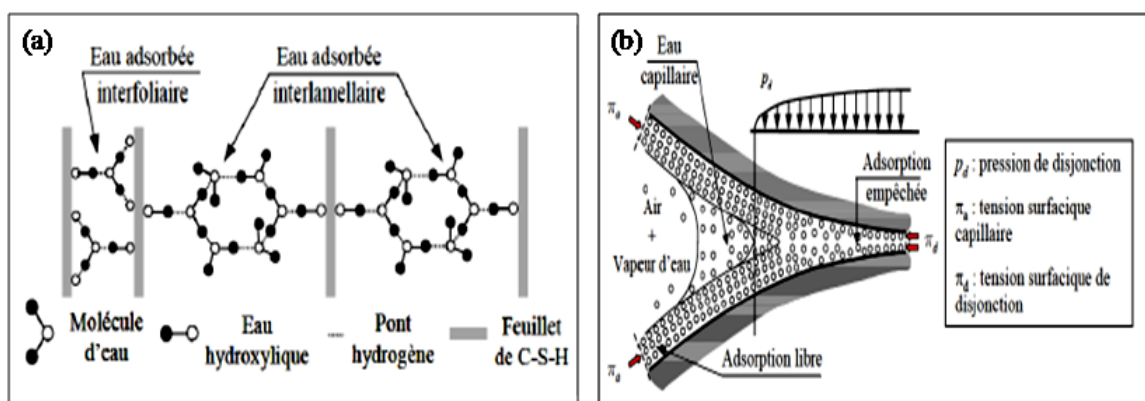


Figure II.25. L'eau dans le gel de C-S-H [150,151] (a) et l'eau dans les zones d'adsorption empêchée et de la transition avec les pores capillaires [14,152] (b).

#### II.9.4. Modes de transferts dans un milieu poreux

Les matériaux poreux peuvent être définis par leur capacité à adsorber, retenir et désorber l'eau (capacité hygroscopique) [14]. Les mécanismes d'adsorption peuvent se produire, soit par adsorption surfacique ou par condensation capillaire, selon l'état hydrique du matériau

poreux. Les transferts hydriques dans les matériaux poreux sont associés aux phénomènes d'adsorption et de désorption de la vapeur d'eau.

- ✓ **Adsorption** : en fonction de la température et des conditions d'humidité relative (pression partielle de vapeur d'eau) dans lesquelles se trouve le matériau, différents types d'adsorption sont distingués. En effet, lorsque l'humidité relative du milieu, et donc la pression de gaz augmente, l'adsorption des molécules d'eau, initialement de type monomoléculaire, devient multimoléculaire puis, aux très hautes HR, les molécules d'eau condensent [68]. Ce processus est illustré sur le schéma de la Figure II. 26.

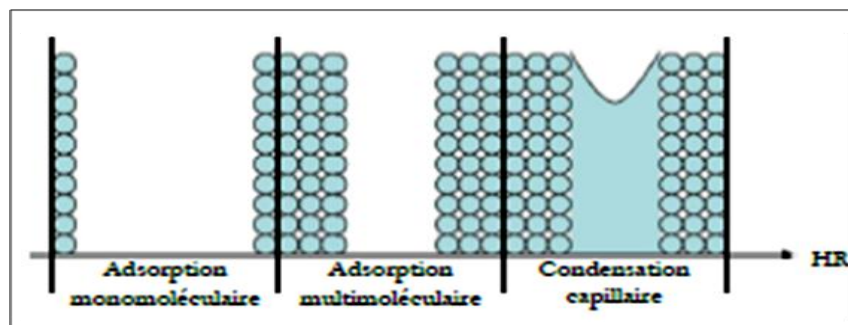


Figure II.26. Modes d'adsorption suivant l'HR de l'air ambiant du matériau [148].

- ✓ **Désorption** : ce processus se produit lorsque le solide est exposé à une HR inférieure à celle de son HR interne. C'est le phénomène inverse de l'adsorption. La désorption correspond au détachement des molécules adsorbées à la surface du matériau (cf. Figure II.27). Dans le cas des matériaux cimentaires, la désorption est assimilable à leur séchage, où elle est liée à la modification de l'état de saturation du matériau qui génère un transfert de masse au sein du réseau poreux sous forme d'eau liquide et/ou de vapeur [68].

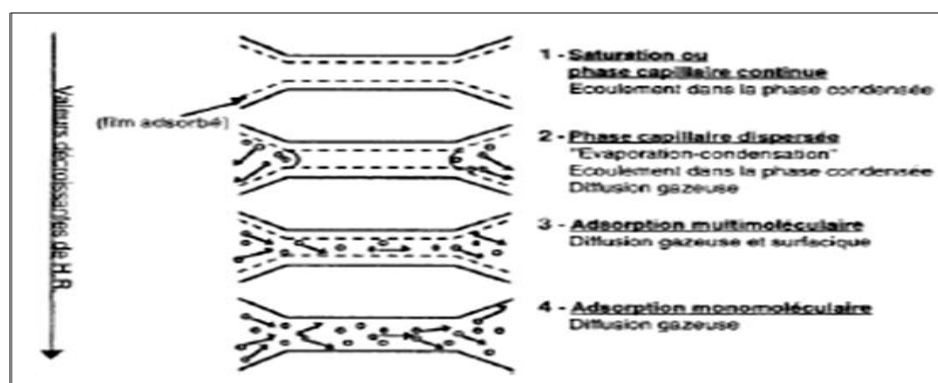
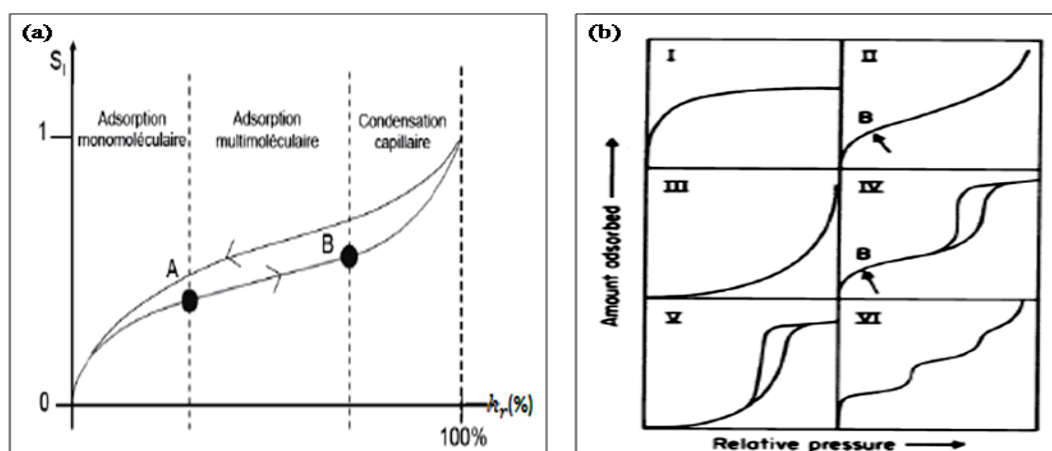


Figure II.27. Schématisation du processus de transport d'eau dans un milieu poreux en fonction de l'HR ambiante [69].

- ✓ **Isotherme de sorption** : Dans cet essai, l'HR est contrôlée, tandis que le degré de saturation ou la teneur en eau sont mesurés [14]. À une température donnée, l'isotherme de sorption représente la quantité d'eau évaporable en fonction de l'humidité relative externe [153,154]. La Figure II.28 (a) montre le schéma général



d'une isotherme de sorption pour un béton ordinaire. Les isothermes d'adsorption sont classifiées en 6 formes distinctes (cf. Figure II.28 (b)).



**Figure II.28.** Isotherme de désorption d'un béton ordinaire [155] (a) et différents types d'isothermes d'adsorption (b) [156].

- ✓ **Pression capillaire :** la pression capillaire est provoquée par la présence d'un ménisque dans les pores du matériau. Les pressions d'eau liquide ( $P_l$ ) et de gaz ( $P_g$ ) sont liées à la pression capillaire ( $P_c$ ) qui est fonction de l'humidité relative (loi de Kelvin- Laplace) [68]. En utilisant les isothermes de sorption, il est possible d'évaluer la pression capillaire ( $P_c$ ) en fonction du degré de saturation en eau liquide ( $S_l$ ) suivant l'Eq. II.4 [68]:

$$S_L = S_L (HR) \text{ où } HR = e^{\frac{MP_C}{\rho RT}} \text{ d'où } S_L = S_L (P_C) \quad (\text{Eq. II.4})$$

Généralement, la pression capillaire est représentée par une courbe monotone décroissante avec la variation en degré de saturation. La pression capillaire décroît d'une valeur maximum pouvant être infinie à une valeur minimum dite pression d'entrée d'air qui, lors d'un drainage, est la pression capillaire au-delà de laquelle la saturation en eau liquide diminue effectivement [14]. Dans le cas des matériaux en béton (peu perméables), la pression capillaire devient trop élevée quand la saturation en eau décroît (cf. Figure. II.29).

Le transfert d'humidité : perméation (écoulement liquide et/ou gazeux) ou diffusion (liquide ou vapeur) se produit, selon l'état hydrique du matériau poreux. En état insaturé, la phase gazeuse et la phase liquide cohabitent, et les deux modes de transfert (écoulement et diffusion) peuvent se superposer. En conditions de saturation, l'écoulement est conditionné par l'existence d'un gradient de pression hydrostatique. Ces deux modes de transfert sont décrits respectivement par les lois de Darcy et de Fick [14]. Les trois principaux mécanismes des transferts de fluides à l'intérieur du béton sont la perméabilité, la diffusion et l'absorption capillaire.

- ✓ **La perméabilité :** transfert sous un gradient de pression.
- ✓ **La diffusion :** transfert sous un gradient de concentration.
- ✓ **L'absorption** transfert sous une différence de tension de surface dans les capillaires.

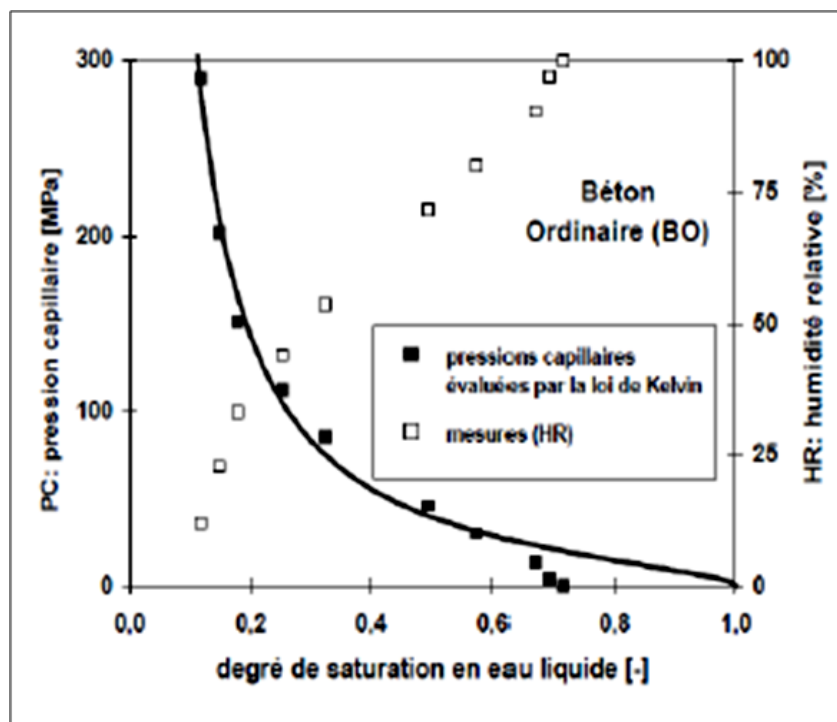


Figure II.29. Courbe de pression capillaire déduite de l'isotherme de sorption [157].

## II.10. Influence des additions minérales sur les indicateurs de durabilité

### II.10.1. Durabilité

La norme NF X 50-501 [158] définit la durabilité comme : «*l'aptitude d'une entité à accomplir une fonction dans des conditions données d'utilisation et de maintenance, jusqu'à ce qu'un état-limite soit atteint*». Selon la norme EN 206-1, la durabilité est : «*la durée de vie d'un béton est la période durant laquelle son comportement dans la structure demeurera à un niveau compatible avec les exigences de performance de la structure si celle-ci est correctement entretenue*».

La durabilité d'un ouvrage se caractérise par sa capacité à conserver, dans les conditions prévues, les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu et à maintenir son niveau de fiabilité et son aspect, dans son environnement, avec des frais de maintenance et d'entretien aussi réduits que possible [159]. La durabilité des structures en béton est l'un des facteurs les plus importants dans les domaines du génie civil et du génie industriel. Elle est influencée non seulement par les chargements mécaniques mais aussi par l'environnement et la composition des matériaux cimentaire [160]. La plupart des processus de détérioration touchant les structures en béton, impliquent les transferts de matière (en particulier d'agents agressifs) à l'intérieur d'un matériau poreux comme le béton [14].

L'utilisation des additions minérales dans un matériau cimentaire permet d'améliorer dans certaines situations les propriétés de ce matériau. Ces additions ont également un intérêt sur le plan économique et écologique. En effet, non seulement le coût des matières premières utilisées dans la fabrication d'un béton diminue en recyclant des sous-produits industriels, mais de plus, écologiquement, on diminue aussi les émissions de CO<sub>2</sub> et la consommation de

ressources non renouvelables [48]. La norme *EN 206* définit les additions comme des « matériaux minéraux finement divisés utilisés dans le béton afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières ». La norme a pris acte de cette évolution. Cependant, dans l'approche prescriptive, les taux d'additions restent limités. C'est pourquoi l'approche performantielle est une opportunité dans le développement de bétons à fortes teneurs en additions.

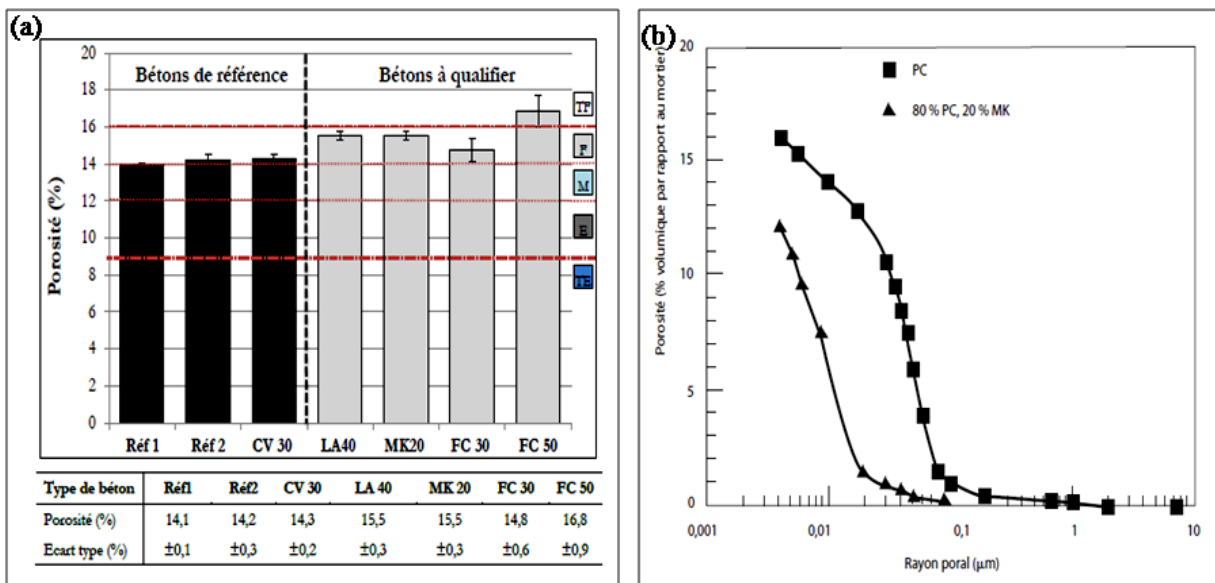
Dans la partie suivante, nous proposons de vérifier si tous les indicateurs de durabilité généraux sont concernés, et si oui, dans quelle proportion. On analysera aussi si cette amélioration de certaines de ses propriétés reste valable dans le cas des trois additions minérales testés dans notre étude (le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique) et à quel pourcentage (dosage) pour la substitution du ciment.

### **II.10.2. Porosité accessible à l'eau**

D'une manière générale, introduire dans un béton des additions minérales modifie sa microstructure, et par conséquent, sa porosité globale (volume de vide dans le matériau) et/ou sa distribution porométrique. La porosité d'un matériau cimentaire est considérée comme une mesure de base qui peut être utilisée pour caractériser la microstructure et évaluer la durabilité du matériau. Une analyse est donnée ci-dessous pour chaque addition minérale, ces modifications dans la porosité du matériau.

#### **✓ Matériaux à base du métakaolin (MK)**

Allahyari [48] a constaté que la substitution partielle du ciment par 20% du métakaolin, ne modifie pas fondamentalement la porosité ouverte des bétons (*cf.* Figure II.30(a)). Des résultats similaires ont été obtenus par Poon *et al.* [161]. C'est-à-dire une porosité plus faible pour des pâtes de ciment contenant du métakaolin. Ambroise *et al.* [162] ont montré qu'une pâte contenant 20% du métakaolin a la même porosité qu'une pâte de ciment Portland. Cela s'explique par le fait que le métakaolin est une addition pouzzolanique qui contribue à la production d'une quantité supplémentaire des C-S-H, et qui segmentent les pores capillaires en réduisant leurs dimensions [163]. L'incorporation du métakaolin modifie la distribution des pores dans la matrice cimentaire. Les pores de grandes dimensions sont remplacés par des pores plus petits (*cf.* Figure II.30 (b)).



**Figure II.30.** Porosité accessible à l'eau des différents bétons (a) [48] et distribution de la taille des pores du mortier (b) à base du MK [164].

Cependant, d'autres chercheurs ont observé un comportement inverse [165,166]. Cassagnabere [167] a observé un écart relatif de la porosité accessible à l'eau à 28 jours, par rapport au mortier témoin : de 8 à 13% avec un taux de substitution du ciment (CEM I) de 12,5% par le métakaolin. La porosité augmente avec le pourcentage du métakaolin (supérieures à 25%). Cette augmentation de porosité était due au taux élevé du métakaolin incorporé dans les matériaux. Le métakaolin n'a pas réagi pas totalement et n'a pu avoir qu'un effet de remplissage à cet âge de 28 jours. Alors, les pores ont tendance à s'agglomérer, participant alors à l'accroissement de la porosité totale [168].

#### ✓ Matériaux à base de sédiments calcinés (Vase calcinée (VC))

En effet, les sédiments calcinés ont également été utilisés comme un ajout minéral pour réduire l'utilisation de ciment tout en augmentant la résistance mécanique et la durabilité du béton. Selon Benzerzour *et al.* [118], la porosité des mortiers avec 10% de la VC était presque identique à celle du mortier de référence. L'augmentation de la proportion de sédiments calcinés dans la formulation des mortiers a entraîné une augmentation de la porosité. En effet, la porosité du mortier avec 20 et 30% a augmenté de 11 et 18%, respectivement par rapport au mortier de référence. L'augmentation de la porosité peut être causée par une perte de la compacité, induite par une augmentation du nombre des vides dans la matrice des mortiers. Cela signifie que le nombre des pores dans le mortier à base de sédiments est plus grand que celui du mortier témoin. Les mêmes résultats ont été signalés par Dang *et al.* [169] qui indiquent que la densité et la porosité accessible à l'eau du mortier ont été affectées par l'ajout. Lorsque la teneur en sédiments augmente, la porosité du matériau augmente aussi conduisant à une diminution de sa densité. Dans les travaux de Safer [14], la porosité accessible à l'eau a été étudiée pour des différents bétons à base de la vase calcinée (*cf.* Figure II.31). L'auteur [14] a constaté que les bétons contenant de la vase ont une porosité moindre par rapport au béton de référence. La quantité de vase calcinée remplit les pores, et conduit

par conséquent, à une diminution de la porosité ouverte du matériau. Figure II.31 montre que la porosité accessible à l'eau des bétons avec 20 et 30% de la VC est plus faible que celle du béton avec 10% de la VC.

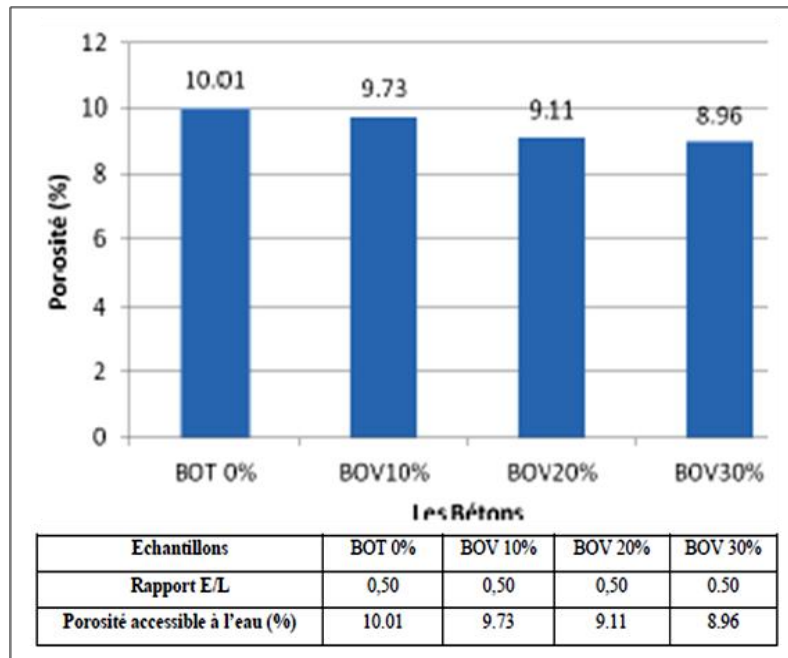


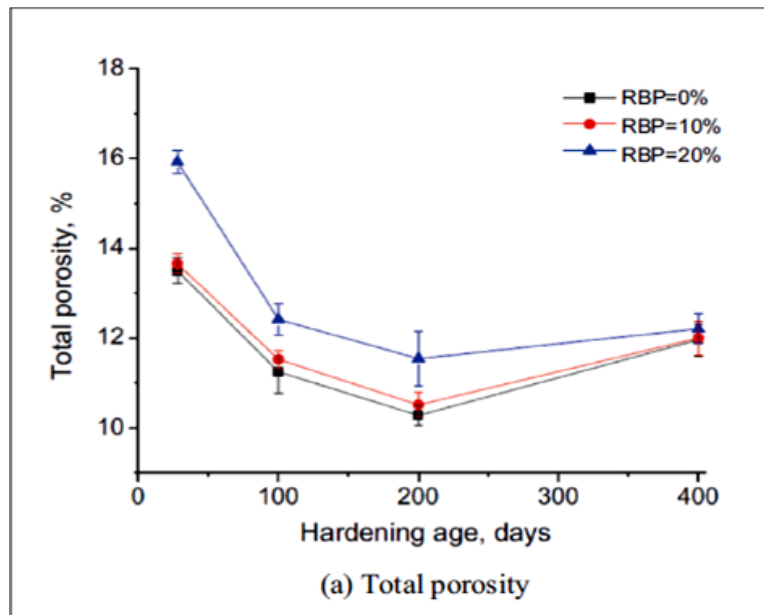
Figure II.31. Porosité accessible à l'eau des différents bétons à base de la vase calcinée [14].

### ✓ Matériaux à base de la poudre de brique (PB)

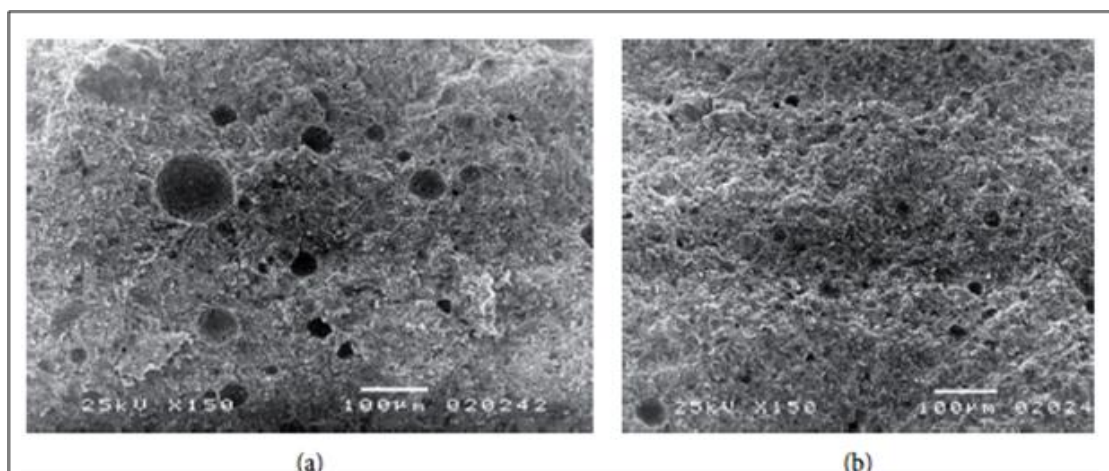
L'effet pouzzolanique et l'effet de remplissage et de dilution de la poudre de brique peuvent modifier la structure des pores des matériaux cimentaires, affectant ainsi les propriétés de la durabilité. Ortega *et al.* [25] ont étudié l'influence de différentes teneurs en poudre de brique (10 et 20%) sur la porosité totale des mortiers (*cf.* Figure II.32). Les résultats ont indiqué que la porosité totale du mortier contenant 10% de PB était similaire à celle du mortier témoin. Tandis que la porosité du mortier contenant 20% de PB était la plus élevée. Les auteurs ont apporté que la porosité totale des trois types de mortier était presque la même à long terme (400 jours). L'effet négatif de l'ajout de la poudre de brique sur la porosité des matériaux cimentaires peut être réduit en augmentant le temps de durcissement. Zhao *et al.* [61] ont également arrivé à une conclusion similaire. La poudre de brique (10%) a raffiné la structure des pores du mortier, à mesure que les hydrates se forment, la porosité du matériau diminue.

Aliabdo *et al.* [170] ont étudié la structure des pores des échantillons de pâte avec de la poudre de brique. Ils ont découverts que la réactivité pouzzolanique de la brique améliore la densité de la matrice des pâtes. La pâte contenant 25% de la poudre de brique a une microstructure des pores la plus fine (*cf.* Figure II.33). Ces observations, peuvent être liées à l'action combinée de la phase de renforcement supplémentaire formée par les produits de la réaction pouzzolanique de la poudre de brique et de l'effet de remplissage de cet ajout minérale. En outre, le remplacement d'une partie du ciment par la poudre de brique augmente la porosité totale des matériaux cimentaires, qui est principalement en raison de l'effet de

dilution de la PB, résultant une réduction de la quantité totale des produits d'hydratation [171].



**Figure II.32.** Porosité totale des différents mortiers à base de la poudre de brique [25].



**Figure II.33.** Microstructure des échantillons de pâte : (a) Structure des pores de pâte avec 15% de la PB et (b) structure pores de pâte avec 25% de la PB [170].

### II.10.3. Absorption d'eau par capillarité

Les effets de l'introduction d'additions minérales sur l'absorption d'eau par capillarité ont été largement étudiés expérimentalement. Cet indicateur de durabilité complémentaire est en effet utilisé fréquemment, car il s'agit d'un essai simple qui renseigne sur la structure poreuse et, plus précisément, sur la taille des pores. Analysons maintenant l'effet de ces ajouts (MK, VC et PB) sur l'absorption d'eau.

### ✓ Matériaux à base du métakaolin (MK)

Certains auteurs [90,172], soulignent l'effet positif de 20% du métakaolin dans la matrice cimentaire, puisqu'ils enregistrent un coefficient d'absorption d'eau plus faible en présence du métakaolin par rapport au mélange témoin. Les auteurs rapportent que la nature propre du métakaolin joue un rôle important sur les caractéristiques des chemins de percolation du matériau, car ce type d'addition est un composé pouzzolanique ayant une très bonne réactivité. San Nicolas *et al.* [114] ont noté qu'un remplacement de 25% de ciment par le métakaolin conduit à une absorption d'eau par capillarité de même ordre de grandeur pour des bétons de rapport E/L de 0,60. Cet effet serait dû à la formation du gel de C-S-H. En effet, la présence des additions pouzzolaniques dans la pâte a augmenté la proportion de gel de silice formé à cause de la réaction pouzzolanique, en s'accompagnant de la diminution de la quantité initiale de Portlandite. Par contre, l'étude d'Allahyari [48], a montré que les bétons incorporant du métakaolin facilite l'absorption capillaire en modifiant la taille des pores et leur connectivité. L'auteur a observé aussi que les coefficients d'absorption (après 24h) du béton avec 20% du MK sont nettement supérieurs à celui du béton de référence et même à ceux des autres formulations à base d'autres ajouts comme les fillers calcaires (*cf.* Figure II.34). Les évolutions du coefficient d'absorption d'eau et de la sorptivité sont influencées par les caractéristiques intrinsèques des additions minérales au travers de leurs activités et de leurs structures (nature et morphologie).

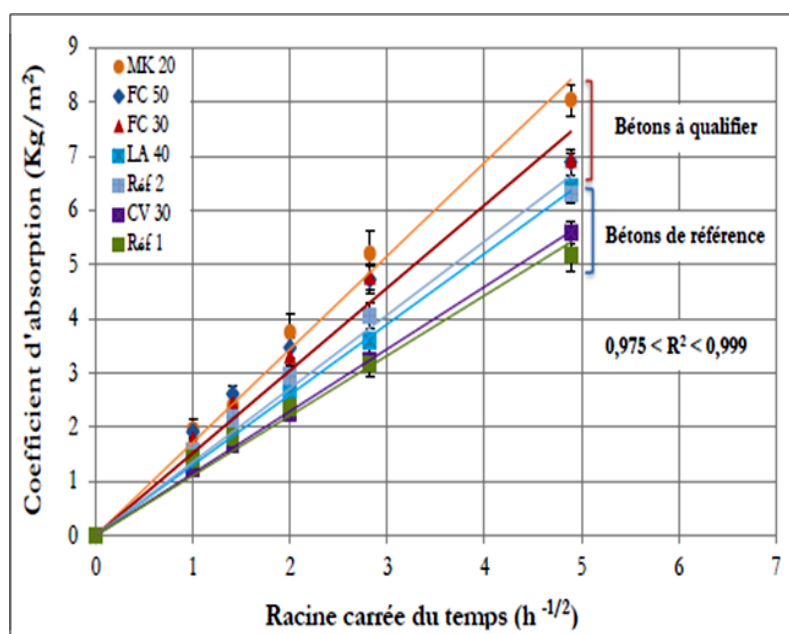


Figure II.34. Evolution du coefficient d'absorption d'eau des bétons testés en fonction de la racine carrée du temps [48].

### ✓ Matériaux à base de sédiments calcinés (Vase calcinée (VC))

A base des résultats de Safer [14], la comparaison entre les différentes formulations du béton montre des faibles coefficients de sorptivité pour des bétons à base de la vase calcinée par

rapport à celles du béton de référence. Le coefficient de sorptivité a diminué de manière significative avec l'augmentation en dosage de la vase calcinée. Le béton sans addition présente une absorption capillaire plus élevée que celle des bétons avec de sédiments. Ceci est en accord avec les observations d'autres chercheurs [121] qui, à propos de la porosité des mortiers à base de sédiments calcinés, montrent un raffinement de la taille des pores au fil du temps pour toutes les compositions du mortier étudiées (0, 15, 20 et 30% de sédiments) (cf. Figure II.35). À mesure que la cinétique d'hydratation avance, la taille des pores diminue. Ce phénomène s'explique par le remplissage partiel des pores par les produits d'hydratation, réduisant le volume de vide et augmentant la compacité et la densité globale du matériau.

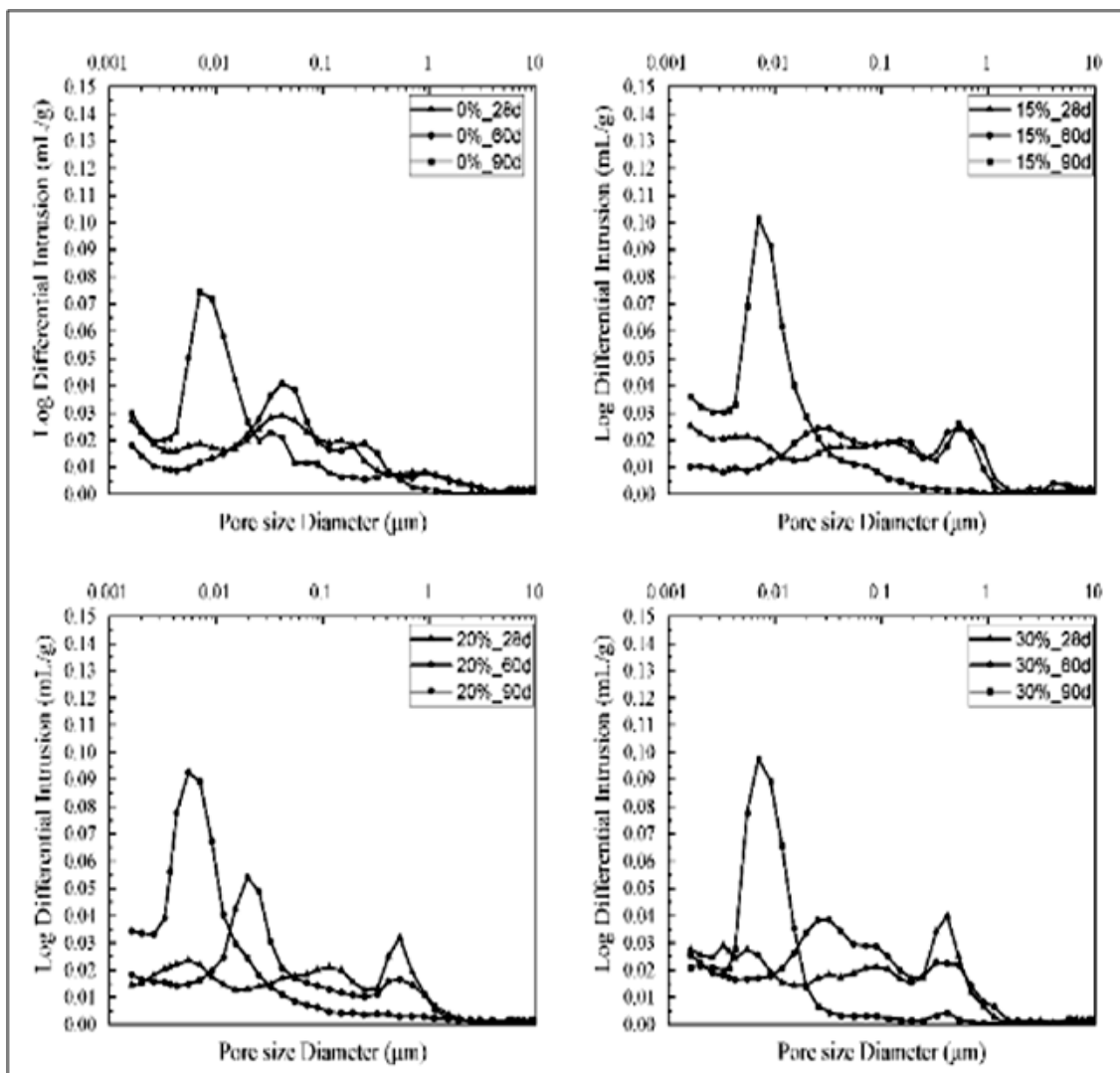


Figure II.35. Evolution de la distribution de la taille des pores des mortiers à base de la VC [121].

#### ✓ Matériaux à base de la poudre de brique (PB)

La caractérisation de l'absorption capillaire reflète le volume et la connectivité des pores dans les matériaux cimentaires. Selon les résultats d'Ortega *et al.* [25], le coefficient d'absorption capillaire du béton contenant 20% de la PB était inférieur de 19,2% à celui du béton de



référence lorsque le diamètre médian de la poudre était de  $8,5 \mu\text{m}$ . Ma *et al.* [139] ont signalé que l'ajout de la poudre de brique pourrait réduire l'absorption d'eau du mortier, et que la réduction de l'absorption d'eau est significative avec l'augmentation de la finesse de la poudre de brique. Schackow *et al.* [29] ont étudié l'absorption capillaire des mortiers à base de la poudre de brique à l'âge de 90 jours. Ils ont constatés que les coefficients d'absorption d'eau des mortiers avec la PB étaient inférieurs à celui du mortier témoin et variaient presque linéairement avec le taux de l'ajout (*cf.* Figure II.36). Le coefficient d'absorption d'eau après 10 min n'a pas changé de manière significative, mais après 90 min, le coefficient d'absorption a diminué de manière significative avec l'augmentation de la substitution du ciment par la poudre de brique. Cela est dû à l'effet de remplissage et l'effet pouzzolanique de la brique, qui attribue à la densification de la structure poreuse par les produits de la réaction pouzzolanique, et par conséquent la sorptivité des mortiers a diminué. Il convient de noter que lorsque le taux de la poudre de brique était de 40%, le coefficient d'absorption d'eau du mortier a légèrement augmenté.

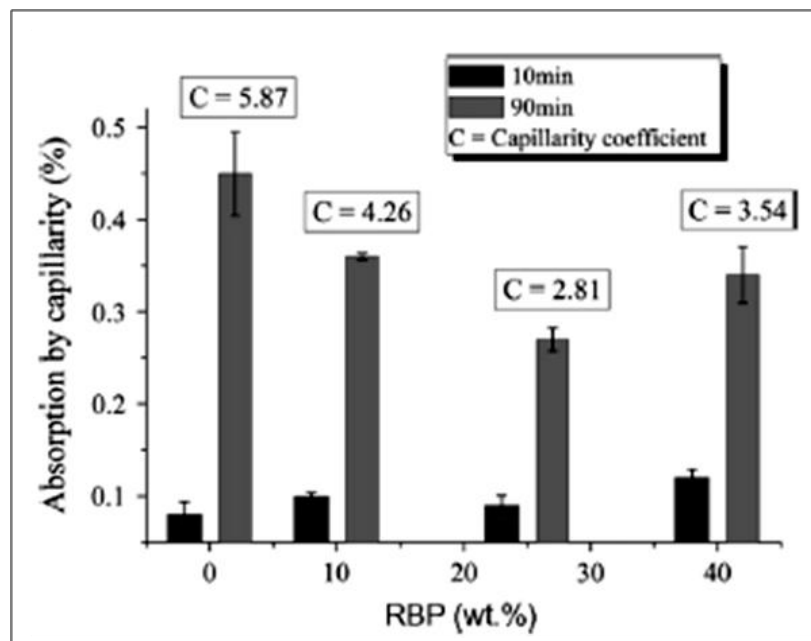


Figure II.36. Coefficient d'absorption capillaire des mortiers à base de la poudre de brique [29].

#### II.10.4. Perméabilité

La perméabilité est un indicateur de durabilité incontournable qui quantifie le transfert de fluide sous un gradient de pression. Contrairement à la diffusivité, la perméabilité est un transport pilote par les chemins de percolation (la connectivité et la tortuosité du réseau poreux) mais aussi par la porosité totale du matériau [48].

Analysons maintenant, les résultats de perméabilité avec l'introduction de diverses additions (MK, VC et PB).

### ✓ Matériaux à base du métakaolin (MK)

Badogiannis *et al.* [173] ont testé la perméabilité au gaz des bétons incorporant du métakaolin en proportions différentes (*cf.* Figure II.37). Il apparaît que la perméabilité la plus basse est obtenue pour le béton avec 10% du MK. Le métakaolin a deux effets antagonistes sur la microstructure, qui se compensent, plus ou moins, selon le taux de la substitution du ciment avec cet ajout. Le colmatage des pores (et les chemins de percolation) par les produits pouzzolaniques, formés en présence du métakaolin, diminue la perméabilité au gaz. Au-delà d'un dosage de 10% en MK, il semblerait que la perméabilité au gaz augmente. De même, Allahyari [48] a observé une légère augmentation de la perméabilité à l'oxygène dans le cas des bétons à base de 20% du MK par rapport au béton témoin. Ceci indique que ces bétons présentent une structure poreuse plus complexe en termes de connectivité et de tortuosité. Güneyisi *et al.* [174] ont montré que la substitution de 5 à 15% du ciment par le métakaolin conduisait à une réduction de la perméabilité apparente par rapport au béton témoin (de 2 à  $1,10^{-16} \text{ m}^2$ ). Les auteurs indiquent ici que les matériaux résultants présentent un comportement meilleur que celui du béton de référence. Les résultats de Shekarchi *et al.* [175] montrent que la substitution du ciment par le métakaolin avec des taux optimaux améliore les propriétés de transport et les performances de durabilité. Avec un dosage de 15% en MK, des diminutions de la perméabilité au gaz du béton sont enregistrées allant jusqu'à 37%. Gesoglu *et al.* [176] ont rapporté les mêmes résultats sur l'effet bénéfique des mélanges à base du kaolin calciné. Il est probable que le taux d'incorporation ou/et la nature intrinsèque du métakaolin influent défavorablement sur le système poreux de la matrice cimentaire.

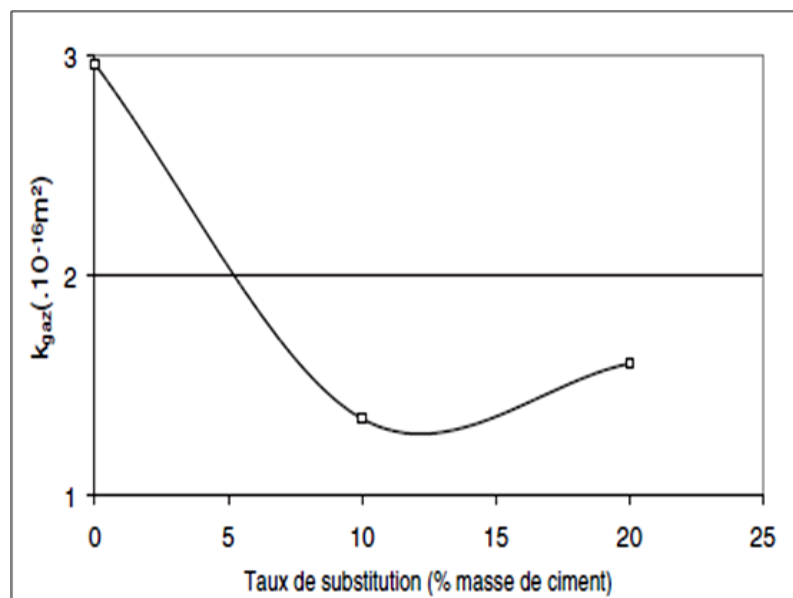


Figure II.37. Evolution de la perméabilité au gaz des bétons incorporant du métakaolin [173].

### ✓ Matériaux à base de sédiments calcinés (Vase calcinée (VC))

Dans le but de la valorisation des sédiments dans les matériaux cimentaires, Dang [169], dans ses travaux de thèse, a testé des mortiers à base de sédiments calcinés, par rapport au comportement mécanique et sur les aspects de durabilité. Les résultats obtenus ont montrés

qu'il n'y a pas d'impact direct avec la perméabilité du mortier qui, dépendant aussi de la tortuosité et de la connectivité des pores, ne présente pas de relation directe avec la teneur en sédiments. Par ailleurs, l'influence de la porosité du matériau est moins significative sur sa perméabilité à l'eau liquide que sur sa perméabilité au gaz [177]. Safer [14] a constaté l'effet positif des sédiments de dragages sur la structure poreuse du béton, et par conséquent, sur ces propriétés de transfert (cf. Figure II.38). La perméabilité à l'eau diminue d'autant plus que le béton est riche en sédiments (VC). Cette baisse de la perméabilité, peut être expliquée par la densification de la matrice cimentaire par les produits de la réaction pouzzolanique et l'effet filler de la vase qui contribuent à l'amélioration et le renforcement de la microstructure du béton tout en rendent le réseau capillaire plus dense et plus complexe [178].

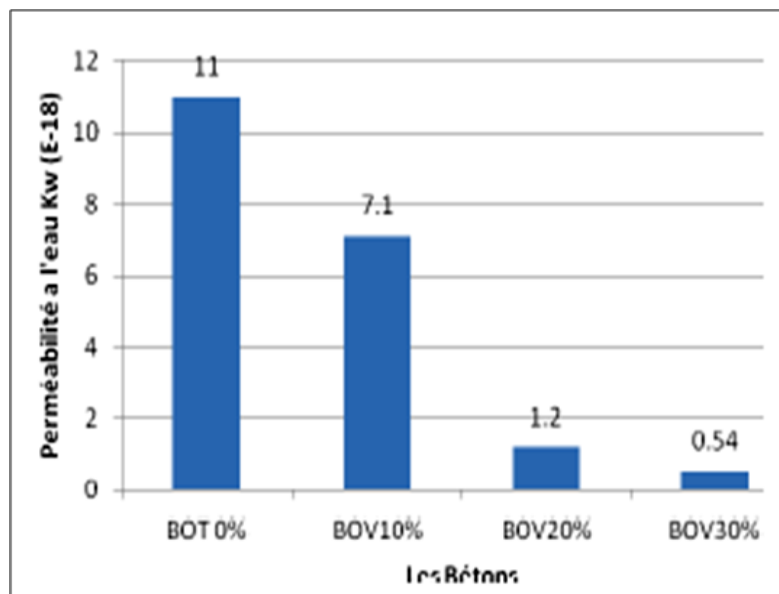
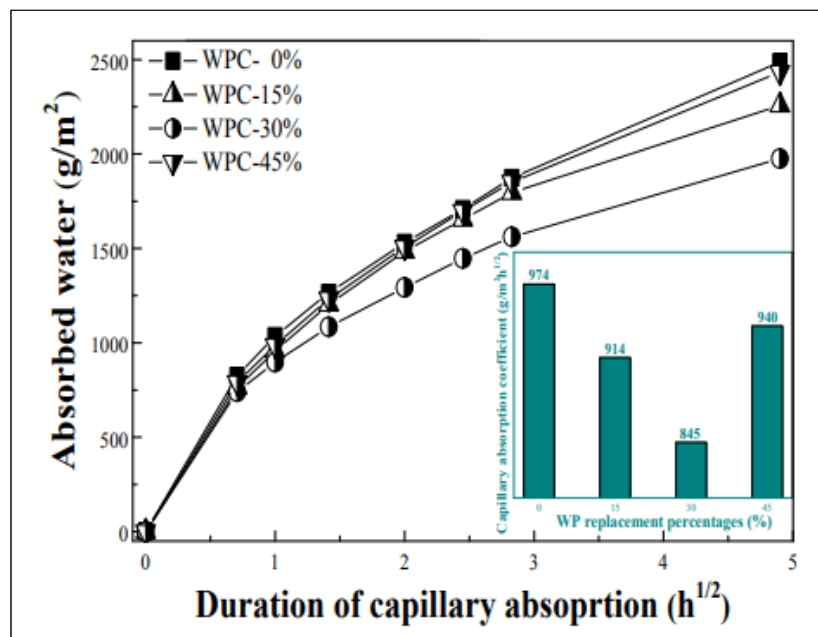


Figure II.38. Evolution de la perméabilité à l'eau des bétons à base de sédiments calcinés [14].

#### ✓ Matériaux à base de la poudre de brique (PB)

Des améliorations de la perméabilité en augmentant la teneur en brique (PB), ont également été observées par plusieurs chercheurs. Ma *et al.* [26] ont étudié l'absorption d'eau par capillarité des bétons à base de déchets de brique. Ils ont constatés que l'incorporation de la poudre de brique a réduit la perméabilité, et que le béton avec 30% de la PB a possédé finalement le plus faible coefficient de la perméabilité (cf. Figure II.39). Cependant, pour un taux de 45%, et en raison de la quantité élevée de la PB, entraîne une réduction significative des produits d'hydratation dans le béton, et par conséquent, la perméabilité à l'eau du béton a augmentée. Des observations similaires ont été faites par Ortega *et al.* [25] et Li *et al.* [64]. Par ailleurs, Gonçalves *et al.* [171] ont constaté que les mortiers contenant 10% et 20% de la poudre de brique avaient une perméabilité plus faible que celle du mortier de contrôle (sans PB). Les auteurs estiment que cette performance positive peut être due à l'activité pouzzolanique de la brique et à son effet de remplissage, qui forme un réseau poreux très raffiné.



**Figure II.39.** Evolution de la perméabilité à l'eau par absorption capillaire des bétons à base de la poudre de brique [26].

## II.11. Processus de carbonatation

La carbonatation est un phénomène naturel dû à la dissolution du dioxyde de carbone naturellement présent dans l'air (d'environ 0,035 % en volume [68]) dans la solution interstitielle du matériau cimentaire (milieu poreux plus ou moins saturé en eau). C'est une réaction de neutralisation des bases présentes dans le ciment hydraté par le dioxyde de carbone. La carbonatation peut être décrite comme la diffusion de dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) sous forme gazeuse dans le béton, où se dissout dans la solution interstitielle et réagit avec les hydrates de base de la pâte de ciment, notamment la Portlandite et les C-S-H [36]. Les carbonates de calcium  $\text{CaCO}_3$  sont le résultat de cette réaction chimique. Il existe trois formes cristallines différentes des  $\text{CaCO}_3$  : la calcite, l'aragonite et la vaterite. La dissolution du  $\text{CO}_2$  provoque une chute du pH de la solution interstitielle, à une valeur moins de 9 [36], ce qui favorise la corrosion des aciers (cas du béton armé).

### II.11.1. Diffusion et la dissolution du $\text{CO}_2$ dans la solution interstitielle

Le dioxyde de carbone pénètre dans l'espace poreux du matériau sous l'effet d'un gradient de concentration, pour finalement se trouver en contact avec l'eau interstitielle [179]. La dissolution du  $\text{CO}_2$  dans la solution interstitielle est une étape fondamentale dans le processus chimique de carbonatation. Selon le pH de la solution interstitielle, le  $\text{CO}_2$  en solution peut prendre différentes formes [179] (cf. Figure II.40). Dans les pores, au contact de l'eau, le gaz carbonique se dissout pour former l'acide carbonique ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ) qui lui-même réagit pour former l'ion hydrogénocarbonate (couramment appelé ion bicarbonate) ( $\text{HCO}_3^-$ ) et l'ion carbonate ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) [36].

- ✓  $\text{pH} < 4$  : il se forme de l'acide carbonique selon l'Eq. II.5.



✓  $6 < \text{pH} < 10,5$  : il se forme de l'ion bicarbonate selon l'Eq. II.6.



✓  $\text{pH} > 10,5$  : il se forme de l'ion carbonate selon l'Eq. II.7.



Cette dernière configuration ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) prédomine dans les solutions interstitielles des matériaux cimentaires fortement basiques tout au moins avant tout processus d'attaque chimique. Au cours de la carbonatation, le pH de la solution porale évolue d'une valeur fortement basique (environ 13,5) à une valeur proche de 9. On peut considérer, compte tenu du pH élevé de la solution porale, que l'espèce  $\text{CO}_3^{2-}$  est l'espèce carbonatée dissoute majoritaire présente dans la pâte de ciment carbonatée [68].

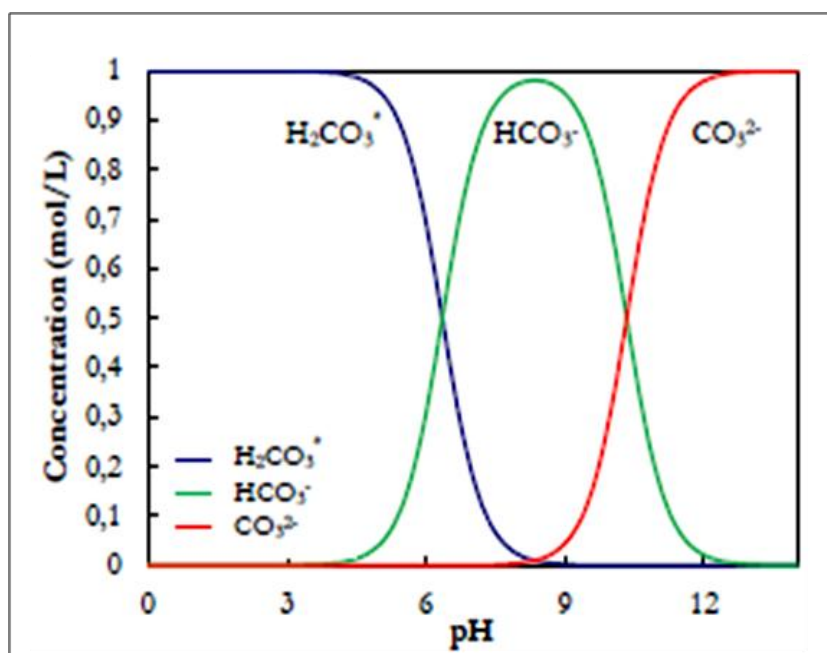
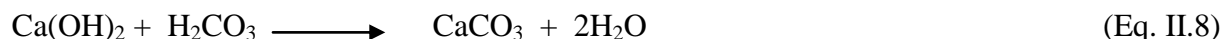


Figure II.40. Spéciation du système des carbonates en fonction du pH [68].

### II.11.2. Carbonatation de la Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ )

La Portlandite opère un effet tampon si la valeur de pH est maintenue autour de 13, alors que cet hydrate n'a que peu d'importance du point de vue de la résistance mécanique. Cette caractéristique chimique lui confère un rôle fondamental dans le maintien de la durabilité des bétons. Le passage en solution du  $\text{CO}_2$  entraîne une baisse de la concentration en ions  $\text{OH}^-$  dans la solution interstitielle des pores, ce qui réduit le pH pour rétablir la basicité du milieu [36]. Il s'en suit une réaction acide-base avec la Portlandite (composé basique) menant à des modifications minéralogiques et microstructurales. La Portlandite dissout et des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) précipitent. Ces réactions chimiques sont à l'origine de la modification des propriétés de la zone carbonatée pouvant impacter directement la durabilité de la structure vis-

à-vis de son environnement [68]. La Portlandite joue un rôle déterminant vis-à-vis des réactions de carbonatation par l'intermédiaire des ions hydroxydes qui se forment en solution suite à sa dissolution. Le processus réactionnel de la carbonatation de la Portlandite peut être décrit de manière simplifiée par l'Eq. II.8 [36].



Le mécanisme de carbonatation de la Portlandite est illustré par le schéma de la Figure II.41.

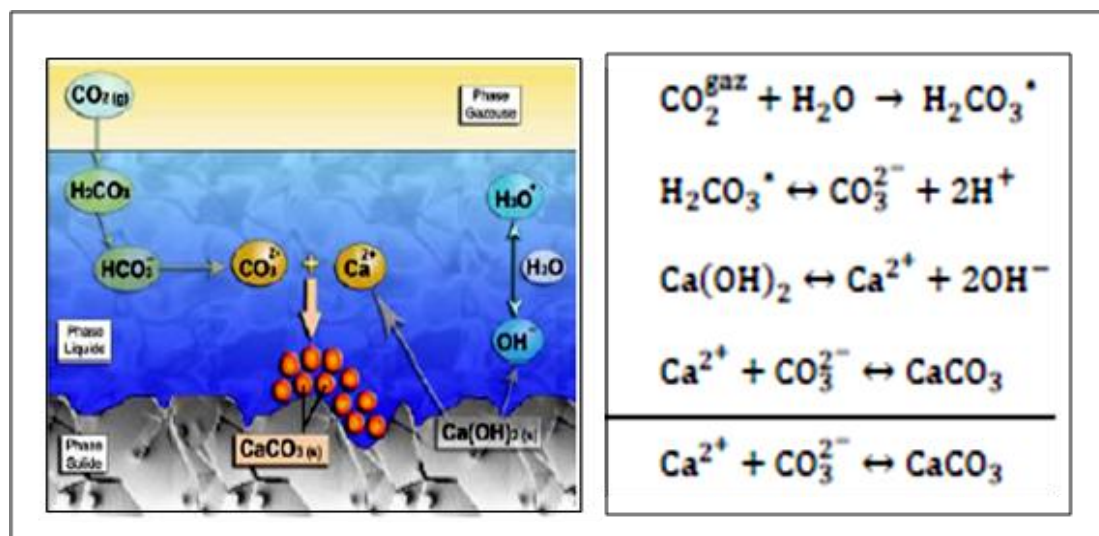


Figure II.41. Illustration du mécanisme de carbonatation de la Portlandite [68,180].

### II.11.3. Carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H)

Les C-S-H, qui représentent la phase hydratée la plus importante dans la pâte de ciment, confèrent au béton l'essentiel de sa résistance mécanique. En revanche, leur pouvoir tampon sur le pH de la solution est plus faible que celui de la Portlandite ( $\text{Ca(OH)}_2$ ). Cependant, ils constituent un réservoir de calcium et de silicates important et représentent la phase hydratée majoritaire de la pâte de ciment. Néanmoins, la carbonatation des C-S-H induit des modifications importantes de la microstructure, en donnant naissance à des carbonates de calcium, et d'un gel de silice amorphe [181], tout en libérant éventuellement de l'eau [182]. Les silicates de calcium hydratés se carbonatent selon la réaction suivante (Eq. II.9) [36]:

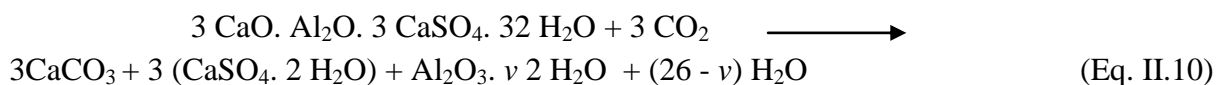


Avec: C = CaO, S =  $\text{SiO}_2$  et H =  $\text{H}_2\text{O}$

### II.11.4. Carbonatation des autres hydrates des bétons

De par leur faible présence dans les bétons, la carbonatation de ces hydrates est souvent négligée. Selon Saunan *et al.* [183], les aluminates de calcium hydratés (C-A-S-H) se carbonatent en produisant des carbonates de calcium, des hydroxydes d'aluminium et de l'eau. La carbonatation du monosulfoaluminate de calcium (AFm) et du trisulfoaluminate de

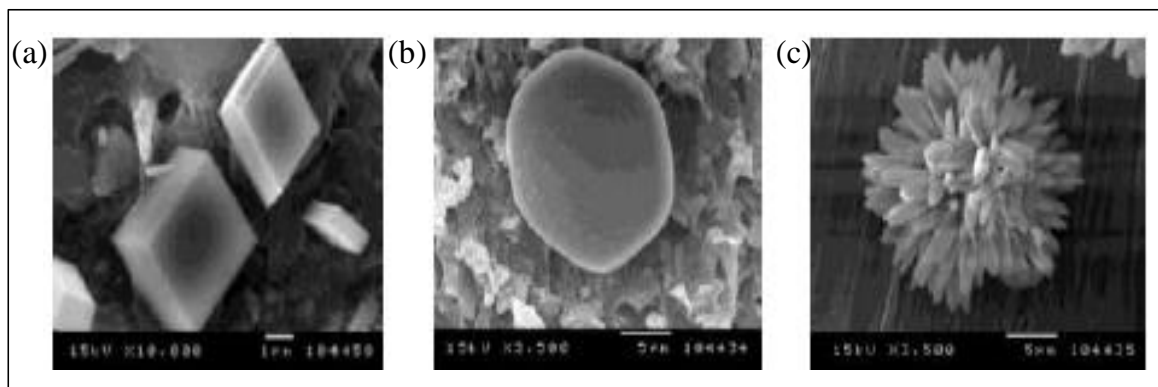
calcium (Aft) produit respectivement, du gypse, de la calcite et un gel d'alumine [36,180] suivant la réaction (Eq. II.10) [36]:



Les constituants anhydres, principalement les silicates  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$ , ne se carbonatent que s'il y'a suffisamment de l'eau libre dans les pores. Généralement, la carbonatation des silicates se fait en concomitance avec leur hydratation. Cette phase de couplage de l'hydratation avec la carbonatation constitue l'unique possibilité de carbonatation des silicates [72,180].

### II.11.5. Polymorphisme des carbonates de calcium

Les carbonates de calcium naturels se forment en général dans un milieu où le pH est de l'ordre de 9 et où ils sont en quasi équilibre avec la solution. La nature des différents polymorphes de carbonate de calcium dépend de nombreux facteurs tels que la température et le pH, la nature des réactifs, la concentration en calcium, la teneur en  $\text{CO}_2$  et l'humidité relative à laquelle les hydrates se carbonatent [184]. Les carbonates de calcium existent sous trois formes allotropiques distinctes: la calcite, l'aragonite et la vatérite sont de même formule chimique  $\text{CaCO}_3$ , mais se distinguent sur le plan cristallographique. La calcite, phase cristalline de carbonate de calcium la plus stable thermodynamiquement en conditions standards de température et de pression [185]. La vatérite, se développant dans un réseau hexagonal, elle se forme préférentiellement à une humidité relative faible (65%) lorsqu'un très fin film d'eau recouvre la surface des hydrates [68]. L'aragonite, cristallisant dans un réseau orthorhombique, n'est observée que très rarement. Cette isomorphe pourrait être un intermédiaire réactionnel lors de la transformation de la vatérite en calcite [72]. Généralement, les précipités de vatérite et d'aragonite sont des microcristaux de taille plus petite que ceux de calcite et de forme plutôt sphérique (*cf.* Figure II.42). La calcite est rhomboédrique, l'aragonite orthorhombique et la vatérite hexagonale. De plus, la morphologie des précipités est très différente : les précipités de calcite s'apparentent à des microcristaux cubiques de l'ordre du micromètre, tandis que les précipités de vatérite et d'aragonite sont des microcristaux de taille plus petite et de forme sphérique [180,186].



**Figure II.42.** Micrographies (MEB) de cristaux de calcite (a), de vatérite (b) et de cristaux d'aragonite (c) [68,186].

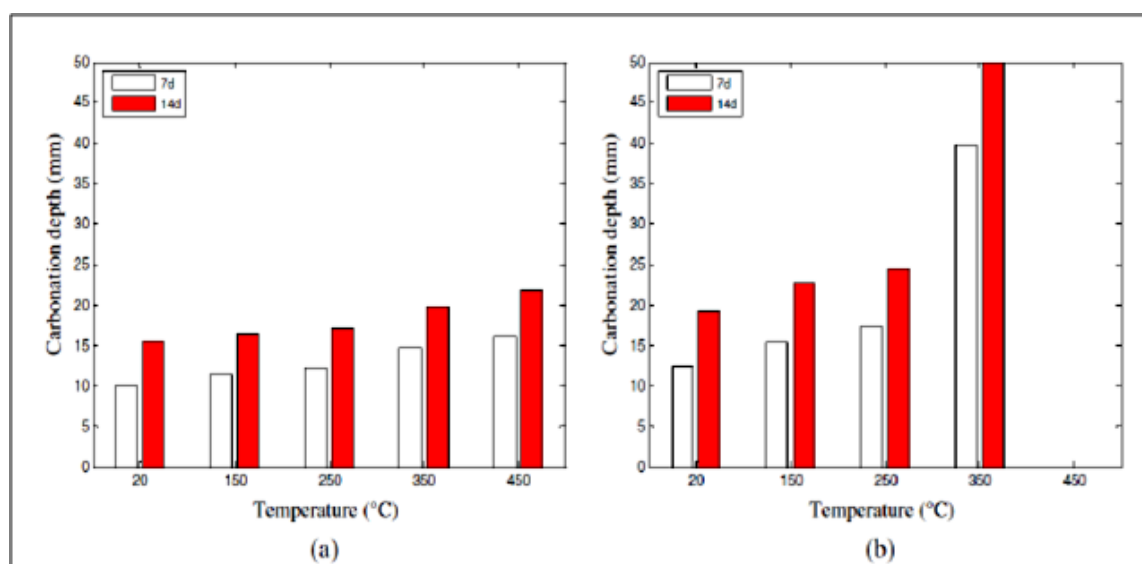
## II.12. Principaux paramètres impactant la carbonatation

Le processus de carbonatation des matériaux cimentaires est influencé par plusieurs paramètres, notamment les facteurs liés à leur milieu environnant (la température, l'humidité relative, la concentration en  $\text{CO}_2$ ) et les facteurs liés aux caractéristiques et à la conservation du matériau.

### II.12.1. Température

L'augmentation de la température a deux effets opposés sur la vitesse de carbonatation:

- La température accélère les réactions chimiques [187]. L'échauffement produit favorise le séchage des pores et ainsi l'accès du  $\text{CO}_2$  dans le réseau poral de la matrice cimentaire. Plus récemment, Wang *et al.* [190] ont rapporté que la profondeur de carbonatation augmente avec l'augmentation de la température d'exposition (*cf.* Figure II.43).



**Figure II.43.** Profondeur de carbonatation des bétons sans (a) et avec des cendres volantes (b) sous l'effet de la température [190].

- Elle diminue la solubilité du  $\text{CO}_2$  et réduit sa concentration dans la phase gazeuse. Chaussadent *et al.* [188] ont émet l'hypothèse qu'une augmentation de la température diminue la vitesse de carbonatation des bétons. Pour ceci, ils s'appuient sur la solubilité du dioxyde de carbone dans l'eau et sur des expérimentations réalisées par Dheilly *et al.* [189], selon lesquelles la Portlandite se dégrade plus rapidement lorsque la température diminue. Thiery [180] a trouvé que l'effet de la température sur la vitesse de carbonatation est assez incertain, donc il ne tient pas compte de ce paramètre dans sa modélisation.

### II.12.2. Humidité relative

Plusieurs études ont déjà montrés qu'une humidité relative comprise entre 50 et 70% a présenté un développement optimal de la carbonatation [187]. En effet, la vitesse de la carbonatation dépend du taux d'humidité du matériau cimentaire, si les pores ne contiennent



pas suffisamment d'eau, le  $\text{CO}_2$  demeure sous forme gazeuse et ne peut réagir avec le ciment hydraté. Le processus de carbonatation n'est donc optimal que si les molécules d'eau tapissent la surface des pores sans les obstruer [191]. Pour que la carbonatation soit maximale, l'humidité relative doit être suffisamment faible. La Figure II.44 illustre ce propos.

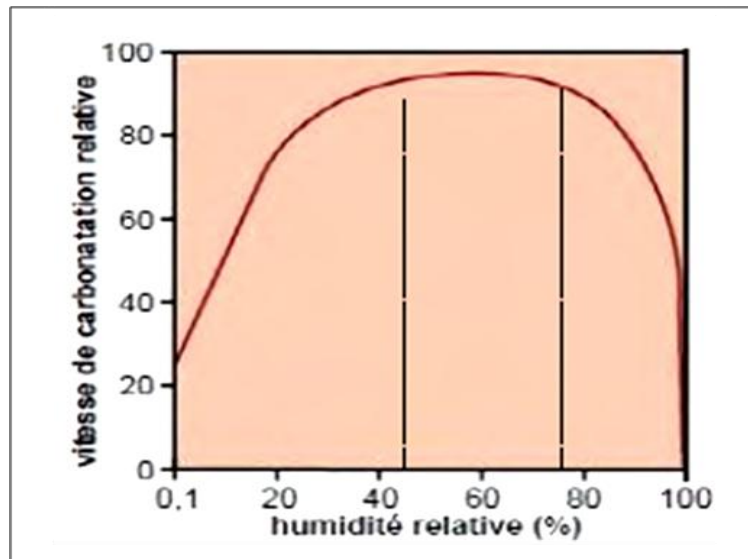


Figure II.44. Vitesse de la carbonatation en fonction de l'humidité relative [48].

### II.12.3. Concentration en $\text{CO}_2$

La concentration en  $\text{CO}_2$  accroît la vitesse de carbonatation [192], où le front de carbonatation avance plus vite (cf. Figure II.45). En fournissant du  $\text{CO}_2$  en quantités continuellement suffisantes, les produits carbonatables à une profondeur donnée se carbonatent rapidement et se consomment donc d'autant [36].

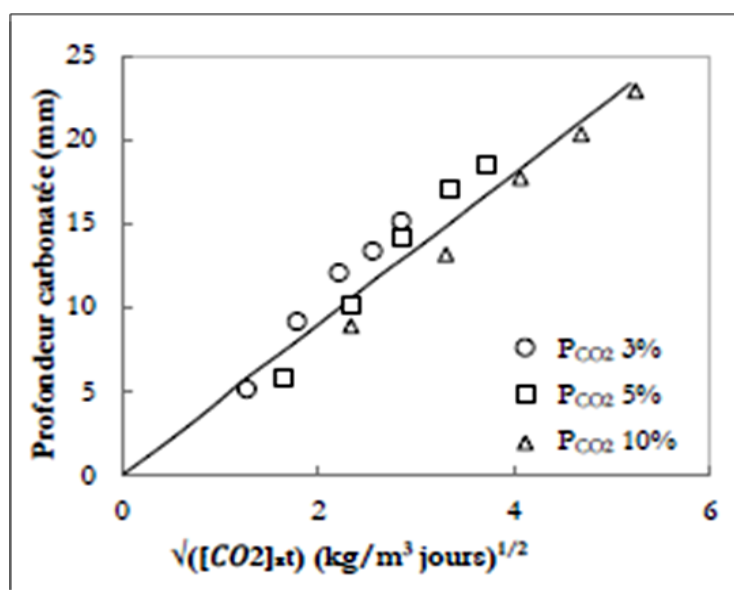


Figure II.45. Profondeur de la carbonatation d'un béton à base de CEM I (20°C, 65% HR) en fonction du temps et de la concentration en  $\text{CO}_2$  [68,192].

### II.12.4. Type et durée de cure

Une bonne cure signifie une meilleure hydratation du ciment [149]. Cette hydratation rendra le béton plus compact et diminue la vitesse de carbonatation. Contrairement à une conservation à l'air libre, une cure dans l'eau favorise l'hydratation et donc une quantité importante d'hydrates susceptibles de se carbonater, qui réduit ainsi la porosité du béton ce qui conduit à un béton plus résistant à la carbonatation. Cette résistance à la carbonatation est d'autant plus importante que la durée de la cure est longue. Fattuhi [193] a comparé les profondeurs de carbonatation des bétons curés durant 1, 3, 5, 7 et 28 jours dans l'eau à 23°C (cf. Figure II.46).

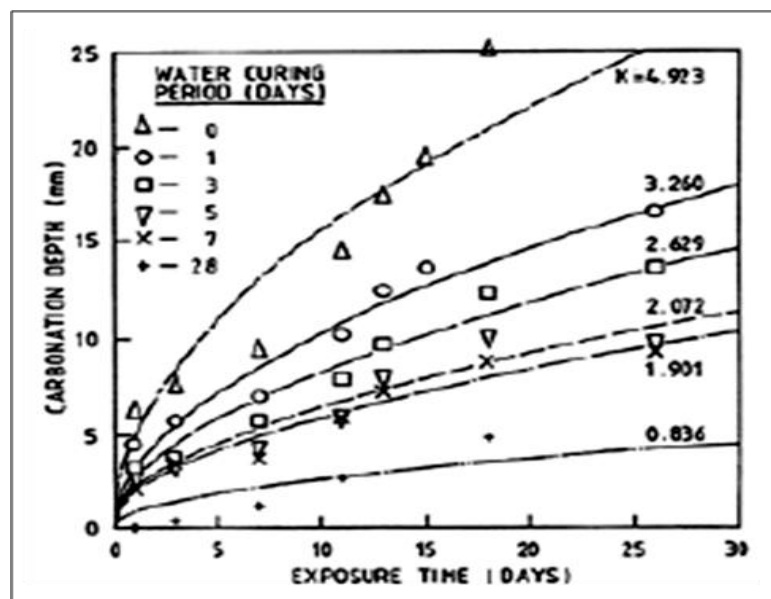


Figure II.46. Profondeur de la carbonatation du béton en fonction de la durée de cure [193].

Ils indiquent que le taux de la carbonatation diminue avec l'augmentation de la durée de cure. Ils ont montré aussi que les matériaux curés sous eau affichent des profondeurs de carbonatation plus faibles que celles des matériaux conservés dans l'air (HR variant entre 22 et 63%). Ceci est dû à une porosité plus élevée du béton conservé dans l'air parce que le degré d'hydratation est plus faible. Gruyaert *et al.* [194] ont montré qu'une période de cure supérieure à 1 mois améliore significativement les propriétés de durabilité des ciments au laitier en raison de sa cinétique d'hydratation plus lente. Par ailleurs, il semble qu'augmenter la période de cure n'a pas le même effet dans le cas d'un ciment Portland ou dans le cas d'un ciment composé (à base des ajouts minéraux) [195]. Selon Balayssac *et al.* [195] et Lo *et al.* [196], l'effet de la cure sur la carbonatation serait minime devant l'effet de la nature du ciment.

### II.12.5. Rapport Eau/Ciment (E/C)

Le rapport E/C a une importance considérable sur l'interconnexion du réseau poreux et par conséquent sur la diffusion des espèces gazeuses ou ioniques au sein du béton [197]. Plusieurs recherches scientifiques s'accordent à conclure que plus le rapport E/C est faible, plus la

vitesse de carbonatation est lente. Skjosvold [198] a trouvé que les profondeurs de carbonatation mesurées après 6 ans d'exposition, croissent de façon linéaire en fonction du rapport E/C (cf. Figure II.47). En effet, la porosité d'un béton dépend en grande partie du rapport E/C. Plus il est élevé, plus la quantité d'eau libre évaporable est grande. En s'évaporant, cette eau laisse des vides qui favorisent la diffusion du CO<sub>2</sub>.

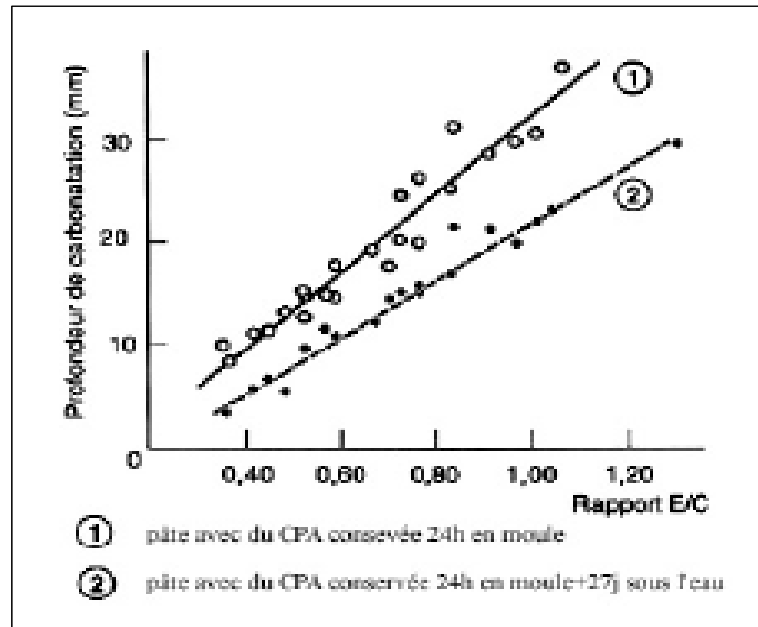


Figure II.47. Influence du rapport E/C sur la vitesse de la carbonatation naturelle [198].

### II.12.6. Degré de saturation des pores en eau liquide

Si le degré de saturation du béton est trop faible, la dissolution du CO<sub>2</sub> est fortement limitée et la cinétique de carbonatation des hydrates est alors ralentie [180]. En revanche, si le béton est totalement saturé en eau liquide, la diffusion du CO<sub>2</sub> n'est possible qu'à travers la solution interstitielle. Ceci freine considérablement la progression de la carbonatation dans la mesure où les coefficients de diffusion du CO<sub>2</sub> dans l'air (de l'ordre de 10<sup>-5</sup> m<sup>2</sup>/s) et dans l'eau (de l'ordre de 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/s) [36].

### II.12.7. Superplastifiant

Aucune influence d'un superplastifiant n'est notée sur la cinétique de la carbonatation. Dakhmouche [72] a rapporté qu'en ajoutant un superplastifiant, il n'y a aucun effet et aucune différence significative sur la résistance à la carbonatation des bétons formulés à base de CEM I. Les mêmes remarques ont été faites par Peiming *et al.* [199] sur des bétons avec des cendres volantes.

### II.12.8. Type et dosage de ciment

Un dosage en ciment élevé diminue la profondeur de carbonatation. Les dosages élevés en ciment tendent à freiner la vitesse de pénétration du CO<sub>2</sub> à condition que la cure soit suffisante [200]. Duval [191] a observé une diminution des profondeurs de carbonatation d'un

béton d'enrobage lorsque la teneur en ciment augmente. De même Dakhmouche [72] a trouvé que le type de ciment joue un rôle majeur. En effet, les bétons à base de CEM II se carbonatent approximativement deux fois plus vite que les bétons à base de CEM I. Ounoughi *et al.* [201] ont constaté que la profondeur de carbonatation est d'autant plus importante pour le ciment aux laitiers (CEM III) par rapport au ciment Portland (CEM I) (cf. Figure II.48).

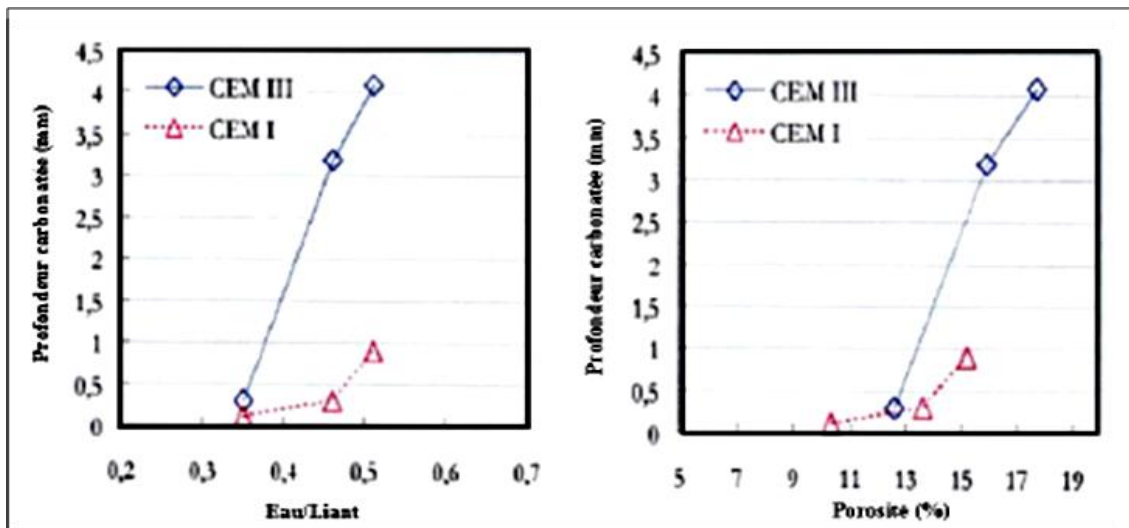


Figure II.48. Influence de la nature du ciment sur la profondeur de carbonatation [201].

Deux explications concomitantes à la diminution de la vitesse de carbonatation:

- ✓ D'une part, la quantité de la Portlandite carbonatée par unité de volume augmente avec le dosage en ciment. La durée de carbonatation est alors plus longue, la vitesse de carbonatation diminue [191].
- ✓ D'autre part, la compacité du matériau a tendance à augmenter avec le dosage en ciment, qui réduit la pénétration du  $\text{CO}_2$  dans le réseau poreux et par conséquent, la vitesse de carbonatation diminue [201].

Par conséquent, le type et le dosage en ciment, sont des paramètres majeurs influençant le degré de carbonatation d'un matériau cimentaire. Les ciments composés, substituant une partie du ciment Portland par des additions minérales (cendres volantes, fumée de silice, laitier de haut fourneau, etc.), se carbonatent différemment selon leurs compositions [68].

Dans le point suivant, une brève synthèse des travaux relatant de l'effet des additions minérales sur la vitesse de carbonatation est proposée. Seules les additions minérales entrant dans la composition des ciments étudiés pour cette étude sont prises en compte (le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique).

### II.12.9. Additions minérales

Plusieurs travaux réalisés sur divers matériaux cimentaires et avec des protocoles expérimentaux différents [202,203], montrent que l'utilisation des additions minérales dans

un matériau cimentaire (pâte, béton ou mortier), en substituant une partie du ciment Portland augmente la profondeur de carbonatation. Ces additions minérales génèrent des bétons à faible teneur en Portlandite (produit carbonatable).

La littérature montre toujours des avis contradictoires sur le comportement des matériaux cimentaires avec des additions pouzzolaniques vis-à-vis de la carbonatation. Plusieurs recherches ont mis en évidence l'effet néfaste des ajouts minéraux ajoutés au ciment par substitution. En effet, la consommation de la Portlandite par les particules de l'ajout (la réaction pouzzolanique) augmente la profondeur de la carbonatation du matériau. Par contre, d'autres recherches rapportent l'effet positif des additions pouzzolaniques. La grande densification de la structure poreuse du matériau par les produits de l'hydratation en présence des ajouts, rend l'effet de la consommation de la Portlandite un effet secondaire.

#### ✓ **Matériaux à base du métakaolin (MK)**

Il est bien connu que le métakaolin améliore la durabilité des matériaux cimentaire, ce qui est en accord avec les résultats de Duan *et al.* [27], qui ont constaté que le métakaolin réduit la cinétique de la carbonatation, dû à la réaction pouzzolanique et la finesse du métakaolin qui a densifie la matrice cimentaire du béton, et par conséquent, une réduction continue de la vitesse de la carbonatation. Des observations similaires ont été faites par Batis *et al.* [30] ainsi que Singh *et al.* [204]. Bernal *et al.* [28] ont effectué un essai de carbonatation accélérée (3% de CO<sub>2</sub>, 65% HR) à des échéances de 14 et 21 jours, sur des mortiers (E/L=0,47) avec une proportion de 10 et 20% du métakaolin. Ils mettent en évidence un seuil de 20% du métakaolin au-delà duquel la résistance mécanique chute et la profondeur de carbonatation augmente. Saillio [205] a constaté qu'après une carbonatation accélérées de deux mois (1,5% de CO<sub>2</sub>, 65% HR), la profondeur de carbonatation de bétons courants (E/L= 0,5) incorporant 10 à 25% du métakaolin a varié peu avec le pourcentage d'addition. L'auteur a indiqué que la profondeur de carbonatation ne change pas avec l'augmentation de la durée de cure humide à 1 an. D'autres études [108, 206] confirment la diminution, voir l'absence, de la carbonatation des matrices cimentaires en présence du métakaolin dans le cas des bétons compacts. En revanche, d'autres recherches [28,48] ont montré que l'incorporation du métakaolin réduit la résistance à la carbonatation, et que le front de carbonatation augmente avec l'augmentation du taux de la substitution du ciment par le métakaolin. Dans une étude publiée en 2015, Shi *et al.* [31] ont observé qu'après une carbonatation accélérée (1% de CO<sub>2</sub>), les mortiers à base du MK ont montrés une augmentation significative de la profondeur de carbonatation par rapport au mortier de référence (sans MK) (*cf.* Figure II.49). San Nicolas *et al.* [114] ont constaté que la profondeur de carbonatation après 28 jours d'essai accéléré (50% de CO<sub>2</sub>) était plus avancée dans les bétons à base de 25% du MK, d'un facteur de 2 environ, que dans le béton avec ciment Portland (CEM I). Les auteurs soulignent, d'une part, le caractère controversé de l'essai de carbonatation choisi et, d'autre part, expliquent cette mauvaise performance par le fait que la Portlandite est partiellement consommée par la réaction pouzzolanique en présence du métakaolin. Il y a compétition entre l'aspect physique positif que représente le raffinement de la porosité engendré par l'incorporation du métakaolin et l'aspect chimique négatif qu'est la consommation de Ca(OH)<sub>2</sub> lors de la réaction pouzzolanique. Dans ce cas, l'aspect chimique semble l'emporter comme l'illustre la Figure II.50.

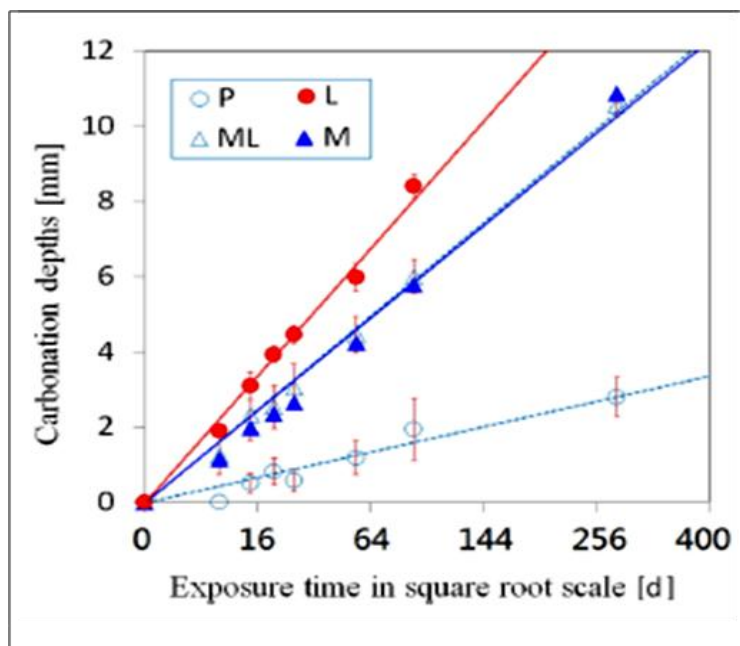


Figure II.49. Influence du métakaolin (MK) sur la profondeur de carbonatation [31].

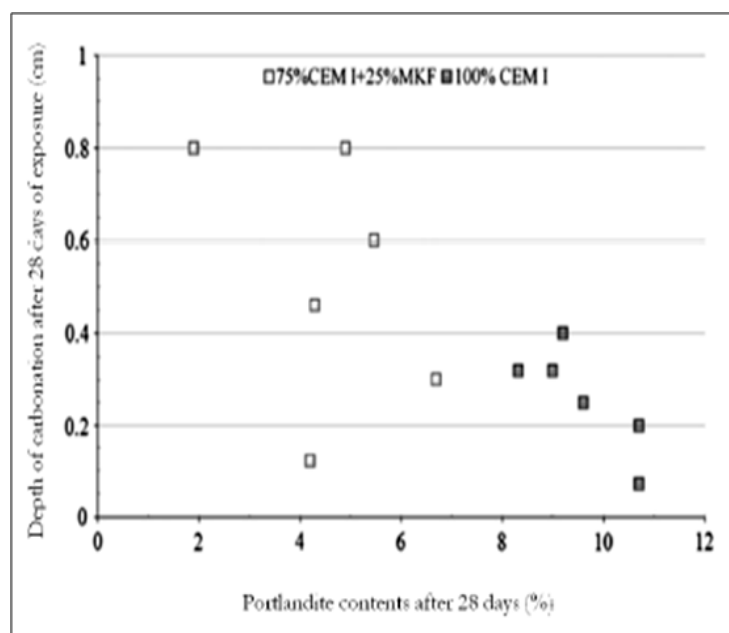


Figure II.50. Profondeur de carbonatation accélérée après 28 jours d'exposition en fonction de la teneur en Portlandite [114].

En utilisant des bétons courants ( $E/L = 0,60$ ) avec un remplacement différent du ciment par le métakaolin (15 à 25 %); Bucher *et al.* [103] ont constaté que les profondeurs de carbonatation naturelles du béton à base du MK étaient plus élevées que la profondeur de carbonatation enregistrée dans le cas du béton à base du CEM I. Les auteurs ont observés que la profondeur de carbonatation est multipliée par 2 environ après 1 an de carbonatation naturelle. La consommation de la Portlandite par la réaction pouzzolanique du MK favorise la carbonatation précoce de C-S-H et donc le front de carbonatation avance rapidement.

### ✓ Matériaux à base de sédiments calcinés (Vase calcinée (VC))

Safer [14], a montré que le béton de référence présente des profondeurs de carbonatation légèrement supérieures par rapport aux bétons à base de la vase calcinée (*cf.* Figure II.51 (a)). L'auteur interprète ces résultats par l'hypothèse de Rozière [207], qui montre que les additions interviennent sur la carbonatation par la dilution de la chaux du clinker et des additions [14], et non pas par la consommation de la Portlandite par la réaction pouzzolanique. En outre, Benzerzour *et al.* [118] ont souligné que la profondeur de carbonatation augmente avec la proportion de sédiments introduits dans la matrice cimentaire (*cf.* Figure II.51 (b)). Un remplacement de 10% du ciment par la vase calcinée a réduit la profondeur de carbonatation environ 30% par rapport au mortier témoin, après 28 jours d'exposition au CO<sub>2</sub>. Par contre pour le mortier à base de 20% de la VC, la profondeur de la carbonatation est plus élevée d'environ 11% par rapport à celle de du mortier sans la VC. Des résultats similaires ont été observés pour des échantillons avec 30% de la VC.

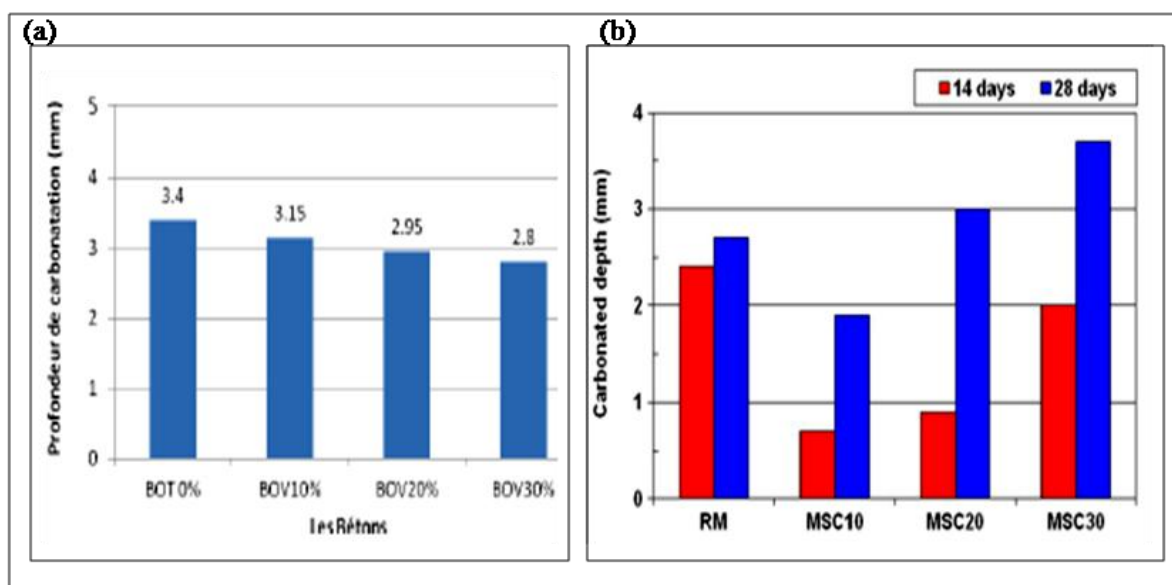
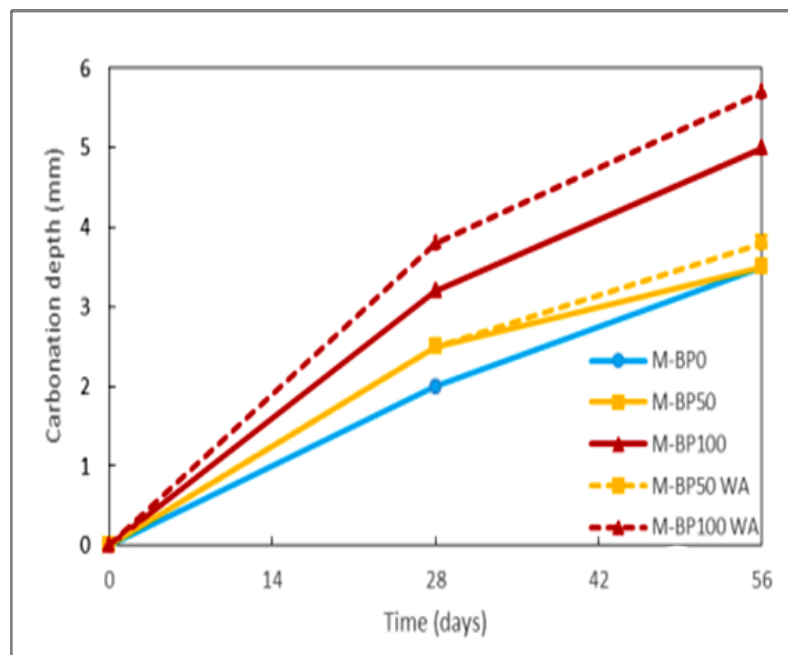


Figure II.51. Profondeur de carbonatation des bétons (a) [14] et des mortiers (b) à base de sédiments calcinés [118].

### ✓ Matériaux à base de la poudre de brique (PB)

La résistance à la carbonatation des matériaux cimentaires à base de la poudre de brique a été étudiée par plusieurs chercheurs. Schachow *et al.* [29] ont rapporté l'effet positif de la substitution du ciment par la poudre de brique, où ils ont montré que la profondeur de la carbonatation naturelle des mortiers avec des teneurs de 10 à 25% en poudre de brique, a été nettement inférieure à celle du mortier témoin. Par contre, les résultats obtenus par Shao [208], dans des conditions de carbonatation accélérée, ont montré que la profondeur de carbonatation augmente avec l'augmentation de la teneur en PB et le mortier contenant 40% de la PB avait une profondeur de carbonatation maximale d'environ 13,8 mm après une exposition au CO<sub>2</sub> pendant 28 jours. Les mêmes constatations ont été signalés par Zhao *et al.* [209], l'utilisation de la poudre de brique comme un ajout minérale a augmenté le taux de la

carbonatation des mortiers. Les résultats de la carbonatation accélérée (1% de  $\text{CO}_2$ ) de 28 jours, indiquent que la profondeur de carbonatation du mortier avec 50 et 100% de la PB a augmenté respectivement de 30% et 62% par rapport au mortier de référence (cf. Figure II.52). Selon ces auteurs, la consommation de la Portlandite par la réaction pouzzolanique réduit la barrière chimique entre les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et le  $\text{CO}_2$ , et que la carbonatation des C-S-H se produit plus tôt pour les mortiers à base du métakaolin, ce qui se traduit par une augmentation significative dans la vitesse de la carbonatation des matériaux cimentaires.



**Figure II.52.** Profondeur de carbonatation accélérée après 28 jours d'exposition au  $\text{CO}_2$  des mortiers à base de la poudre de brique [209].

### II.13. Méthodes de caractérisation du phénomène de la carbonatation

La carbonatation des matériaux cimentaire peut être effectuée selon deux conditions:

- ✓ **Carbonatation naturelle** : cet essai reflète davantage la réalité.
- ✓ **Carbonatation accélérée** : bien que la carbonatation en condition naturelle est très longue, il s'est révélé nécessaire de mettre au point des méthodes permettant d'accélérer le phénomène tout en gardant des conditions aux limites stables. L'essai consiste à utiliser une enceinte hermétique régulée en humidité relative, en température et en concentration de  $\text{CO}_2$ . Les valeurs de ces trois paramètres et le pré-conditionnement des échantillons, varient selon les laboratoires et les normes suivies (en vigueur dans chaque pays) [36].

Le processus de carbonatation pour les deux modes, est caractérisé par différentes méthodes dont certaines sont citées dans les paragraphes suivants.



### **II.13.1. Caractérisation macroscopique de la carbonatation**

Il existe plusieurs techniques d'investigation de la carbonatation d'ordre macroscopique telles que le suivi de masse, la mesure du pH et la pulvérisation de phénolphtaléine.

#### **II.13.1.1. Détection de la profondeur de carbonatation par pulvérisation de la phénolphtaléine**

Pour évaluer la profondeur de carbonatation, que ce soit en laboratoire ou sur ouvrage, un indicateur coloré est généralement utilisé: la phénolphtaléine. Le test à l'indicateur coloré consiste à pulvériser une solution de phénolphtaléine (1% dans l'éthanol) à l'aide d'un pulvérisateur sur une fracture fraîche d'une surface exposée au CO<sub>2</sub>. Après quelques minutes, l'indicateur de pH vire du violet dans la zone non carbonatée (pH ≈ 13) à incolore dans la zone carbonatée (pH ≈ 9) [68]. En effet, le pH habituel de la matrice cimentaire s'élève aux alentours de 13 avant la carbonatation (pH d'équilibre de la Portlandite) et baisse rapidement jusqu'à 9 une fois carbonatée. C'est donc l'absence de la Portlandite qui est supposée démontrer que le matériau est carbonaté [72]. Les mesures de la profondeur de carbonatation correspondent aux distances entre la surface externe du matériau et le front de coloration. La technique est simple de mise en œuvre mais semble sous-estimer la profondeur de carbonatation, où la corrosion des armatures peut démarrer à un pH supérieur à 9 [36,188].

### **II.13.2. Caractérisation microscopique de la carbonatation**

#### **II.13.2.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)**

La quantification de la Portlandite et des carbonates de calcium est rendue possible grâce à cette technique. Les courbes ATG sont souvent présentées sous la forme de leur dérivée première (ATD-DTG), cela permet de mieux distinguer les sauts et donc d'identifier les pics plus clairement [68]. L'analyse thermogravimétrique (ATG) permet la caractérisation des matériaux cimentaires par mesure directe de la variation de masse d'un échantillon lors d'une montée de sa température (jusqu'à environ 1200 °C) [210]. Les hydrates alors, sont quantifiés dans les intervalles de température correspondant à leur déshydroxylation. Toutefois, ces intervalles de température varient selon les auteurs. Dans le cas de bétons à base des granulats calcaires, il est difficile de différencier le carbonate de calcium apporté par les granulats de celui formé par la carbonatation [36]. Selon Villain *et al.* [211], la déshydroxylation de la calcite est influencée par la taille des grains. La calcite des granulats calcaires, est le polymorphe le plus stable à la température par rapport à la calcite formée par la carbonatation (moins stable) [212]. Par conséquent, dans le cas d'un matériau cimentaire comportant des granulats calcaires, la déshydroxylation des carbonates de calcium de la carbonatation, correspond au premier pic observé entre 540 et 780 °C [211,213], puis les carbonates de calcium (CaCO<sub>3</sub>) des granulats calcaires entre 780 et 980 °C [214].

#### **II.13.2.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)**

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) permet l'identification des phases minéralogiques constitutives des matériaux cimentaires. En plus de la mesure des proportions des hydrates et des carbonates de calcium formés par carbonatation et la caractérisation des

variétés cristallographiques d'un même minéral, telles les trois formes de carbonates de calcium (calcite, vaterite et aragonite), où chaque type a une intensité de réflexion propre à sa structure cristalline [36]. Toutefois, cette technique ne permet pas d'identifier les composés semi-cristallins ou amorphes [215].

### **II.13.2.3. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)**

Le MEB permet de visualiser les hydrates carbonatés où le changement de la microstructure induit par la carbonatation est mis en évidence.

### **II.13.2.4. Gammadensimétrie**

La carbonatation entraîne une augmentation significative de la masse volumique, due à la fixation de CO<sub>2</sub> sur la matrice cimentaire [180]. La gammadensimétrie est une méthode non destructive fondée sur l'absorption par la matière des rayons  $\gamma$  émis par une source radioactive de <sup>137</sup>Cs [36].

### **II.13.2.5. Résonance magnétique nucléaire (RMN)**

Cette technique (respectivement RMN <sup>29</sup>Si et RMN <sup>27</sup>Al) permet de suivre les modifications structurales des silicates par la résonance magnétique de l'élément chimique <sup>29</sup>Si suite à l'application d'un champ magnétique dans l'échantillon à tester [36,216].

## **II.14. Influence de la carbonatation sur la microstructure des matériaux cimentaires**

Il a été bien démontré dans les sections précédentes que la carbonatation est un processus très complexe, et elle est à l'origine d'une modification minéralogique et microstructurale des principaux systèmes hydratés constituant la matrice cimentaire, qui peut impacter directement la durabilité de la structure vis-à-vis de son environnement.

La carbonatation en soi, n'endommage pas le matériau cimentaire, mais ses effets sont importants. L'un de ceux-ci est la réduction du pH de la solution interstitielle. La carbonatation des matériaux cimentaires est à l'origine d'une augmentation du volume de la phase solide, qui améliore la résistance mécanique et diminue la porosité globale des matériaux cimentaires, en modifiant la distribution de la taille des pores [217]. Cependant, cela n'implique pas toujours un effet positif, car elle a pour conséquence d'une modification lente de la structure du matériau et un changement de son comportement. En effet, la carbonatation est à l'origine de deux principaux effets :

- ✓ Elle est à l'origine d'une augmentation du volume de la phase solide des matériaux,
- ✓ Elle est néfaste en réduisant la protection chimique des armatures (diminution du pH).

### **II.14.1. Modification des propriétés mécaniques**

Il est bien connu que la calcite qui se forme par la carbonatation des hydrates, colmate en partie les pores du béton et augmente ses résistances mécaniques. En effet, les carbonates de calcium formés consolident la microstructure, étant reconnu comme un excellent liant [180]. Plusieurs recherches rapportent que la carbonatation des matériaux cimentaires, notamment à base d'un ciment Portland, améliore la résistance à la compression, la résistance à la flexion et

le module d'élasticité. Matalssi [218] a démontré que la résistance à la compression des mortiers a augmentée d'environ 48% après 5 jours de carbonatation accélérée. En revanche, la résistance mécanique après la carbonatation diminue pour les matériaux contenant des ajouts en remplacement d'une quantité du ciment (à faible quantité de clinker). Ceukelaire *et al.* [219] ont indiqué que les caractéristiques mécaniques des bétons contenant de laitier de haut fourneau se détériorent après la carbonatation. Ceci est d'ailleurs à relier à l'augmentation de leur porosité après la carbonatation.

### **II.14.2. Retrait de carbonatation**

La carbonatation des matériaux cimentaires entraîne une augmentation de volume des phases solides de 12% à 19% selon la nature polymorphique des carbonates de calcium formés [68, 220]. Il paraît donc, à première vue curieux, que cette réaction entraîne un retrait et non un gonflement. Les causes à l'origine de ce phénomène sont variées et complexes. Powers [221] émet l'hypothèse que ce retrait est imputable à la dissolution de la Portlandite dans l'eau, alors que ceux-ci sont soumis à des contraintes de compression. Un retrait aura lieu du fait des espaces libres laissés par le transfert de la Portlandite. Selon Thiery [180], le retrait est proportionnel au réarrangement de la microstructure. En effet, à une humidité constante, l'augmentation temporaire de compressibilité de la pâte de ciment durcie résultant du transfert de l'hydroxyde de calcium des régions sous contrainte et du dépôt de carbonate de calcium dans des régions où celui-ci n'est pas sous contrainte. Autrement dit, ce phénomène de retrait n'est pas uniquement lié à la Portlandite. D'autres phases hydratées sont mises en jeu. Dans ce cadre, la diminution de la quantité d'eau chimiquement liée aux C-S-H est proposée comme origine du retrait de carbonatation [222]. Le retrait de carbonatation s'explique par la déshydratation et par la polymérisation du gel de silice formé après carbonatation des C-S-H [223]. Groves *et al.* [224] ont ajouté qu'au cours de la carbonatation, le transfert de calcium des zones internes vers les zones externes des C-S-H pourrait conduire au retrait de carbonatation du matériau [223]. D'après Veronique-Bouny-Baghoghel [69], le retrait de carbonatation passerait souvent inaperçu à cause de sa concomitance avec le retrait de dessiccation. Ces deux phénomènes pourraient d'ailleurs atteindre les mêmes ordres de grandeur.

### **II.14.3. Modification de la porosité (la distribution poreuse)**

La carbonatation n'est pas nocive pour le béton dans un premier temps, mais protège le béton en modifiant sa structure poreuse. L'augmentation du volume de la phase solide du matériau du à la carbonatation se traduit par une notable réduction de porosité modifiant ainsi la distribution des tailles de pores [180,225,226]. Houst *et al.* [227] ont étudié l'évolution de la répartition porale de pâtes de ciment Portland après 32 mois de carbonatation naturelle. Ils ont constaté une chute de la porosité totale au mercure de 27 à 15%. Cette diminution de porosité s'explique par le fait que le volume molaire des produits de carbonatation est supérieur à celui des produits non carbonatés, ainsi, le volume molaire de la Portlandite est de 33,1 (cm<sup>3</sup>/mol) contre 36,9 (cm<sup>3</sup>/mol) pour la calcite [48]. De même, Thiery [180] a observé une réduction de la famille de pores de tailles comprises entre 10 et 20 nm, pour les pâtes carbonatées de ciment Portland avec un rapport E/C supérieurs à 0,35, et pour des pores de tailles comprise

entre 6 et 10 nm pour les pâtes avec un rapport E/C égal à 0,25. Des résultats identiques ont été signalés par Ranaivomanana [228]. Après une carbonatation accélérée (50% de CO<sub>2</sub>) des pâtes de ciment CEM I, la chute de la porosité au mercure est toutefois plus importante. En ce qui concerne les ciments composés (avec des ajouts), Hyvert [215] a étudié la carbonatation des mortiers, à base des différents ciments (CEM I, CEM II et CEM III), avec un rapport E/C égal à 0,5 en condition de carbonatation naturelle et accélérée. Ils ont observés une diminution significative de la porosité au mercure (de 8 à 40%) des trois mortiers carbonatés par rapport à ceux non-carbonatés (cf. Tableau II.3).

**Tableau II.3.** Porosité au mercure d'échantillons de mortiers soumis à des essais de carbonatation [215].

Mortier à base de	CEM I	CEM II	CEM III
<b>Carbonatation naturelle</b>			
Mortier non carbonaté pendant 156 jours sous teneur atmosphérique de CO <sub>2</sub>	14,4%	13,9%	12,3%
<b>Carbonatation naturelle</b>			
Mortier carbonaté pendant 296 jours sous teneur atmosphérique de CO <sub>2</sub>	12,9%	12,2%	11,3%
<b>Carbonatation accélérée</b>			
Mortier carbonaté pendant 157 jours dans une ambiance à 50% de CO <sub>2</sub>	8,8%	10,8%	8,3%

Cependant, Ngala *et al.* [229] ont mesuré la porosité au mercure de pâtes de ciment (E/C varie de 0,4 à 0,7) à base des additions minérales (laitier de haut fourneau et cendres volantes), avant et après une carbonatation accélérée (50% de CO<sub>2</sub>). Pour les pâtes à base de ciment Portland, les auteurs ont remarqué que l'augmentation de la proportion des gros pores est moins marquée que pour les pâtes contenant des additions minérales. Cet effet serait dû à la formation de gel de silice suite à la décomposition du gel de C-S-H. La présence des additions minérales dans la pâte augmente la proportion de C-S-H et, par conséquent, la quantité de gel de silice formé après carbonatation augmente aussi. Ces résultats montrent que la carbonatation des C-S-H engendre la formation d'un gel de silice très poreux autour des cristaux de la Portlandite. Cela est confirmé par les résultats d'Anstice *et al.* [230]. Dans les travaux de recherche d'Auroy en 2014 [68], qui a évalué l'évolution de la distribution de tailles des pores de différentes pâtes cimentaires (PI, PIII, PV et PBP) carbonatées et non-carbonatées à base des ciments composés (PI (sans ajout), PIII (avec laitier), PV (avec cendres volantes) et PBP (avec fumées de silice)) (cf. Figure II.53). Les résultats ont montré un déplacement du mode poreux vers des tailles de pores plus fines pour les pâtes sans ajout, due au colmatage des pores par les carbonates de calcium. L'auteur [68] met en évidence une distribution de tailles des pores selon un mode majeur, situé entre 0,003 et 0,06 (µm), correspondant aux pores du gel C-S-H [68, 221]. La carbonatation a réduit significative les pics situés à 0,003 (µm). Selon Auroy [68], ces résultats peuvent être dus soit au colmatage des pores (la porosité interne des C-S-H), soit à la disparition des C-S-H, soit à la formation de gel de silice.

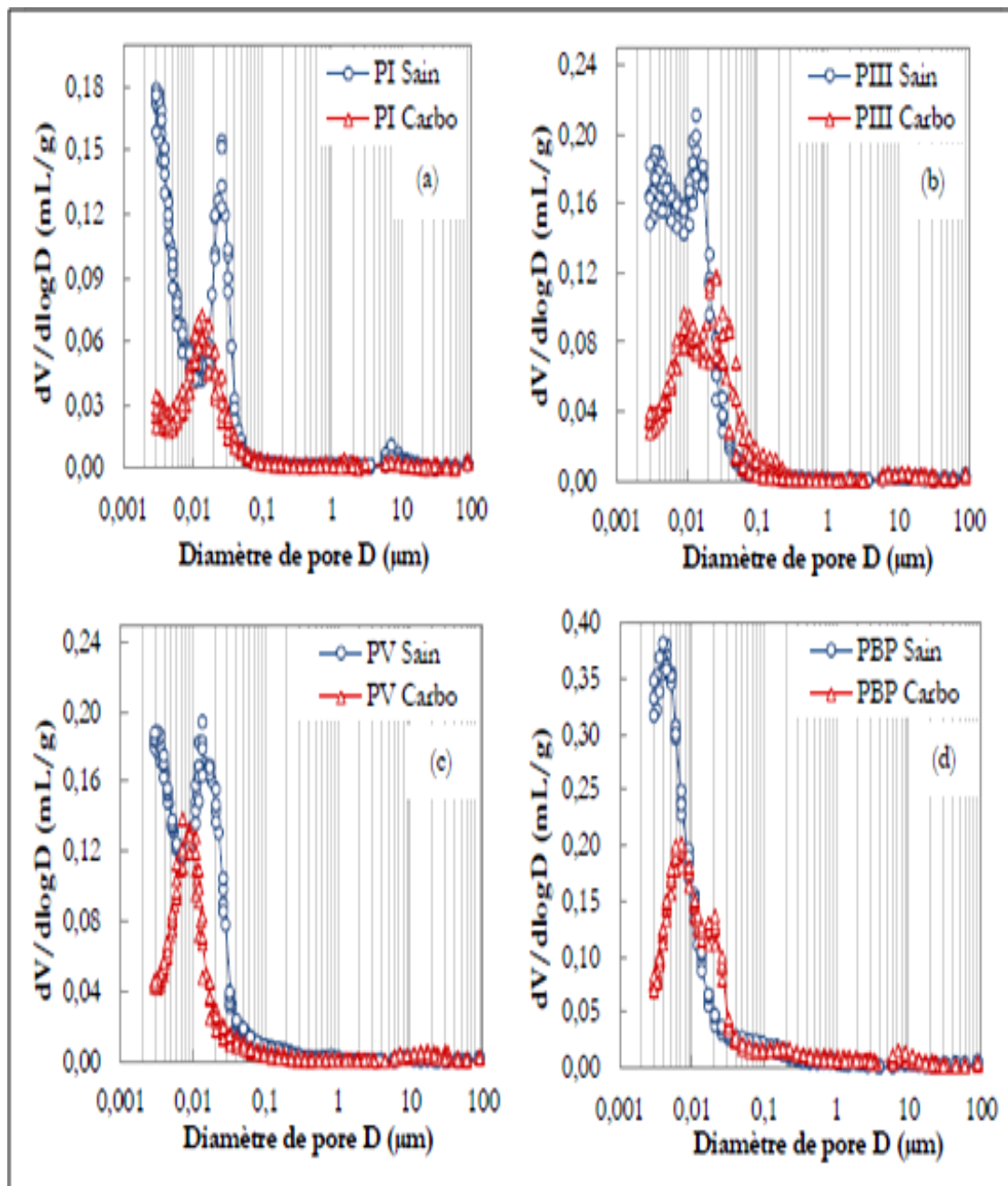


Figure II.53. Taille de pores des matériaux sains et carbonatés [68].

Dans le cas des pâtes à base de ciment composé (PIII, PV et PBP), les courbes montrent une augmentation du rayon d'entrée des pores, caractérisée par un épaulement sur la courbe de distribution poreuse, localisé à  $0,02 \mu\text{m}$ . L'auteur a directement corrélée ces observations à l'absence de la Portlandite et à la teneur élevée en C-S-H. Cela justifie également l'absence de cette famille de pores dans la pâte PI à base de ciment CEM I. Ces résultats peuvent être imputés à la structure très poreuse du gel de silice formé par la carbonatation des C-S-H [231]. La Figure II.54 montre l'évolution de la connectivité du réseau poreux (exprimée qualitativement à travers le pourcentage de mercure piégé ( $\alpha$ )) des matériaux sains et carbonatés [68]. Les résultats montrent une diminution de la connectivité dans la pâte PI (c.-à-d. une augmentation de  $(\Delta\alpha)$ ), contre une augmentation dans le cas de PIII, PV et PBP. Selon

Auroy [68], la teneur initiale en Portlandite élevée dans la pâte PI a mené un milieu faiblement connecté, du fait d'une précipitation d'une quantité importante de carbonates de calcium dans le milieu poreux du matériau [68]. Par contre, pour les pâtes à base des ajouts minéraux (PIII, PV et PBP), une forte connectivité a été remarquée, résultat d'un colmatage du réseau poreux, moins marqué que pour la pâte PI. En effet, la décalcification des C-S-H et à la polymérisation des chaînes de silicates, permettant à la formation d'un gel siliceux amorphe de microstructure très poreuse, contribue à la forte connectivité du milieu poreux [68,232]. Face à la carbonatation, l'effet de la quantité initiale de C-S-H semble opposé à celui de la Portlandite: une teneur initiale en C-S-H élevée conduit à un degré de décalcification plus fort et, par conséquent, à un milieu poreux fortement connecté. La conséquence directe serait une augmentation significative dans les propriétés de transfert (la perméabilité par exemple).

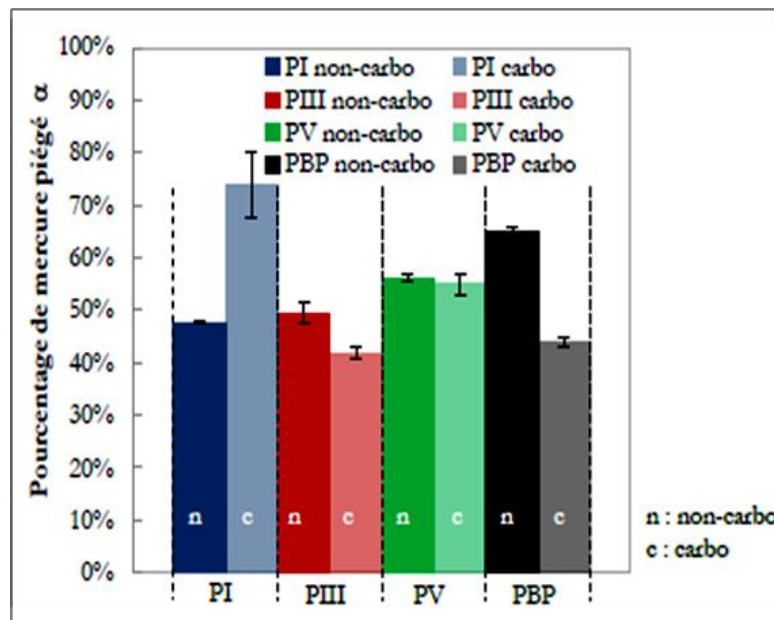


Figure II.54. Evolution de la connectivité du réseau poreux des matériaux sains et carbonatés [68].

#### II.14.4. Modification de la teneur en eau

La réaction de carbonatation libère de l'eau dans le réseau poreux. Cette libération est due à la décalcification des C-S-H corrélée à la dissolution partielle de la Portlandite. Cette eau libérée, qui était, à l'origine, liée chimiquement aux hydrates, augmente la teneur en eau évaporable dans le réseau poral du béton et participe à la composition de la solution interstitielle, ce qui favorise les transferts hydriques et le transport d'agents agressifs [180,215] (cf. Figure II.55).

La carbonatation peut augmenter le degré de saturation et ralentir ainsi la progression de la carbonatation [36]. Auroy [68] a également signalé une chute de la teneur en eau des pâtes après la carbonatation. Ce fait est directement lié à la densification de la microstructure et le colmatage des pores (cf. Figure II.56). Les mêmes résultats ont été rapportés par plusieurs

auteurs [227,232,233]. L'état d'équilibre des matériaux cimentaires est donc fortement impacté par le phénomène de carbonatation.

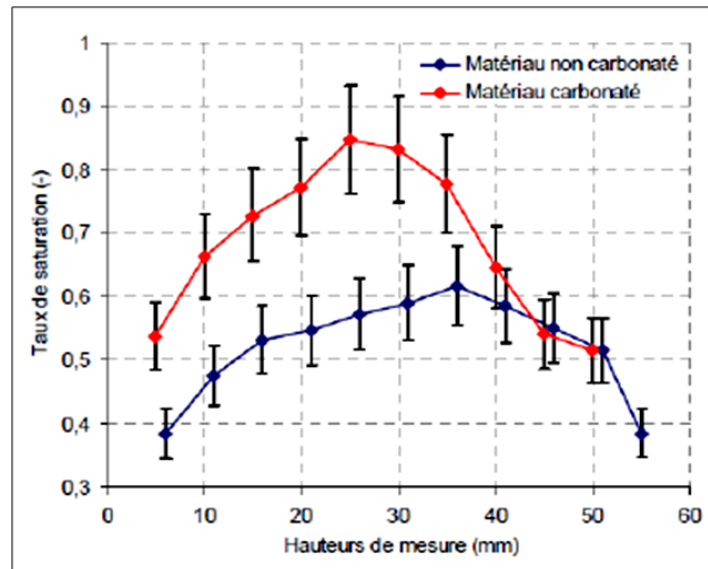


Figure II.55. Taux de saturation du béton mesuré par gammadensimétrie [215].

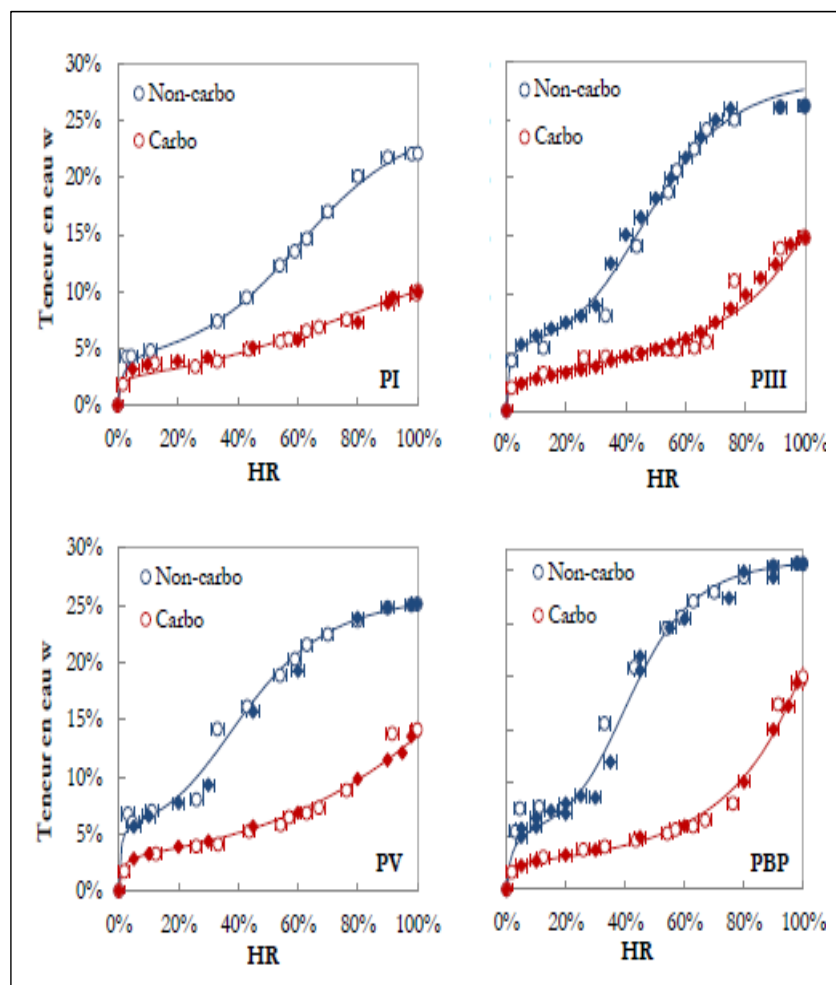
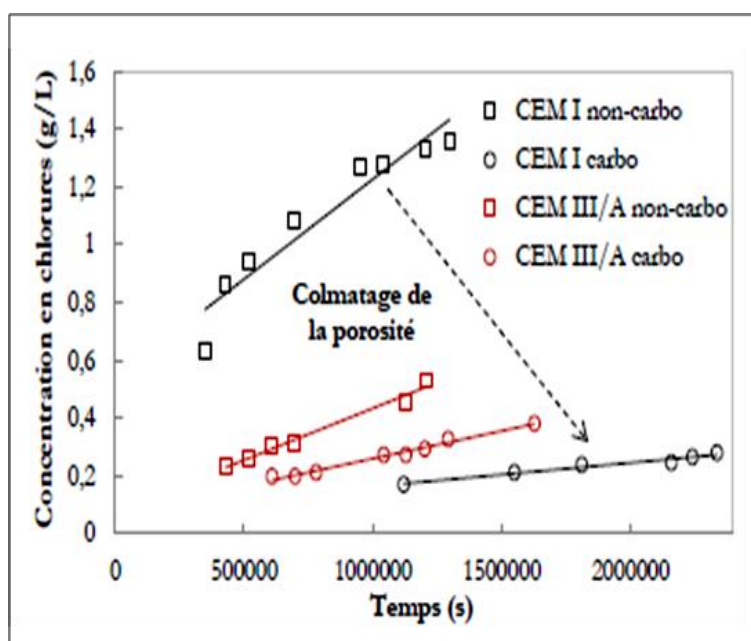


Figure II.56. Effet de la carbonatation sur la teneur en eau des matériaux [68].

### II.14.5. Modification des propriétés de transfert

Les évolutions des propriétés de transfert dans les matériaux carbonatés sont différemment estimées d'un auteur à l'autre. Thiéry [180] a relevé que la carbonatation n'influence pas les isothermes de désorption de la vapeur d'eau dans les pâtes de ciment et les bétons à base de ciment CEM I. Selon Daimon *et al.* [234], dans le cas des mortiers à base de ciment Portland, le coefficient de diffusion effectif du gaz, diminue après la carbonatation du matériau. Hyvert [215] a mesuré les coefficients de diffusion des chlorures à travers des échantillons du mortier (avec un rapport E/L égal à 0,5) avant et après la carbonatation (*cf.* Figure II.57). L'auteur a constaté un colmatage des pores, induit par la précipitation de carbonate de calcium, qui entraîne une baisse logique du coefficient de diffusion aux chlorures. Toutefois, certains auteurs [28,227] relèvent, pour des pâtes de ciment carbonatées, une augmentation du coefficient de diffusion des chlorures, en raison de l'ouverture du réseau poreux (réseau avec plus de connectivité) et à cause de l'augmentation de la porosité capillaire. Les mêmes résultats ont été observés par Villain et Thiéry [233] sur des bétons à base de CEM I, plus ou moins poreux ( $0,5 < E/C < 0,8$ ). Une augmentation de la perméabilité à l'eau liquide des bétons a été enregistrée à cause de l'effet de la carbonatation.



**Figure II.57.** Essais de diffusions des chlorures sur des mortiers carbonatés et non-carbonatés (pente des droites proportionnelle au coefficient de diffusion) [233].

Auroy [68] a complété ces données, en observant une chute de la perméabilité à l'eau (évaluée par la méthode de Katz & Thompson) après la carbonatation dans le cas des pâtes à base d'un ciment Portland (PI), où elle est directement imputée au colmatage des pores (*cf.* Figure II.58). Par contre, dans le cas des pâtes à base d'additions minérales (PIII, PV et PBP), c'est le comportement inverse qui a été observé ((c.-à-d. une augmentation de la perméabilité) (*cf.* Figure II.58). L'auteur [68] a émis plusieurs hypothèses afin d'expliquer cette différence de comportement entre les ciments (Portland et composés) dont:



- ✓ L'augmentation de la connectivité du réseau poreux,
- ✓ l'augmentation du rayon d'entrée des pores,
- ✓ la microfissuration (modifiée après carbonatation).

Les évolutions des propriétés de transfert sont conditionnées par leur distribution des tailles de pore. Selon Auroy [68], l'augmentation de la perméabilité après la carbonatation dans le cas des liants composés (ciment + ajout minéral) est due à la cause majeure de la microfissuration (due au retrait de la carbonatation).

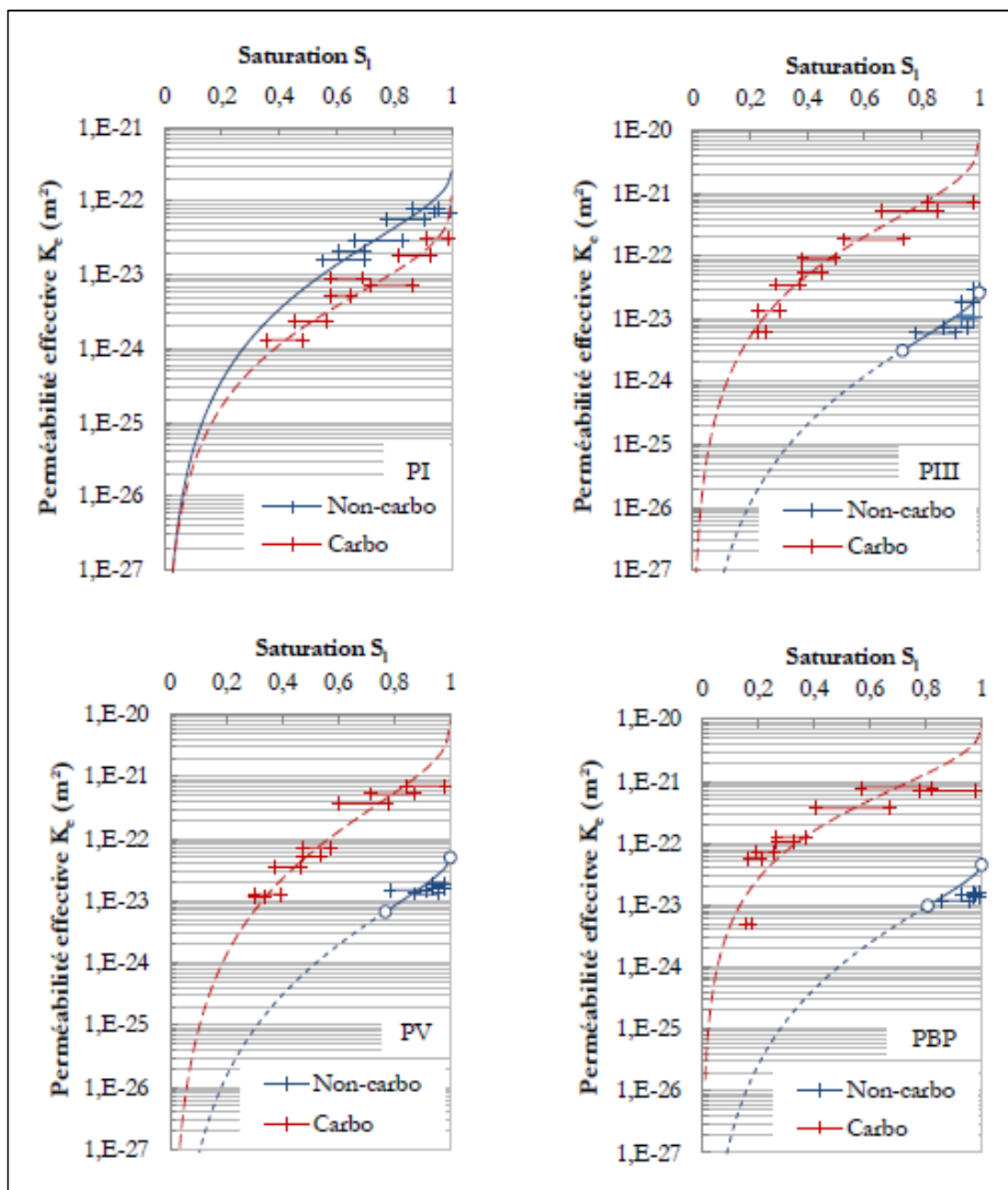


Figure II.58. Perméabilité effective  $K_e$  des matériaux sains et carbonatés en fonction de la saturation  $S_1$  [68].

### **II.14.6. Microfissuration**

L'état de fissuration du matériau cimentaire évolue au cours du temps, du fait des cycles thermiques ainsi que des sollicitations mécaniques, statiques ou dynamiques, que le matériau (ou l'ouvrage en général) peut subir.

La présence de fissures joue un rôle déterminant sur les propriétés de transfert [235]. Par ailleurs, les microfissures peuvent ne pas apparaître très clairement à l'œil nu, du fait de leur faible ouverture. Selon Kutchko *et al.* [236], une forte décalcification des C-S-H pourrait également contribuer à une microfissuration locale du gel de silice. Du même, les analyses au MEB de Morandea [237] effectuées sur des échantillons carbonatés de pâtes de ciment à base de la cendre volante (CEM I + 30% de cendres) mettent clairement en évidence cette morphologie du gel fissuré. La décalcification des C-S-H est la principale cause pour laquelle un retrait de carbonatation se produit. Ce retrait de carbonatation, lui-même est l'origine d'une apparition de microfissuration importante et, par conséquent, d'une modification des propriétés de transfert [68].

### **II.15. Conclusion**

A travers l'analyse des données de la littérature, l'hydratation d'un matériau cimentaire est régie par différents processus, qui sont influencés généralement par plusieurs paramètres (intrinsèques et extrinsèques), et en particulier par le dosage et la composition chimique des ajouts minéraux qui peuvent être ajoutés aux matériaux cimentaires (par remplacement d'une quantité du ciment). L'utilisation d'additions pouzzolaniques a un impact significatif sur le processus d'hydratation. Les propriétés des matériaux cimentaires (propriétés minéralogique, de transfert et de la structure poreuse du matériau (sa microstructure)) varient d'un matériau à un autre, en fonction des différentes modifications induites par l'addition minérale utilisé.

L'identification des différents modes de transfert mis en jeu dans les milieux poreux semble très intéressante, afin de comprendre les modifications microstructurales induites par les additions minérales (pouzzolaniques) dans un matériau cimentaire. Les processus de perméabilité des différentes espèces qui ont lieu dans le béton, sont. La perméabilité, régie par la loi de Darcy, apparaît comme l'indicateur le plus important de la durabilité. Dans ce sens, les analyses des études menées sur la durabilité de différents matériaux cimentaire avec des ajouts minéraux, montrent qu'il existe une relation entre le type et la teneur en ajout minérale additionné au matériau par substitution partielle du ciment. Ce qui influe significativement sur les propriétés de transfert (perméabilité, sorptivité, porosité) des matériaux cimentaires.

L'analyse des résultats obtenus dans les différents travaux antérieurs, répertoriés dans ce deuxième chapitre, a montré que les mélanges cimentaires dans lesquelles une quantité du ciment est remplacé par des additions minérales, se carbonatent différemment, en fonction de la composition chimique de l'aditif minérales utilisé. Les conséquences de la carbonatation sur la minéralogie, la microstructure ainsi que sur les propriétés de transfert des matériaux cimentaires ont été aussi détaillés dans ce deuxième chapitre. En conclusion, pour un matériau cimentaire carbonaté, trois résultats majeurs concernant l'évolution de sa structure poreuse

ont été mis en évidence, essentiellement selon la composition minéralogique du matériau testé:

- ✓ Une diminution globale de la porosité du matériau cimentaire et le raffinement de la structure poreuse, dû au colmatage local de la porosité par les produits de carbonatation formés (augmentation du volume de la phase solide des matériaux).
- ✓ Une augmentation de la proportion des gros pores, conséquence de la formation de gel de silice amorphe résultant de la carbonatation des C-S-H (essentiellement pour les liants composés (ciment + ajout)).
- ✓ Le retrait dû à la carbonatation et l'apparition des microfissurations.

Dans la campagne expérimentale que nous allons présenter dans ce qui suit, nous mettrons en exergue l'effet de la substitution partielle du ciment par trois additions minérales: le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique, sur des différentes propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers étudiés. Un accent particulier est donné sur des mesures de la résistance à la compression, de la porosité ouverte, de l'absorption capillaire, de la perméabilité et sur des mesures de la profondeur de carbonatation. En outre, cette recherche explore la manière dont la carbonatation influe les différentes performances des matériaux cimentaires testés (à base de différents ajouts), en particulier leur comportement vis-à-vis des transferts hydriques. L'originalité de cette thèse repose donc sur une comparaison entre les influences des trois additions minérales testées sur les différentes propriétés citées ci-dessus dans ce paragraphe.

# Chapitre III.

## Programme expérimental - Matériaux et Protocoles expérimentaux

---

### Sommaire

III.1. Introduction .....	109
III.2. Matériaux utilisés .....	110
III.2.1. Le ciment.....	110
III.2.2. Les additions minérales.....	112
III.2.3. Propriétés des additions minérales .....	118
III.3. Formulations des matériaux .....	121
III.4. Préparation des échantillons.....	122
III.4.1. Cure appliquée .....	123
III.5. Caractérisation physique et mécanique des mortiers modifiés .....	124
III.5.1. Essai de maniabilité.....	124
III.5.2. Air occlus .....	124
III.5.3. Caractéristiques mécaniques des mortiers.....	125
III.6. Caractérisation des paramètres de transfert.....	125
III.6.1. Mesure de la porosité accessible à l'eau .....	125
III.6.2. Mesure de l'absorption capillaire (la sorptivité) .....	126
III.6.3. Mesure de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau.....	127
III.6.4. Mesure de la perméabilité à l'eau.....	128
III.7. Carbonatation des mortiers modifiés.....	130
III.7.1. Teneur en Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) et C-S-H .....	130
III.7.2. Carbonatation accélérée .....	133
III.7.3. Carbonatation naturelle .....	135
III.8. Impact de la carbonatation .....	136
III.8.1. Microfissuration .....	137
III.9. Plan expérimental.....	138

# **Chapitre III.**

## **Programme expérimental - Matériaux et Protocoles expérimentaux**

---

### **III.1. Introduction**

Ce troisième chapitre (III) présente de manière synthétique l'ensemble du contexte expérimental qu'a servi de support à cette thèse. Le travail proposé est essentiellement inscrit dans le contexte du développement durable. Il consiste à élaborer de nouveaux liants pouzzolaniques à base des déchets et de matériaux recyclés riches en Kaolinite, qui peuvent être valorisés pour une utilisation en tant qu'addition minérale dans la composition des mortiers ordinaires.

Dans un premier temps, l'objectif principal de cette démarche expérimentale est d'étudier l'influence de la nature des ajouts minéraux utilisés avec différents dosages sur les comportements physiques et mécaniques et sur la performance de durabilité des mortiers testés dans cette étude. Dans ce but, le ciment portland utilisé pour la fabrication du mortier, est partiellement remplacé par un des trois différents ajouts minéraux suivants: le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) ou la poudre de brique (PB). Une comparaison entre les mortiers s'avère donc nécessaire pour confirmer ou, infirmer la durabilité de ces matériaux. Le travail de recherche vise, en second lieu, à caractériser l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transfert. Donc, nous avons présenté les protocoles expérimentaux suivis afin d'étudier l'effet de la carbonatation sur la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire et sur la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau.

Avant de décrire les essais et les protocoles menés dans cette étude, ce chapitre expérimental commence par présenter les constituants de base utilisés et les formulations des mortiers et des pâtes de ciment étudiés. Il décrit ensuite toutes les phases de préparation des matériaux testés, ainsi que les différentes techniques et protocoles expérimentaux suivis. Dans les deux chapitres suivants (chapitre IV et V), nous exposons les différents résultats de cette campagne expérimentale.

## III.2. Matériaux utilisés

### III.2.1. Le ciment

Le ciment utilisé pour la préparation des matériaux, est un ciment Portland de type CEM I 42.5 N (*Annexe I*), provenant de l'usine de Zahana (Nord-Ouest de l'Algérie). Il est caractérisé par une surface spécifique Blaine (SSB) de 3220 cm<sup>2</sup>/g et une densité de 3,12 (conforme à la norme européenne NF EN 197-1 [238]). Les compositions chimique et minéralogique de ce ciment sont présentées dans le Tableau III.1. L'analyse minéralogique du ciment montre que les phases principales sont l'alite et la bélite (C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S) qui sont les phases liantes majeures des ciments Portlands. Il était préférable d'utiliser ce type de ciment sans ajouts, afin de distinguer l'influence de chaque ajout sur les performances des mortiers ordinaires. L'analyse des compositions chimiques et minéralogiques des différents matériaux utilisés dans cette étude, a été effectuée au laboratoire LTPO (Laboratoire des Travaux Publics de l'Ouest à Oran), tandis que les caractéristiques physiques ont été réalisées au laboratoire de génie civil à Université d'Aïn Témouchent.

**Tableau III.1.** Composition chimique et minéralogique du ciment Portland CEM I 42.5 N.

Composition chimique										
Composants	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	RI	PF
Quantité (%)	63.41	20.42	3.96	5.69	0.31	2.43	0.22	2.32	0.23	0.92
Composition minéralogique (Formule de Bogue)										
Composants	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	Gypse	CaO libre				
Quantité (%)	58.0	21.2	8.2	8.3	4.2	< 1				

- **Le Sable**

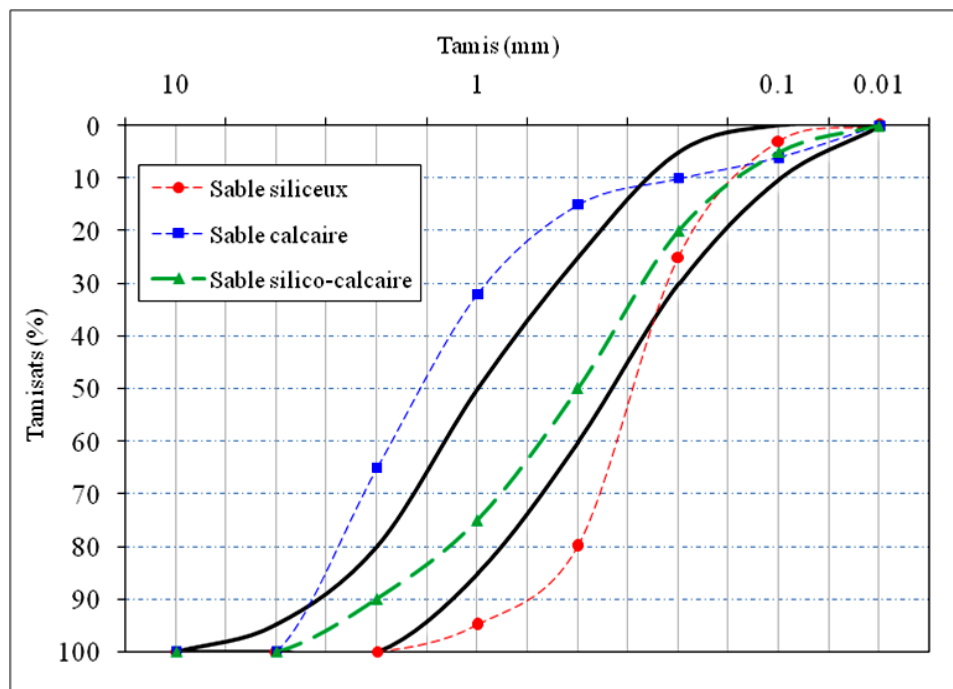
Le sable utilisé pour la préparation des différents matériaux est un sable silico-calcaire, combiné avec deux sables différents : 40% d'un sable de nature siliceuse (0/2 mm) provenant de la sablière de Terga (W. d'Ain-Temouchent), et 60% d'un sable de nature calcaire (0/5 mm) provenant de la carrière de sidi-Ali Benyoub (W. de Sidi Bel-Abbès). La composition chimique et les caractéristiques physiques des différents sables utilisés sont récapitulées dans les Tableaux III.2 et III.3 respectivement. Ce choix d'un sable combiné a été adopté pour trouver le bon module de finesse convenable et adéquat pour un sable, qui permet à une insertion parfaite de la courbe granulométrique du sable dans le fuseau idéal du sable pour la préparation d'un bon mortier de construction. Ce sable combiné a un module de finesse maximale de 2,65. Les courbes d'analyse granulométrique des sables sont illustrées sur la Figure III.1 (analyse effectuée conformément à la norme NF P18-540). D'après les résultats de l'essai de l'équivalent de sable (*cf.* le Tableau IV.3), *Es* des deux sables est inférieure à 75%, mais nous avons préféré d'éviter le lavage des sables pour être dans les conditions réelles du chantier (de construction). L'essai au bleu de Méthylène a montré les fines sont inertes et ne sont pas nocives pour le mortier dont la valeur au bleu est très inférieure de 1 (*cf.* le Tableau III.3).

**Tableau III.2.** Composition chimique des sables.

Composition chimique (%)									
Composants	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	CaCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	MgO
Sable siliceux	3.2	69.41	1.23	1.03	0.12	0.39	24.09	0.11	0.4
Sable calcaire	29.1	0.98	0.24	0.64	0.04	0.15	68.23	/	/

**Tableau III.3.** Caractéristiques physiques des sables.

Désignation	Sable siliceux	Sable calcaire
Forme	Arrondi	Angulaire
Taille nominale (mm)	0/2	0/5
Module de finesse	1.9	3.02
Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	1.45	1.62
Equivalent de sable ( $P_s$ ) (%) [NFP 18-597]	68	71
Bleu de méthylène ( $V_{BS}$ ) [NFP 18-592]	0.16	0.32
Teneur en fines (%)	0.27	0.94

**Figure III.1.** Analyse granulométrique des sables.

### • L'Adjuvant

Afin de viser une maniabilité comparable pour tous les mortiers, un seul type d'adjuvant superplastifiant a été employé durant cette étude. C'est un superplastifiant en polycarboxylate (CHRYSO Fluid Premia 180) (Annexe 2) avec une densité de 1.05 g/cm<sup>3</sup>, afin d'atteindre la maniabilité souhaitée : une consistance très plastique:  $10 \text{ s} < t \leq 20 \text{ s}$ . L'adjuvant "CHRYSO Fluid Premia 180" est un superplastifiant/haut réducteur d'eau, qui facilite la mise en place du béton ou du mortier en améliorant leur ouvrabilité (fluidité).

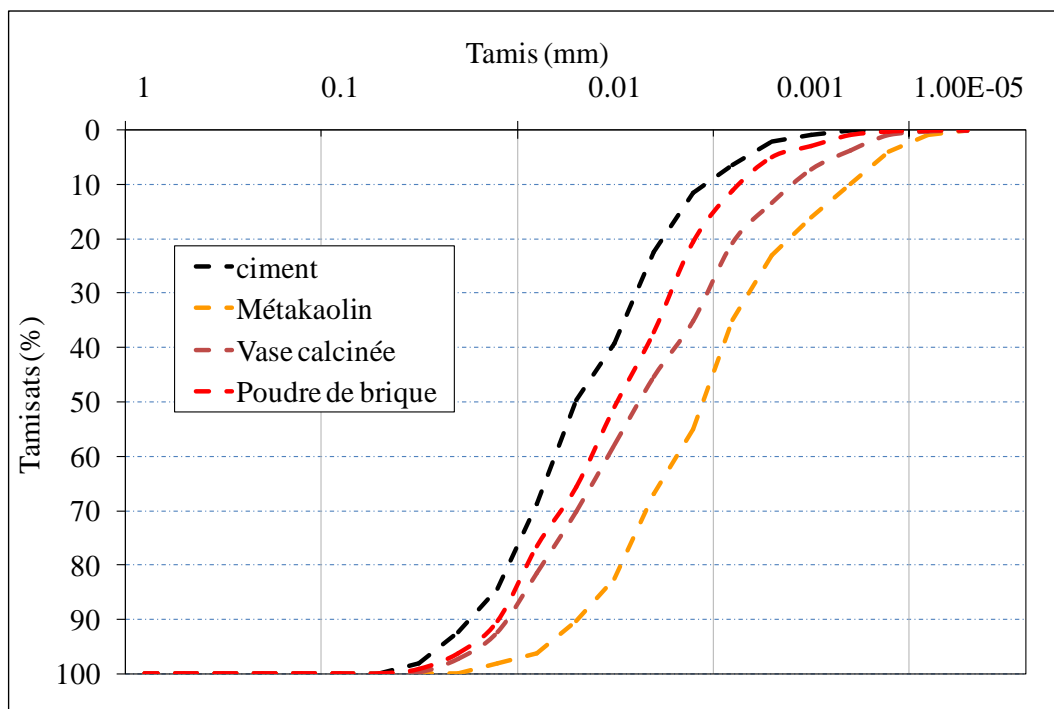
Il permet d'obtenir des matériaux cimentaires compacts à performances élevées à l'état durci. Les propriétés de superplastifiant utilisé sont données dans le Tableau III.4.

**Tableau III.4.** Propriétés de l'adjuvant CHRYSO Fluid Premia 180.

Propriétés	CHRYSO Fluid Premia 180
Nature de produit	Liquide
Couleur	Gris vert opalescent
Densité (20°C)	1.050 ± 0.010
pH (20°C)	8.00 ± 2.00
Teneur en Na <sub>2</sub> O équivalent	1.50 %
Teneur en ions Cl <sup>-</sup>	0.100 %
Extrait sec halogène	21.50 ± 1.00
Extrait sec (EN 480-8)	21.90 ± 1.00

### III.2.2. Les Additions minérales utilisées

Trois additions minérales à base de la Kaolinite sont employées dans la confection des matériaux cimentaires étudiés. Il s'agit d'un métakaolin (MK), d'une vase calcinée (VC) et d'une poudre de brique (PB). L'analyse granulométrique par sédimentation des additions est représentée sur la Figure III.2. Afin d'identifier le rôle joué par la nature minéralogique des additions minérales et également par leur finesse, les ajouts minéraux utilisés dans cette étude sont avec des finesses et d'origines différentes.



**Figure III.2.** Courbes granulométriques (par sédimentation) des additions utilisés.

À partir des courbes granulométriques obtenues, indiquées ci-dessous dans la Figure III.2, des pourcentages plus importants des particules fines sont remarquables dans le cas des trois additions minérales étudiés (MK, VC et PB) en comparaison avec la teneur du ciment



de ces particules fines. Les résultats montrent aussi que les particules du métakaolin sont avec des tailles plus fines que celles de la vase calcinée qui, elle même, contient une quantité de particules fines plus importante par rapport à la poudre de brique. Cette dernière, à partir de la Figure III.2, a une granulométrie relativement plus grossière par rapport aux autres ajouts minéraux (MK et VC). Ceci dû probablement à un léger frittage des particules au cours du procédé de calcination.

### III.2.2.1. L'obtention du Métakaolin (MK)

Le Kaolin utilisé dans cette campagne expérimentale provient de la carrière locale El-Milia dans la wilaya de Jijel, de type K2 de la société SOALKA (voir l'Annexe 3). Les diffractogrammes des RX (diffractométrie par des rayons X (*MiniFlex 300/600 (D/teX Ultra)*)), du kaolin brut sont illustrés dans la Figure III.3. L'analyse spectrale indique qu'il est constitué majoritairement de Quartz ( $\text{SiO}_2$ ), et contient de la Kaolinite ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), bien qu'on note également la présence d'un peu de Micas.

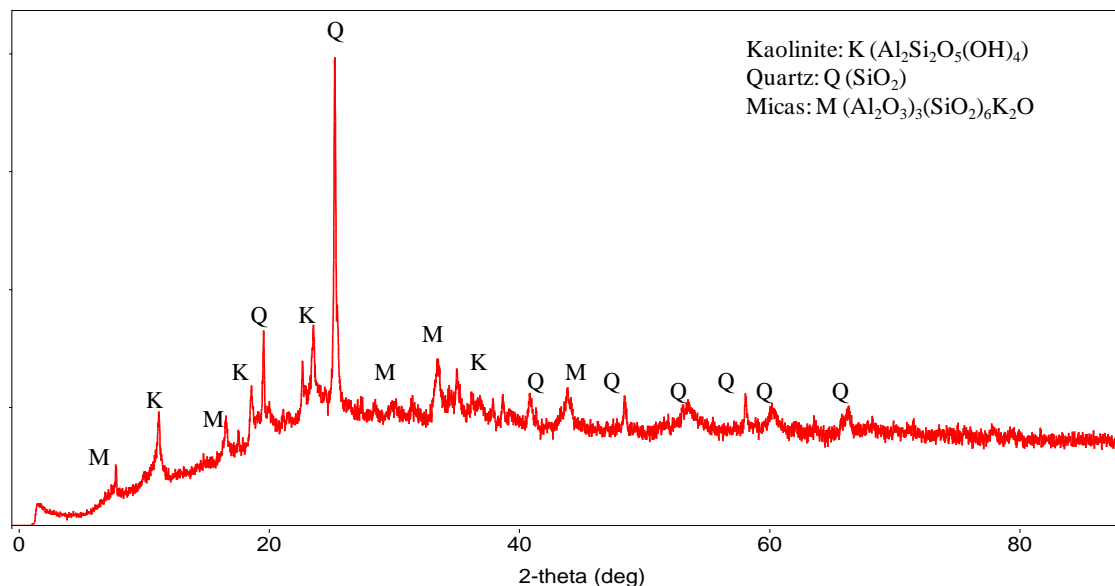


Figure III.3. Analyse par diffraction des rayons X du kaolin.

Le Kaolin a été concassé et broyé pour obtenir le passant au tamis de 80  $\mu\text{m}$ . La Figure III.4 présente les étapes de la préparation du métakaolin (MK) afin de l'utiliser en tant qu'additif minéral avec différents dosage dans le mortier ordinaire testé dans cette étude. Un traitement thermique est appliqué sur le Kaolin tamisé, par une calcination à une température de 850 °C pendant 3 heures (à l'aide d'un four à moufle) (Figure III.4). Le pic endothermique indiqué sur l'analyse ATG (voir la Figure III.5) d'intensité très marquée, observé vers 800°C, est associé à une perte de masse importante, remarquée sur la courbe ATD (d'environ 12% de la masse initiale de l'échantillon testé), correspond généralement à la transformation de la Kaolinite en matériau amorphe (phénomène de déshydroxylation), appelé finalement par le "métakaolin (MK)". Ces résultats ont permis de choisir la valeur de 850°C comme température de calcination pour le Kaolin étudié (cette température se

trouve au delà du pic de déshydroxylation et en deçà du processus de réorganisation structurale). Afin d'éviter tout choc thermique, la vitesse de cuisson a été réglée à 5°C/min, ensuite la température de la calcination (850 °C ±3) est maintenue constante pendant 3 heures, pour obtenir à la fin un MK qui a été conservé de l'humidité dans des sacs hermétiques.

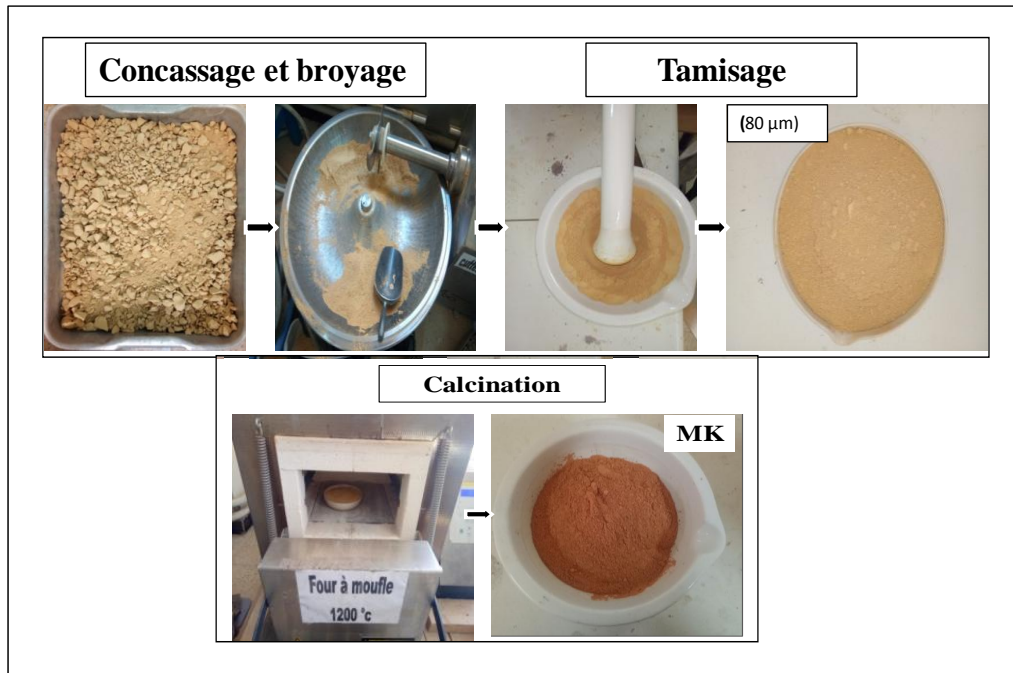


Figure III.4. Etapes de la préparation du métakaolin (MK).

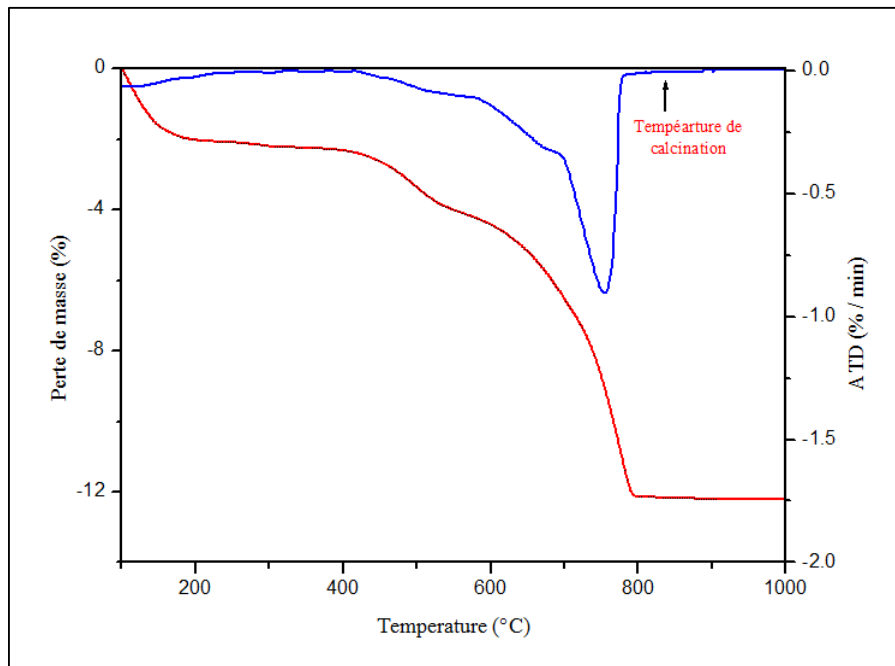
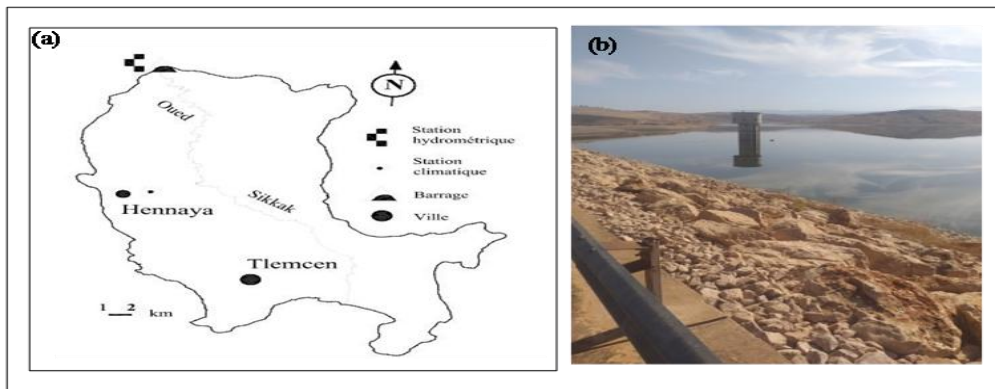


Figure III.5. Courbes ATG/ATD du kaolin.

### III.2.2.2. L'obtention de la vase calcinée (VC)

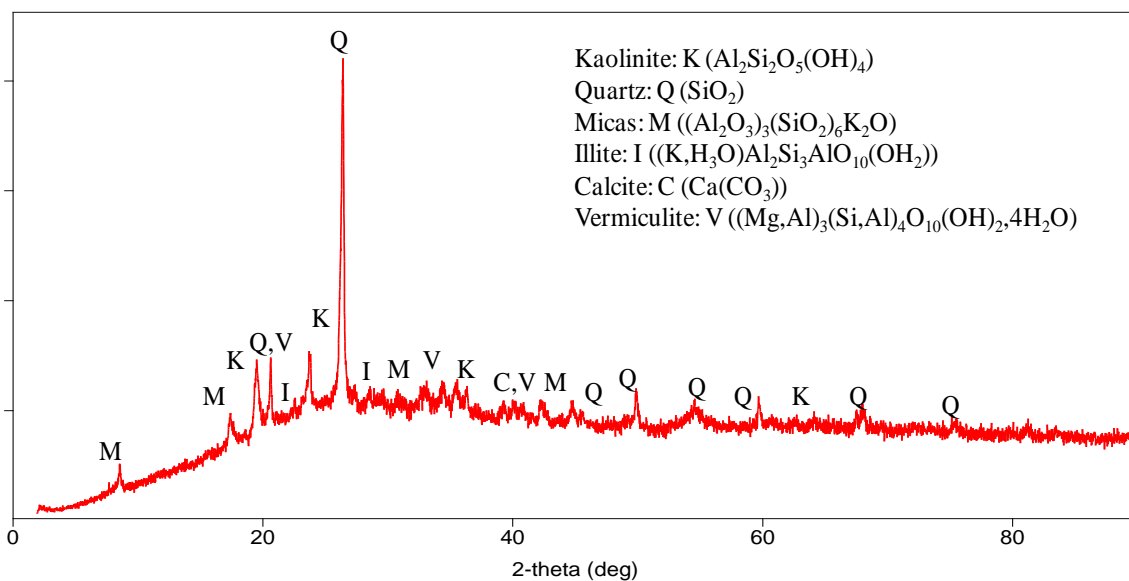
#### • Sédiments du Barrage de Sikkak

Le barrage Sikkak (*d'Ain Youcef*) est réalisé pour les besoins d'irrigation de la plaine de Hennaya ainsi que pour l'alimentation en Eau Potable de la ville de Tlemcen. Cet ouvrage est réalisé sur l'oued de Sikkak, affluent de la Tafna (*cf.* Figure III.6 (a)). Il a une capacité de 30 Mm<sup>3</sup> et régularise un volume de 25 Mm<sup>3</sup>. La superficie du bassin versant a une superficie de 251 km<sup>2</sup> (*cf.* Figure III.6 (b)) et un pourtour long de 65 km. L'altitude moyenne du bassin est de 475m. Le relief est assez fort avec un indice de pente global de Roche de 0,037 [239]. La vase étudiée est prélevée en aval du barrage de Sikkak -wilaya de Tlemcen.



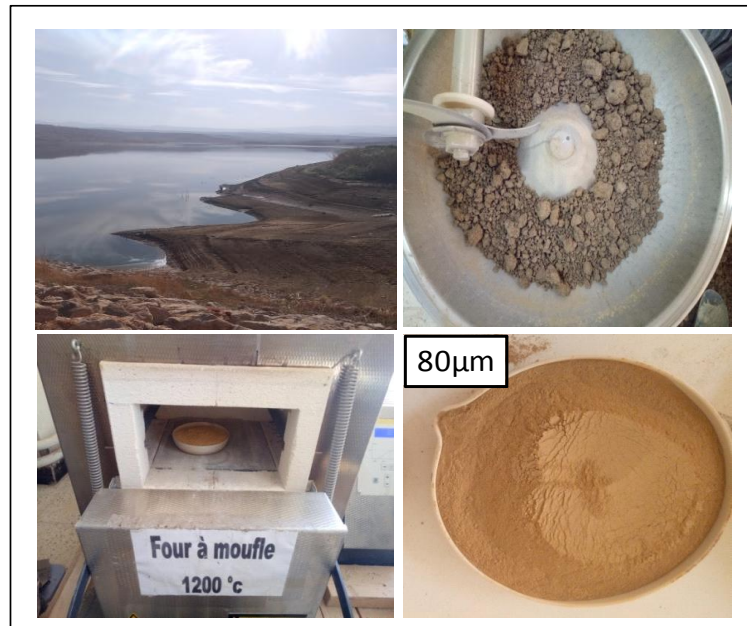
**Figure III.6.** Carte schématique du bassin versant du barrage de Sikkak (a) et vue sur la cuvette du barrage de Sikkak (b).

D'après les diffractogrammes indiqués dans la Figure III.7, l'analyse DRX révèle principalement la présence de Quartz ( $\text{SiO}_2$ ), de la Kaolinite ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), de l'Illite ( $((\text{K},\text{H}_3\text{O})\text{Al}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2)$ ), de la Calcite ( $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ ) et de la Vermiculite ( $((\text{Mg},\text{Al})_3(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2,4\text{H}_2\text{O})$ ) et aussi de Micas ( $((\text{Al}_2\text{O}_3)_3(\text{SiO}_2)_6\text{K}_2\text{O})$ ) avec une quantité relativement faible.

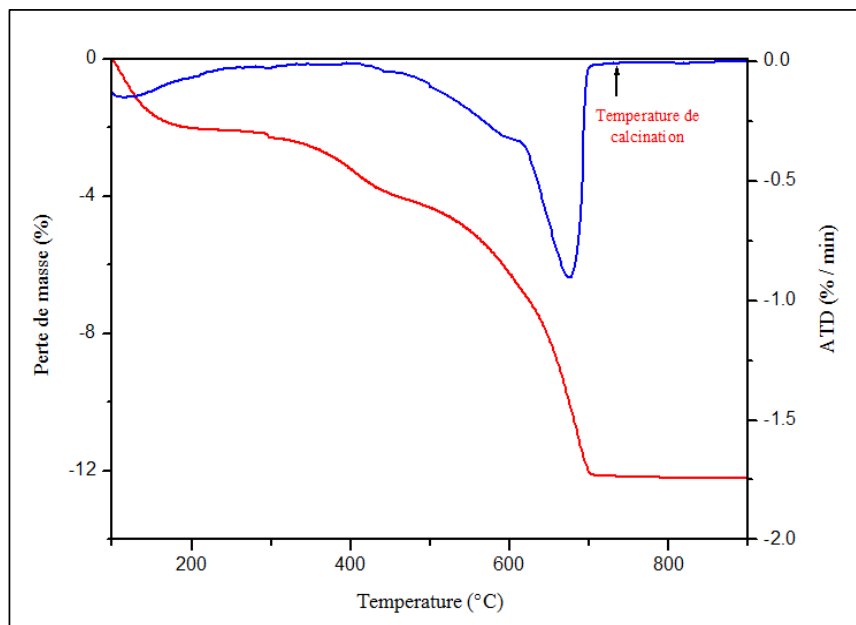


**Figure III.7.** Analyse par diffraction des rayons X de la vase du barrage de Sikkak.

La vase provenant du barrage de Sikkak a été concassée et broyée pour obtenir le passant au tamis de 80 ( $\mu\text{m}$ ) (cf. Figure III.8). La réactivité de la vase naturelle a été réalisée par une calcination (un traitement thermique) à une température de 750°C pendant 3 heures à l'aide d'un four à moufle. Cette température de calcination a été choisie sur la base des résultats d'analyse ATG/ATD effectuée sur la vase testée (voir la Figure III.9). Ce traitement thermique permet à une réactivité pouzzolanique de la vase une fois introduite dans le matériau cimentaire.



**Figure III.8.** Etapes de la préparation de la vase calcinée (VC).



**Figure III.9.** Courbes ATG/ATD de la vase du barrage de Sikkak

### III.2.2.3. L'obtention de la poudre de brique (PB)

Les déchets de brique proviennent de la briqueterie d'El-Malah dans la Wilaya d'Aïn-Témouchent (*cf.* Figure III.10). Ils ont été concassés, broyés et tamisés à 80 $\mu$ m au laboratoire de génie civil à l'Université d'Aïn-Témouchent (*cf.* Figure III.11). La poudre de brique ne nécessite pas une réactivité thermique, car les briques sont effectivement cuites lors de leur fabrication.



Figure III.10. Déchets de brique à la briqueterie d'El-Malah.

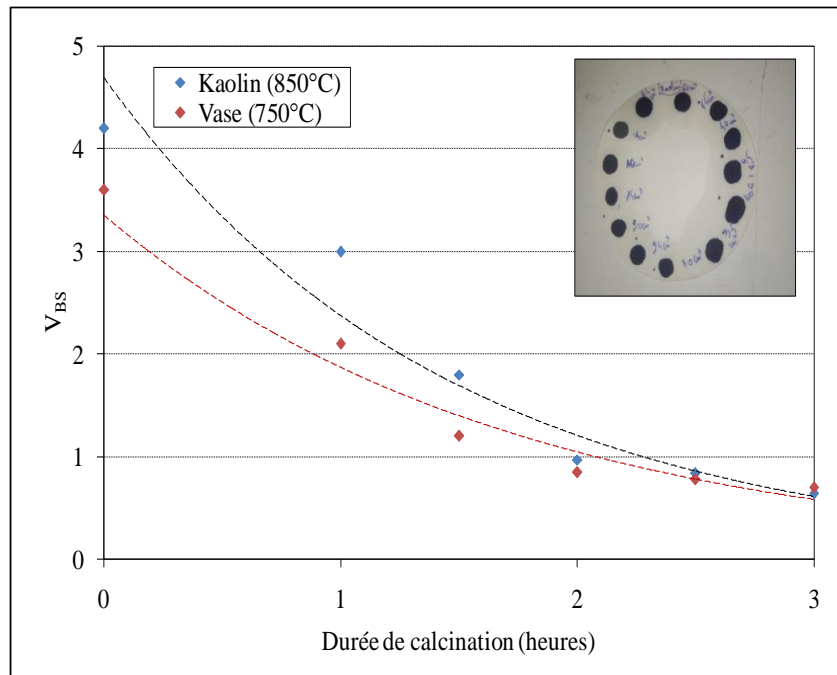


Figure III.11. Etapes de la préparation de la poudre de brique (PB).

Les mesures de la valeur de bleu de méthylène ( $V_{BS}$ ) réalisées sur le Kaolin et la vase (non calcinés) ainsi sur la poudre de brique sont respectivement de 4.2, 3.6 et de 0.8, dont ces valeurs sont cohérentes avec la quantité et la qualité des argiles contenues dans les additions mentionnées ci-dessus. Par contre, les valeurs  $V_{BS}$  des produits calcinés, le MK et la VC, restent inférieures à 1, conformément à la norme NF P 18-513.

Les valeurs de  $V_{BS}$  ont été prises aussi pour des échantillons calcinés pendant des différentes durées de cuisson. Les résultats obtenus, illustrés dans la Figure III.12, montrent que la  $V_{BS}$  diminue lorsque la durée de calcination augmente.

Après 3 heures de calcination à une température de 850°C pour le Kaolin et une température de 750°C pour la vase, les valeurs de bleu de méthylène ( $V_{BS}$ ) sont respectivement de 0.64 (pour MK) et de 0.71 (pour VC). La cuisson ayant pour effet de modifier potentiellement la taille et l'organisation des feuillets d'argile et donc de diminuer le  $V_{BS}$  [240]. Les résultats montrent que les produits de cuisson ont bien été déshydroxylés.



**Figure III.12.** Valeur de bleu de méthylène ( $V_{BS}$ ) en fonction de la durée de calcination.

### III.2.3. Propriétés des additions minérales

Les compositions chimiques, minéralogiques ainsi que les caractéristiques physiques des additions minérales utilisées (MK, VC et PB) sont récapitulées ci-dessous dans le Tableau III.5. Les analyses chimiques et minéralogiques des trois ajouts révèlent la présence de plusieurs minéraux essentiels dans leurs compositions, tels que l'oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ), l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et l'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) qui font partie de la composition des liants hydrauliques les plus courants [14].

Selon la norme ASTM C618 [241], un matériau est considéré comme pouzzolanique si sa composition chimique vérifie la condition suivante:  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70\%$ . Les quantités totales des constituants chimiques ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ ) trouvées pour le MK, VC et PB sont respectivement de 96%, 77% et 80%, ce qui est conforme aux exigences de la norme ASTM C618. Le MK, la VC et la PB étudiés dans ce travail de recherche sont donc des matériaux considérablement réactifs en termes de pozzolanicité. La composition minéralogique globale du MK montre que le matériau contient principalement du métakaolin (MK) (62% exprimé en  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2$ ), Quartz (8% exprimé en  $\text{SiO}_2$ ) et des Micas (26% exprimé en  $(\text{Al}_2\text{O}_3)_3(\text{SiO}_2)_6\text{K}_2\text{O}$ ).

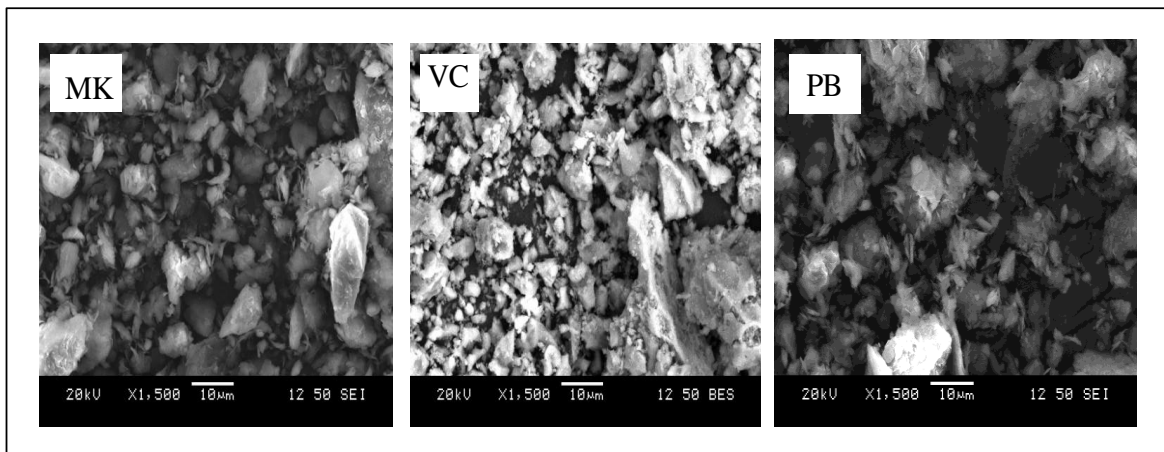
Cette addition minérale, possède une surface spécifique très élevée (125900 cm<sup>2</sup>/g) par rapport à la VC et la PB. La vase calcinée (VC) a une quantité de Quartz beaucoup plus élevée que le métakaolin (MK), en raison de la teneur initiale en SiO<sub>2</sub>. La poudre de brique (PB), est très riche en oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>), possède une densité de 2.65 et une surface spécifique de 7140 cm<sup>2</sup>/g. En effet, le MK a montré le meilleur indice d'activité à 28 jours (environ 1,2) par rapport à celui de la VC (environ 1) et la PB (environ 0,9), indiquant une réactivité pouzzolanique probablement plus élevée dans le cas du MK que dans le cas de la VC et de la PB. Les valeurs d'indice d'activité obtenues pour les trois additions minérales sont supérieures à celles requises par la norme ASTM C311 [242].

**Tableau III.5.** Propriétés des additions minérales utilisées.

Propriétés	MK	VC	PB	
Composition chimique (%)	CaO	0.09	17.30	14.88
	SiO <sub>2</sub>	53.90	49.60	61.91
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	39.41	18.81	14.80
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.50	8.12	3.23
	K <sub>2</sub> O	3.10	2.74	2.15
	MgO	0.40	2.58	2.43
	Na <sub>2</sub> O	0.09	0.34	0.19
	TiO <sub>2</sub>	0.23	0.13	-
	PF*	6.50	5.20	1.40
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	95.81	76.53	79.94
Composition minéralogique (%)	Métakaolin (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (SiO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> )	62.16	43.27	20.73
	Quartz (SiO <sub>2</sub> )	8.43	27.31	50.20
	Micas ((Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> (SiO <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> K <sub>2</sub> O)	26.25	20.14	18.21
	Autres minéraux	2.30	8.73	10.50
Propriétés physiques	Densité	2.42	2.59	2.65
	Finesse Blaine (cm <sup>2</sup> /g)	125900	8452	7140
	Indice d'activité i <sub>28</sub> (ASTM C311)	1.17	0.95	0.87
	D <sub>50</sub> (µm)	10	17	25

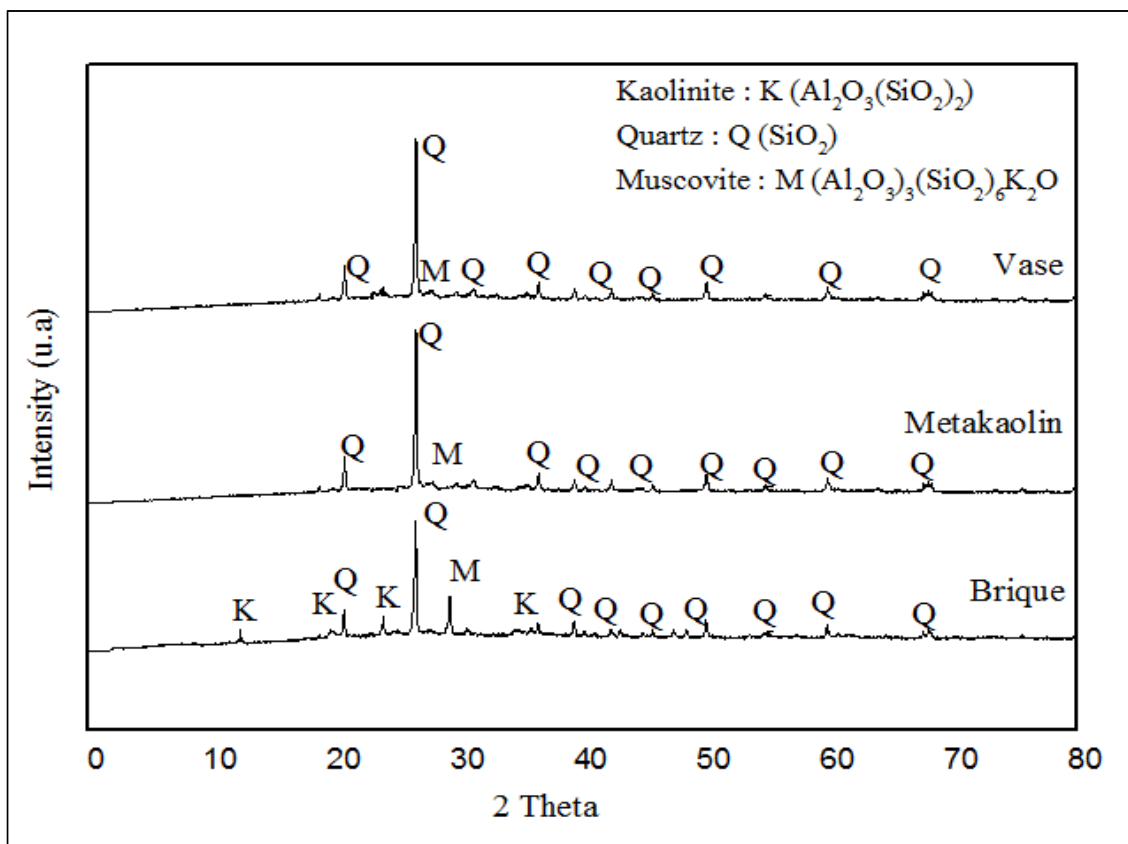
\* Pertes au feu

L'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) du MK, VC et PB (*cf.* Figure III.13) a montré que les trois matériaux sont essentiellement constitués d'agglomérats des particules désordonnées de forme angulaire et irrégulière, mais qui sont avec de formes et des tailles différentes (varient de un micron à plusieurs dizaines de microns). La morphologie des particules observée sous le MEB, confirme les résultats des propriétés physiques des ajouts présentés dans le Tableau III.5.



**Figure III.13.** Morphologie (MEB) des additions minérales utilisées (MK, VC et PB).

Les diffractogrammes de rayons X (DRX) des trois ajouts calcinés sont présentés sur la Figure III.14. D'après ces analyses DRX du MK, VC et PB après calcination (*cf.* Figure III.14), on observe une diminution de l'intensité des pics de diffraction des minéraux avec la température, alors que le Quartz ( $\text{SiO}_2$ ) n'est pas modifié.



**Figure III.14.** Diffractogrammes de rayons X (DRX) du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB).



Il est clairement montré que le Quartz est la phase majoritaire dans les différents ajouts. Pour la poudre de brique (PB), la présence de la Kaolinite ( $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2$ ) reste détectable et des traces du Micas (Muscovite) sont observées, mais aucun pic caractéristique de la Kaolinite n'est présent sur les diffractogrammes du MK et de la VC. La disparition des pics de la Kaolinite atteste leur transformation en matériau amorphe. La calcination du Kaolin ( $850^\circ\text{C}/3\text{h}$ ) et la vase ( $750^\circ\text{C}/3\text{h}$ ) a entraîné une des-hydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale de la Kaolinite, qui permet de d'obtenir un métakaolin suffisamment dés-hydroxylé et totalement amorphe susceptible d'être utilisée efficacement comme un matériau pouzzolanique. La présence des pics de la Kaolinite dans la poudre de brique (PB) est un indicateur de la faible réactivité pouzzolanique par rapport au MK et la VC. Les analyses DRX montrent que les matériaux calcinés ont bien été deshydroxylés.

### III.3. Formulations des matériaux

#### • Formulations des mortiers

Les mortiers ont été confectionnés selon la norme NF EN 196-1 [243], avec un rapport E/L égal à 0.5, constant pour toutes les formulations étudiées. Cette valeur a été choisie car elle procure au mortier frais les propriétés escomptées, c.-à-d. une bonne maniabilité, sans ségrégation et sans ressuage. Seize (16) formulations du mortier ont été élaborées; incorporant différents dosages du MK, de la VC et de la PB. Le taux de la quantité du ciment substituée par le MK, la VC et la PB varie de 0 à 30%. Les différentes formulations du mortier sont présentées dans le Tableau III.6.

**Tableau III.6.** Compositions des différents mortiers testés.

Mortiers	Constituants des mortiers						Ouvrabilité (s)	
	Ciment (g)	MK (g)	VC (g)	PB (g)	Sable (g)	Rapport E/L		Adjuvant (%)
MC	450	0	0	0	1350	0.5	0.12	14
MK10	405	45	0	0	1350	0.5	0.47	15
MK15	382.5	67.5	0	0	1350	0.5	0.59	16
MK20	360	90	0	0	1350	0.5	0.70	17
MK25	337.5	112.5	0	0	1350	0.5	0.82	19
MK30	315	135	0	0	1350	0.5	0.94	19
VC10	405	0	45	0	1350	0.5	0.24	15
VC15	382.5	0	67.5	0	1350	0.5	0.35	16
VC20	360	0	90	0	1350	0.5	0.47	16
VC25	337.5	0	112.5	0	1350	0.5	0.59	17
VC30	315	0	135	0	1350	0.5	0.70	18
PB10	405	0	0	45	1350	0.5	0.12	14
PB15	382.5	0	0	67.5	1350	0.5	0.24	15
PB20	360	0	0	90	1350	0.5	0.35	15
PB25	337.5	0	0	112.5	1350	0.5	0.47	16
PB30	315	0	0	135	1350	0.5	0.59	17

### • Formulations des pâtes

L'essentiel de cette étude expérimentale a été effectué sur des échantillons du mortier. Néanmoins, des essais de microfissuration ont été réalisés sur des pâtes de ciment. Les propriétés des mortiers ainsi formulés, sont utilisées pour la fabrication des différentes pâtes cimentaires étudiées dans ce travail (pâte témoin et pâtes modifiées avec différentes additions minérales). Les différentes compositions des mélanges de pâtes cimentaires sont récapitulés dans le Tableau III.7. Les pâtes à base du MK, de la VC et de la PB sont notées, respectivement, PMK, PVC et PPB, et la pâte témoin (uniquement à base du ciment CEM I) est notée PC.

**Tableau III.7.** Compositions des différentes pâtes testées.

Pâtes	Ciment (g)	MK (g)	VC (g)	PB (g)
PC	450	0	0	0
PMK10	405	45	0	0
PMK15	382.5	67.5	0	0
PMK20	360	90	0	0
PMK25	337.5	112.5	0	0
PMK30	315	135	0	0
PVC10	405	0	45	0
PVC15	382.5	0	67.5	0
PVC20	360	0	90	0
PVC25	337.5	0	112.5	0
PVC30	315	0	135	0
PPB10	405	0	0	45
PPB15	382.5	0	0	67.5
PPB20	360	0	0	90
PPB25	337.5	0	0	112.5
PPB30	315	0	0	135

### III.4. Préparation des échantillons

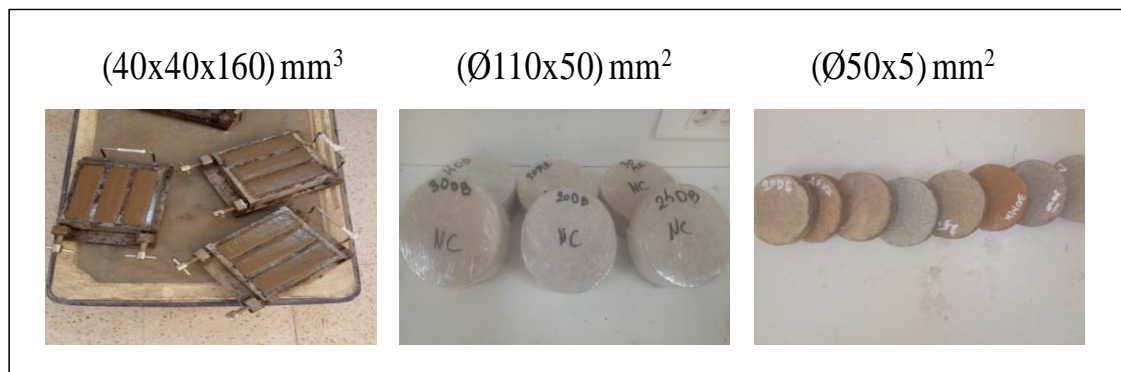
Les différents mortiers étudiés dans ce travail ont été confectionnés au sein du laboratoire de génie civil (Université d'Aïn-Témouchent). Les mortiers ont été préparés selon le protocole suivant (indiqué dans la norme NF EN 196-1 [243]): introduire l'eau (eau + superplastifiant) puis le ciment dans le malaxeur. Un premier malaxage d'une vitesse lente de 30 secondes est effectué, puis sans arrêt, le sable est introduit régulièrement pendant 30 secondes pendant que la vitesse de malaxeur est lente. Le malaxage est arrêté par la suite pour faire le raclage des parois pendant 15 secondes, afin d'homogénéiser le mortier. Enfin, un deuxième temps de malaxage (durant 90 secondes) à vitesse rapide est effectué.

Dans cette campagne expérimentale, trois (3) types d'éprouvettes ont été confectionnées (cf. Figure III.15). Des éprouvettes prismatiques de section carrée (40 x 40) mm<sup>2</sup> et d'une longueur de 160 mm ont été fabriquées dans des moules métalliques normalisés. Ces éprouvettes (40 x 40 x 160) mm<sup>3</sup> ont été consacrées pour les essais de la résistance mécanique, de la porosité accessible à l'eau, de l'absorption capillaire et de la carbonatation

en conditions accélérées et naturelles. Des éprouvettes cylindriques de diamètre 110 mm et 50 mm de hauteur ( $\text{Ø}110 \times 50$ ) mm<sup>2</sup> ont été fabriquées dans des moules en PVC, pour la mesure de la perméabilité à l'eau. D'autres éprouvettes cylindriques très minces (des disques) de diamètre 50 mm et 5 mm de hauteur ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup> ont été fabriquées à l'aide de petits moules en PVC. Ces disques ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup> ont été utilisés pour l'essai de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE).

Lors de la confection, les trois différents moules utilisés ( $40 \times 40 \times 160$ ) mm<sup>3</sup>, ( $\text{Ø}110 \times 50$ ) mm<sup>2</sup> et ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup>, ont été remplis en deux couches avec du mortier. Afin d'éliminer les bulles d'air résiduelles lors du remplissage des moules, selon la norme NF EN 196-1 [243], une vibration est appliquée à l'aide d'une table vibrante après le remplissage de chaque couche avec du mortier.

Les pâtes de ciment ont été aussi préparées selon la norme NF EN 196-1 [243]. Après l'introduction de l'eau et du ciment dans le bol de malaxeur, un malaxage pendant 90 secondes à vitesse lente est d'abord appliqué, suivi d'un arrêt de 15 sec pour raclage de la cuve du malaxeur, et à la fin un malaxage pendant 90 sec à une vitesse rapide est appliqué. Les pâtes ont été coulées dans des moules cylindriques en PVC de 50 mm de diamètre et de 5 mm de hauteur ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup>). Notons que ces disques de pâtes ont été utilisés uniquement pour l'essai de la microfissuration.



**Figure III.15.** Différentes tailles d'éprouvettes du mortier.

#### III.4.1. Cure appliquée

Toutes les éprouvettes du mortier et de pâte de ciment, utilisées dans cette étude, ont subi la même cure et le même conditionnement. Après le coulage dans les moules, les éprouvettes ont été recouvertes par un film plastique, et conservées à une température  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  dans une salle de conservation. Après 24h, les éprouvettes ont été démoulées et directement immergées dans l'eau à une température de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , pour une conservation pendant un nombre de jours bien déterminé (jusqu'au jour de l'essai provisionné) (cf. Figure III.16).



**Figure III.16.** Eprouvettes conservées dans l'eau.

Ce processus de conservation des matériaux, dans des conditions de température et d'humidité relative, permet de garantir une teneur en eau importante, conduisant ainsi à une amélioration de l'hydratation du système (ciment et addition). En effet, l'influence des conditions de conservation (de la cure) sur les propriétés hydrauliques des additions minérales, ont été déjà entrepris dans des travaux antérieurs tels que dans la référence [48].

### **III.5. Caractérisation physique et mécanique des mortiers modifiés**

- **Mesures effectuées à l'état frais**

#### **III.5.1. Essai de maniabilité**

La maniabilité est l'essai le plus couramment employé pour caractériser la consistance du mortier. Cet essai a été effectué, dans ce travail de recherche, conformément à la norme NF P15-437 [244]. Dans cet essai, la consistance est appréciée par la fluidité du mortier en fonction du temps nécessaire pour que le mortier atteigne une distribution uniforme dans une marque gravée sur la face interne du moule sous vibration. Ces classes de consistance sont définies en fonction de l'ouvrabilité mesurée: ferme, plastique, très plastique, fluide et très fluide. L'effet des différents dosages du métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique sur la maniabilité du mortier a été évalué en comparant entre la maniabilité de ces mélanges du mortier modifié (par des ajouts), et la maniabilité du mortier témoin (sans ajout).

#### **III.5.2. Air occlus**

L'essai de la teneur en air occlus (piégé dans le mortier à l'état frais) a été réalisé à l'aide d'un aéromètre selon la norme NF EN 413-2 [245]. À partir de cet essai, la quantité d'air occlus présente dans un volume connu de mortier est déterminée, pour évaluer l'influence du dosage en MK, en VC et en PB, sur la quantité d'air introduite dans les mortiers testés lors du processus de fabrication. Ce paramètre est particulièrement important car il indique la présence d'air dans la microstructure du matériau à l'état durci [177,246].

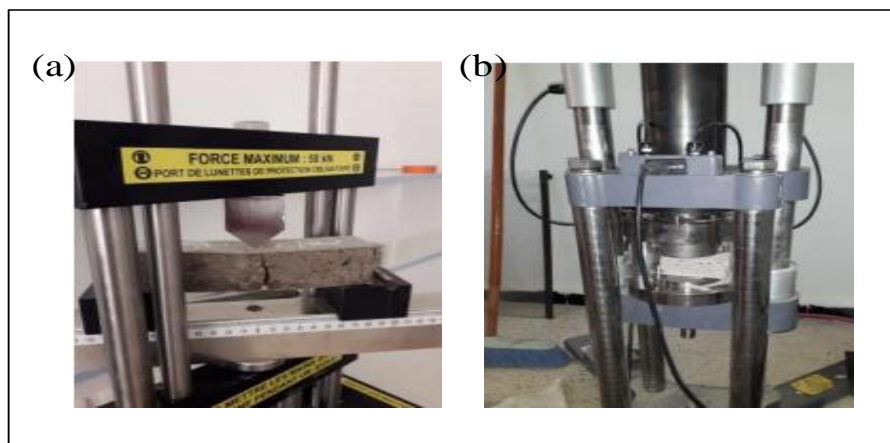
- Mesures effectuées à l'état durci

### III.5.3. Caractéristiques mécaniques des mortiers

#### III.5.3.1. Résistance à la flexion et à la compression

L'essai de la résistance à la flexion et à la compression uniaxiale a été réalisé, conformément à la norme EN 1015-11 [247], sur trois éprouvettes de mortier de dimension  $(40 \times 40 \times 160)$  mm<sup>3</sup>, à l'aide d'une presse hydraulique. Les essais ont été réalisés à 7, 28 et 90 jours pour la résistance à la flexion et à 7, 28, 56, 90, 180 et 365 jours pour la résistance à la compression. La détermination de la résistance à la flexion a été effectuée en utilisant un essai de flexion à trois points. La distance entre les points d'appui était de 90 mm et la longueur totale de l'éprouvette de mortier testée était de 160 mm. Il s'agit d'appliquer une charge verticale sur la face latérale du mortier, avec une vitesse constante jusqu'à la rupture.

La résistance à la compression a été déterminée sur les deux moitiés d'éprouvettes du mortier obtenues à partir de l'essai de flexion. Les échantillons du mortier ont été soumis à une charge de compression axiale à travers des plaques d'acier de forme carrée et de dimension  $(40 \times 40)$  mm<sup>2</sup> (cf. Figure III.17), avec une vitesse constante jusqu'à la rupture, selon la norme EN 1015-11 [247]. Les valeurs de chaque essai (résistance à la flexion et compression) sont égales à la moyenne des mesures sur trois éprouvettes.



**Figure III.17.** Dispositif de l'essai de la résistance à la flexion (a) et la résistance à la compression (b) pour les mortiers.

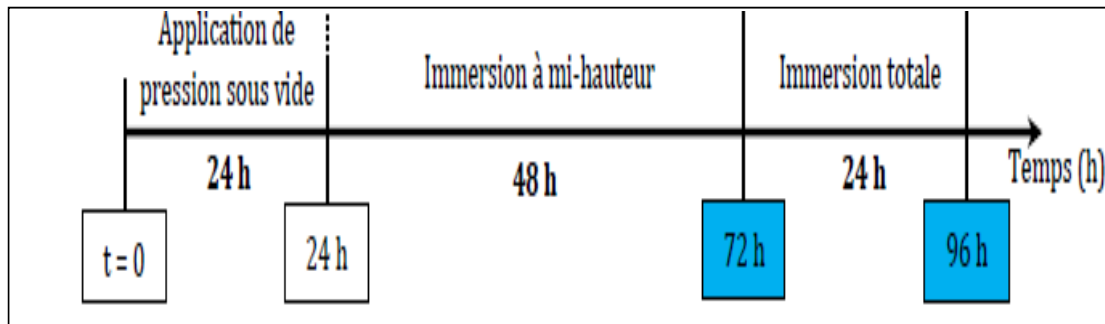
### III.6. Caractérisation des paramètres de transfert

#### III.6.1. Mesure de la porosité accessible à l'eau

La porosité accessible à l'eau a été mesurée par pesée hydrostatique, suivant le mode opératoire recommandé par L'AFPC-AFREM [248]. Cette simple mesure, praticable sur une large variété de matériaux (pâtes de ciment, mortiers ou bétons) est considérée comme un paramètre de premier ordre dans l'évaluation et la prévision de la durabilité.

Cet essai a été effectué sur des éprouvettes de mortier de dimension  $(40 \times 40 \times 160)$  mm<sup>3</sup> à l'âge de 28, 56 et 90 jours. Pour chaque formulation de mortier, trois échantillons du mortier ont été testés. Le principe de la mesure consiste à déterminer la part de vide contenu dans le mortier à

base de différents ajouts (MK, VC et PB). Ceci a été réalisé à l'aide d'une pompe à vide, un dessiccateur et de l'eau distillée. Il s'agit de la détermination par pesée de : la masse de l'échantillon saturé (après immersion dans un liquide avec lequel il a été imprégné sous vide, dont le protocole de la saturation est indiqué ci-dessous dans la Figure III.18)), la masse dans l'air libre (alors qu'il est encore imbibé de liquide) et la masse sèche du mortier.



**Figure III.18.** Principe de la mesure de la porosité accessible à l'eau.

La masse sèche est obtenue après un séchage en étuve ventilée à 105°C, jusqu'à la stabilisation de la masse, où la différence entre deux pesées successives espacées de 24 heures est inférieure à 0,05%. La porosité accessible à l'eau est calculée suivant l'équation ci-dessous (cf. Eq. III.1) :

$$\varepsilon = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sat} - M_{sat.immergé}} \cdot 100 \quad (\text{Eq. III.1})$$

Où,  $\varepsilon$  est la porosité accessible à l'eau (%),  $M_{sat}$  est la masse de l'éprouvette saturée d'eau pesée dans l'air (g),  $M_{sat.immergé}$  est la masse de l'éprouvette saturée immergée dans l'eau (pesée dans l'eau) (g) et  $M_{sec}$  est la masse de l'éprouvette sèche pesée dans l'air (g).

### III.6.2. Mesure de l'absorption capillaire (la sorptivité)

Le principe de cet essai est de quantifier la masse d'eau absorbée par les mortiers avec différents dosages en MK, VC et PB au cours du temps. Cet essai a été effectué sur des échantillons du mortier (40x40x160) mm<sup>3</sup> à l'âge de 28 et 56 jours, selon la norme NF EN 1015-18.

Le pré-conditionnement des éprouvettes consiste à sécher les échantillons à 80 ± 2°C jusqu'à la stabilisation de leur masse (variation de masse inférieure à 0,1% à la température ambiante). Afin d'éviter toute évaporation de l'eau par les surfaces latérales des pièces du mortier (les cinq faces de chaque éprouvette prismatique) ont été recouvertes avec deux couches de la résine époxy, laissant une seule face de dimension de (40 x 40) mm<sup>2</sup> sans couches de résine (non recouverte). L'essai consiste à positionner les prismes (40 x 40 x 60) cm<sup>3</sup> du mortier verticalement sur le bac rempli avec de l'eau distillée, c'est à dire de mettre l'eau en contact avec l'éprouvette du mortier que pas la face non recouverte avec de la résine qui est de 40 x 40 mm<sup>2</sup>. La profondeur d'immersion de l'éprouvette du mortier dans cet essai est égale à 5 mm.

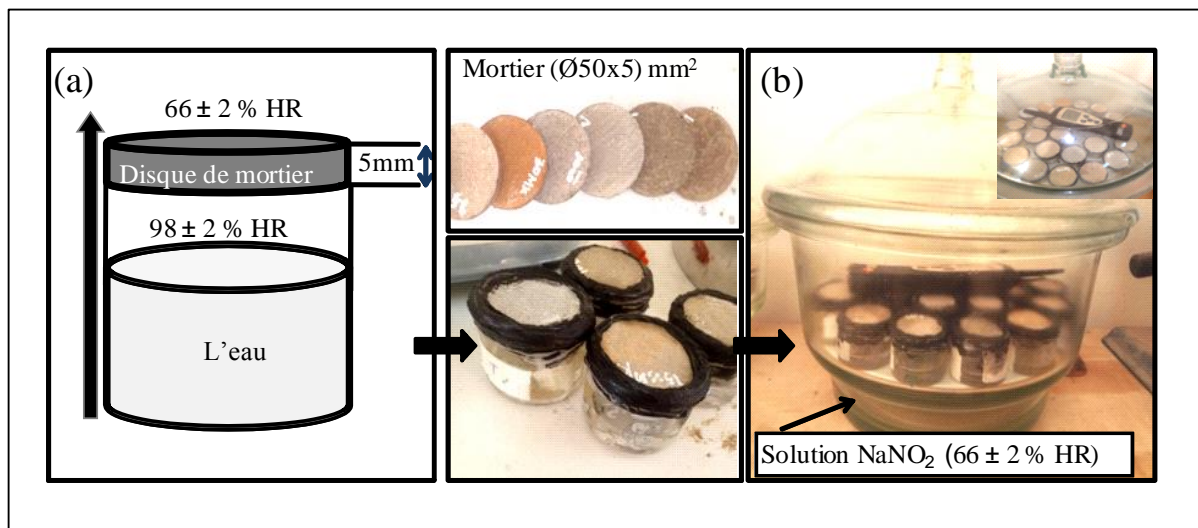
Les pesées des échantillons en contact de l'eau sont effectuées plusieurs fois jusqu'à 24h afin de quantifier l'eau immergée par le mortier. Pour chaque formulation de mortier, trois échantillons ont été testés et c'est la valeur moyenne qui a été enregistrée. L'absorption capillaire peut être évaluée la profondeur de pénétration de l'eau (la montée de l'eau par l'éprouvette en position verticale, divisée par la racine carrée du temps. Ceci peut être traduit par l'expression suivante (cf. Eq. III. 2) :

$$S_w = \frac{Q/A}{\sqrt{t}} \quad (\text{Eq. III. 2})$$

Où,  $S_w$  est le coefficient de sorptivité ( $\text{mm}/\text{min}^{0,5}$ ),  $Q$  est le volume de l'eau absorbée ( $\text{mm}^3$ ),  $A$  est la surface en contact avec l'eau ( $\text{mm}^2$ ) et  $t$  est le temps écoulé en minutes.

### III.6.3. Mesure de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau

L'essai de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) a été effectuée conformément à la méthode 'wet-cup method' recommandée par la norme ASTM E96-00 [249]. À l'âge de 56 jours, les disques de mortier de section ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$  ont été séchés dans une étuve ventilée à  $80 \pm 2^\circ\text{C}$ , jusqu'à ce que la variation de la masse entre deux pesées soit inférieure à 0,1%. Les disques sont alors placés dans des dessiccateurs distincts à une température égale à  $20 \pm 3^\circ\text{C}$  et une humidité relative d'environ  $66 \pm 2\%$  pendant plusieurs jours. L'humidité relative a été assurée à l'aide d'une solution saline saturée en Nitrite de Sodium ( $\text{NaNO}_2$ ). À l'issue de cette période de pré-conditionnement, toutes les surface incurvées des disques ont été recouvertes avec de la résine époxy, afin d'éviter toute fuite de vapeur d'eau lors de l'essai de PTVE, laissant les surfaces planes des disques sans résine (non recouvertes). Dans cet essai, la diffusion de la vapeur d'eau qui a été causée par le gradient de pression de la vapeur d'eau entre l'extérieur et l'intérieur de matériau, d'une zone de concentration plus élevée (l'eau distillé HR 100%), vers une zone de concentration plus faible (HR  $66\% \pm 2\%$ ) (cf. Figure III.19) à travers les disques de mortier (avec une épaisseur de  $5 \pm 1\text{mm}$ ), a été enregistrée et la pente de la droite correspondante à la perte de masse en fonction de temps a été utilisée pour déterminer le coefficient de la perméabilité PTVE des différents mortiers à base du MK, de la VC et de la PB. Trois échantillons de chaque formulation de mortier ont été testés et c'est la valeur moyenne des trois testes qui sera présentée plu bas dans la partie "analyse des résultats" dans ce document.



**Figure III.19.** Schéma de principe de l'essai de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau 'wet-cup method' (a) et la mise en place des échantillons (b).

Le calcul du coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) a été effectué selon les formules suivantes (cf. Eq. III. 3 à 5):

$$\text{WVT} = \frac{G}{t \cdot A} = \frac{(G/t)}{A} \quad (\text{Eq. III. 3})$$

$$P = \frac{\text{WVT}}{\Delta p} = \frac{\text{WVT}}{S(R_1 - R_2)} \quad (\text{Eq. III. 4})$$

$$\text{Perméabilité} = \text{Perméance} \times \text{Epaisseur} \quad (\text{Eq. III. 5})$$

Où, WVT est le taux de la transmission de la vapeur d'eau ( $\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ ), G est le changement de masse (g), t est le temps (h), A est la surface de l'éprouvette ( $\text{m}^2$ ), P est la perméance,  $\Delta p$  est le gradient de pression de vapeur (Pa), S est la pression de la vapeur saturante à la température de l'essai (Pa),  $R_1$  est l'humidité relative à la source exprimée en fraction et  $R_2$  est l'humidité relative au puits de vapeur exprimée en fraction.

### III.6.4. Mesure de la perméabilité à l'eau

La perméabilité à l'eau liquide est la capacité d'un matériau poreux à être traversé par un flux d'eau, sous l'effet d'un gradient de pression. Elle constitue une propriété de transfert importante contrôlant la durabilité d'un matériau cimentaire.

La perméabilité à l'eau a été mesurée au laboratoire EOLE à l'Université de Tlemcen, à l'aide d'un perméabilimètre à eau (à trois têtes) équipé avec un compresseur pour appliquer une pression de plusieurs bars sur l'eau en contact de l'échantillon du mortier, et de tubes manomètres pour la mesure des débits d'eau [14]. Un schéma de principe de ce perméabilimètre est présenté dans la Figure III.20, dont la zone de contact entre l'échantillon et l'eau sous pression est de 100 mm de diamètre (rayon intérieur du joint).



L'essai consiste à soumettre un échantillon du mortier, protégé latéralement pour assurer un écoulement unidirectionnel, à une pression constante de l'eau et de mesurer le débit volumique d'eau infiltrant l'échantillon testé.

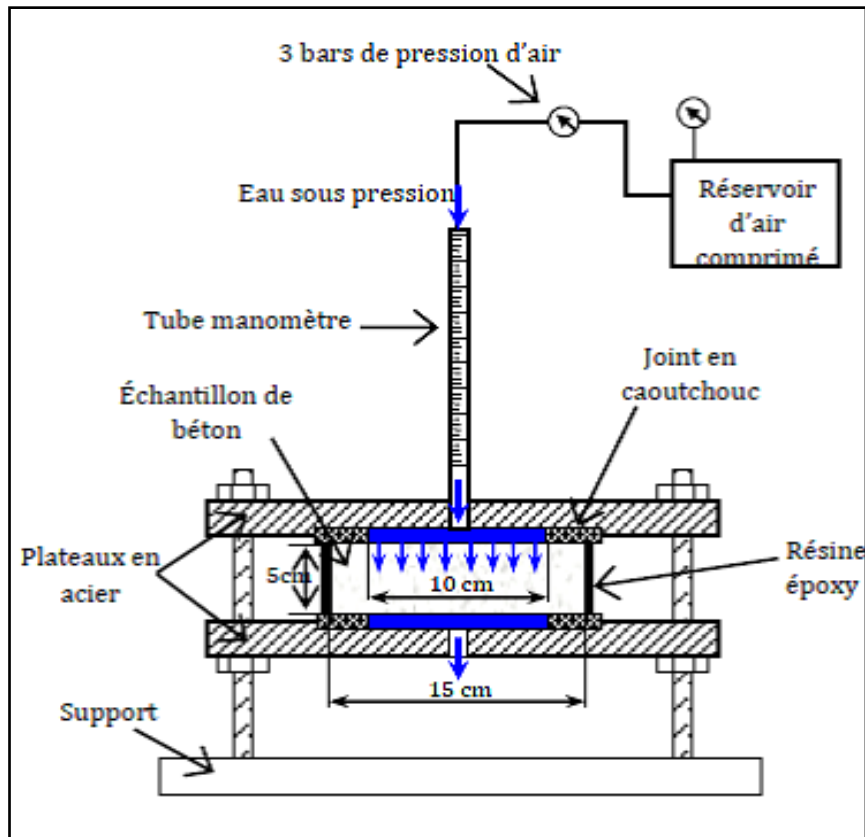
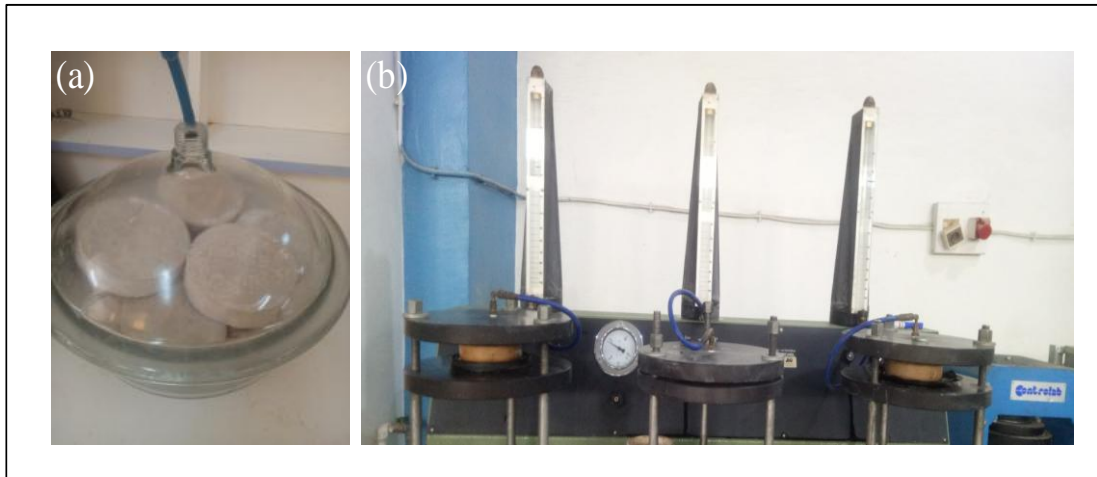


Figure III.20. Schéma de principe de perméamètre à l'eau utilisé au laboratoire EOLE [177].

Cet essai a été effectué sur des éprouvettes de mortier cylindriques de diamètre 110 mm et de hauteur 50 mm ( $\text{Ø}110 \times 50$ ) mm<sup>2</sup> à l'âge de 365 jours. Trois éprouvettes simultanément pour chaque formulation de mortier ont été testées. (cf. Figure III.21).

La préparation des échantillons consiste en général à la saturation complète en eau de l'échantillon testé avant d'entamer l'essai de la perméabilité à l'eau et la mesurer selon la loi de Darcy. Après la rectification des surfaces planes des échantillons de mortiers de tailles ( $\text{Ø}110 \times 50$ ) mm<sup>2</sup>, la saturation complète en eau du mortier est effectuée selon les recommandations de AFPC-AFREM [248] à l'aide d'une pompe à vide et un dessiccateur (cf. Figure III.21). Sans oublier que les faces latérales de tous les échantillons testés en perméabilité à l'eau ont été recouvertes avec deux couches de la résine époxy, à fin d'assurer un écoulement unidirectionnel de l'eau et éviter toute fuite d'eau qui peut se produire lors de l'essai.



**Figure III.21.** Dessiccateur utilisé pour la saturation complète des disques du mortier (avant l'essai de la perméabilité à l'eau) (a) et le perméabilimètre utilisé pour la mesure de la perméabilité à l'eau liquide (Laboratoire EOLE) (b).

Les mesures du flux de l'eau ont été prises après 24 heures d'essai sous un gradient de pression égal à 5 bars (jusqu'à ce qu'un régime stationnaire de l'eau dans le disque soit atteint (avec un écoulement laminaire)). La valeur de débit mesuré a été utilisée pour déterminer le coefficient de la perméabilité à l'eau pour les différents mortiers à base du MK, de la VC et de la PB. Pour un échantillon poreux donné, on exprime la perméabilité à l'eau  $K_L$  ( $m^2$ ) à partir des équations Eqs. III. 6 et III. 7 :

Selon la loi de Darcy :

$$Q_l = K_L \cdot A \cdot i \quad (\text{Eq. III. 6})$$

Alors ;

$$K_L = \frac{Q_l}{A \cdot i} = \frac{Q_l}{A \cdot \left(\frac{\Delta H}{\Delta h}\right)} \quad (\text{Eq. III. 7})$$

Où,  $K_L$  est le coefficient de la perméabilité à l'eau ( $m/s$ );  $Q_L$  est le débit de l'eau qui s'écoule du côté amont de l'échantillon ( $m^3/s$ );  $A$  est l'aire de l'échantillon (surface de contact de l'eau avec l'échantillon) ( $m^2$ ),  $\Delta h$  est l'épaisseur de l'échantillon du mortier (béton) et  $\Delta H$  est la charge hydraulique calculée par la différence entre la pression à l'intérieur et la pression à l'extérieur de l'échantillon du mortier (béton). En tenant compte de la viscosité dynamique de l'eau ( $\mu$ ) égale à  $10^{-3}$  Pa.s. La valeur de  $K_L$  peut être convertie en  $m^2$  ( $K_L = 1 \text{ m/s} = 10^{-7} \text{ m}^2$ ).

### III.7. Carbonatation des mortiers modifiés

#### III.7.1. Teneur en Portlandite ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) et en C-S-H

Le principe de l'essai consiste à suivre et à mesurer les différentes pertes en masse qu'un échantillon du mortier peut subir sous l'effet de hautes températures. En effet, les produits issus de l'hydratation du ciment lors du chauffage, se décomposent en libérant de l'eau, sous forme de vapeur, et du dioxyde de carbone.

Ce qui permet d'analyser et de quantifier la teneur en Portlandite du matériau et la teneur en silicates de calcium hydratés (C-S-H), moyennant quelques hypothèses de la part d'eau ayant réagi avec le ciment (eau non-évaporable), [210]. Les courbes ATG sont souvent présentées sous la forme de leur dérivée première (ATD). Cela permet de mieux distinguer les sauts et donc d'identifier clairement les pics, correspondant aux différentes transformations chimiques qui peuvent se produire au sein du matériau.

Dans le cas d'un matériau cimentaire, on attribue les pertes de masse à quatre phénomènes successifs :

- de 30°C à 105°C : évaporation de l'eau libre ou eau non liée.
- de 150°C à 350°C : déshydratation des C-S-H et des aluminates de calcium hydratés.
- de 410°C à 580°C : dehydroxylation de la Portlandite suivant la réaction suivante (Eq. III. 8) [250] :



- de 540°C à 850°C : dégagement de CO<sub>2</sub> dû à la décomposition des carbonates de calcium (CaCO<sub>3</sub>) en gaz carbonique et en chaux libre suivant la réaction indiquée ci-dessous (Eq. III. 9) [251] :



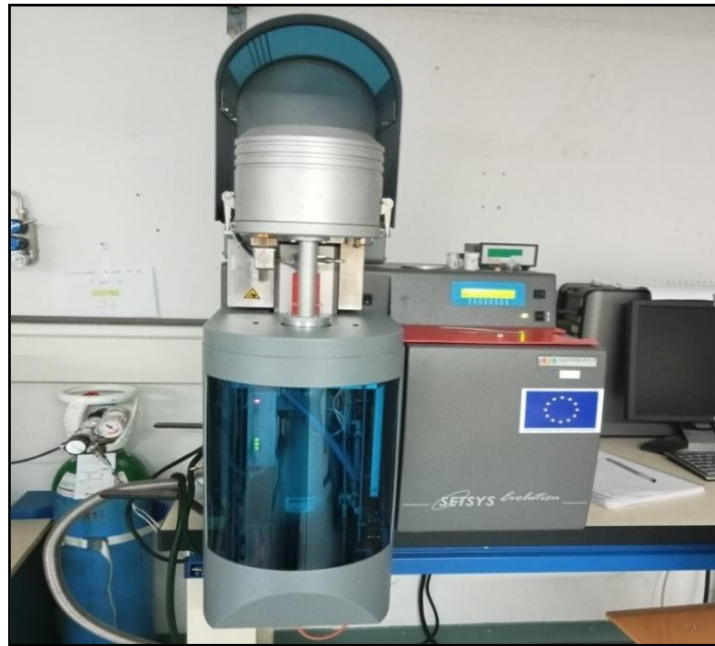
Le prétraitement de l'échantillon se déroule généralement en deux étapes :

- ✓ Un séchage de l'échantillon afin d'éliminer toute l'eau évaporable,
- ✓ Un broyage de l'échantillon afin de favoriser l'évaporation des matières, lors des réactions de décomposition dans le four d'ATG.

Dans cette étude, l'analyse ATG/ATD a été effectuée pour quantifier la teneur en Portlandite Ca(OH)<sub>2</sub> dans les différents matériaux cimentaires testés à l'âge de 393 jours. Les essais ont été effectués sur des échantillons en poudre du mortier avec une masse d'environ 85 ± 3 mg, à l'aide d'un dispositif Setaram " Set-sys Evolution<sup>®</sup> " (cf. Figure III.22). La vitesse de cette montée en température est généralement fixée à 10°C/min pour tous les tests effectués, pour atteindre une température de 1000°C et depuis la température ambiante (de 20°C). La teneur en Ca(OH)<sub>2</sub> a ensuite été calculée à partir de l'équation suivante (Eq. III. 10) [252].

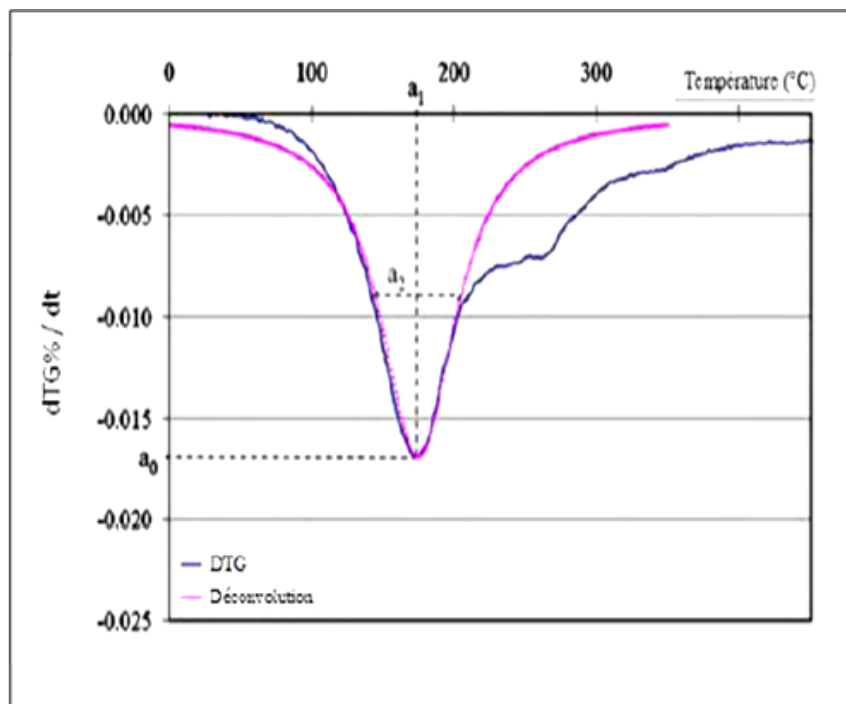
$$\text{CH}[\%] = \frac{\Delta m_{T_{p1} \rightarrow T_{p2}}}{m_p} \cdot \frac{M_{\text{CH}}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 100 \quad (\text{Eq. III. 10})$$

Où, CH [%] est la teneur en Portlandite,  $\Delta m_{T_{p1} \rightarrow T_{p2}}$  (kg) est la perte de masse de la poudre testée entre les deux températures:  $T_{p1} \approx 410^\circ\text{C}$  et  $T_{p2} \approx 580^\circ\text{C}$ ,  $m_p$  (kg) est la masse initiale de la poudre testée,  $M_{\text{CH}}$  (kg/mol) est la masse molaire de la Portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>) et  $M_{\text{H}_2\text{O}}$  (kg/mol) est la masse molaire de l'eau (H<sub>2</sub>O).



**Figure III.22.** Analyseur Thermogravimétrique (ATG) au LaSIE (Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement) à l'Université de La Rochelle.

Dans un second temps, la dé-convolution obtenue à partir des courbes ATD/ATG a été réalisée selon l'équation Eq. III. 11, et la Figure III.23 [48], afin de permettre la quantification et la détermination de l'aire correspondant aux décompositions de chaque hydrate.



**Figure III.23.** Exemple sur la méthode de dé-convolution utilisée pour la quantification approximative de la Portlandite et les C-S-H obtenus à partir d'une courbe ATD (DTG) [48].

$$\frac{dTG (\%)}{dt} = \frac{a_0}{1 + \left(\frac{T - a_1}{a_2}\right)^2} \quad (\text{Eq. III. 11})$$

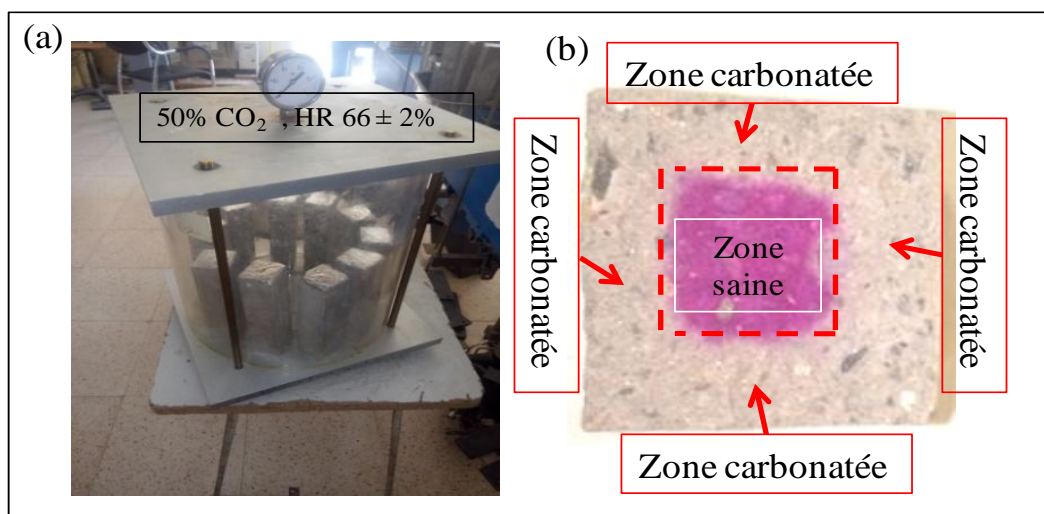
Où:  $dTG (\%)$  est la dérivée d'une courbe d'ATG,

$a_0$ ,  $a_1$  et  $a_2$  : sont respectivement, l'amplitude, le centre et la largeur ( $> 0$ ) du pic à mi-hauteur,

T : est la température.

### III.7.2. Essai de la carbonatation accélérée

Les essais de carbonatation accélérée des différents mortiers (à base des trois additions minérales utilisées (MK, VC et PB)) ont été réalisés dans cette étude, conformément au protocole AFPC-AFREM [248]. Le pré-conditionnement consiste à sécher les échantillons par étuvage à 40°C pendant deux jours. Ensuite, on les place pendant un 14 jour dans un dessiccateur où règne une humidité relative de  $66 \pm 2\%$  et une température de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  pour ramener les échantillons à température ambiante. Les échantillons sont ensuite introduits dans une enceinte de carbonatation (*cf.* Figure III.24 (a)) à une humidité relative de  $66 \pm 2\%$ , une température de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  et une concentration de  $50 \pm 2\%$  en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) à l'intérieur de l'enceinte de carbonatation. Cette concentration en  $\text{CO}_2$  a été assurée à partir d'une bouteille de  $\text{CO}_2$ , dont le débit a été réglé à partir d'un manomètre - détendeur, réglable à une pression de 1 bar. Il est important de noter aussi que l'humidité relative à l'intérieur de l'enceinte (HR égale à  $66 \pm 2\%$ ) a été contrôlée et assurée à l'aide d'une solution saline saturée en nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ). Plusieurs études ont déjà démontrés qu'une humidité relative comprise entre 50 et 70%, a présentée un développement optimal de la carbonatation [187]. En effet, la vitesse de la carbonatation dépend du taux d'humidité du matériau cimentaire, si les pores ne contiennent pas suffisamment d'eau, le  $\text{CO}_2$  demeure sous forme gazeuse et ne peut réagir avec le ciment hydraté.



**Figure III.24.** Enceinte de carbonatation accélérée (a) et mortier carbonaté de section (40x40) mm<sup>2</sup> en condition de carbonatation accélérée (b).

Des éprouvettes prismatiques du mortier (40 x 40 x 160) mm<sup>3</sup> ont été testées à l'âge de 28 jours (durée de conservation). D'autres échantillons de mortier à l'âge de 90 jours ont été testés à la carbonatation accélérée (ces résultats sont destinés à la modélisation).

Pour chaque formulation du mortier, trois éprouvettes ont été testées. Pour imposer une diffusion de CO<sub>2</sub> radiale, les faces supérieures et inférieures des éprouvettes ont été recouvertes d'aluminium adhésif. Les mesures de la profondeur de carbonatation dans les échantillons du mortier ont été effectuées après une exposition au CO<sub>2</sub> pendant 7, 14 et 28 jours. À chaque mesure, la profondeur de carbonatation a été déterminée par une pulvérisation de la solution de phénolphthaléine (1%) sur la surface testée. Cette solution révèle l'interface entre la zone saine et la zone carbonatée. Il est important de noter que le test de la phénolphthaléine ne mesure pas vraiment la profondeur de carbonatation, mais seulement le pH de l'échantillon. L'indicateur de phénolphthaléine conduit à une surestimation de la profondeur de carbonatation des mortiers. En utilisant une règle à pied à coulisse (Vernier) avec une précision de 0,01 mm, la profondeur de carbonatation rapportée est la moyenne de quatre mesures correspondantes aux quatre côtés de la section transversale ((40 x 40) mm<sup>2</sup>) de chaque échantillon du mortier carbonaté (*cf.* Figure III.24 (b)).

### III.7.2.1. Suivi de la carbonatation accélérée

#### a. Suivi de la prise de masse (gain en masse)

Le suivi massique, permet d'évaluer la variation de masse liée à la précipitation de carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>). Dans notre cas, à chaque échéance de prélèvement (à 14 et à 28 jours), l'évaluation de la prise de masse des mortiers a été obtenue par séchage. À une échéance de carbonatation donnée, les mortiers sont sortis de l'enceinte de carbonatation accélérée pour être restauré puis, séché à 80 °C selon le protocole de LCPC [253]. Au moyen de pesées périodiques, la cinétique de prise de masse liée à la fixation de CO<sub>2</sub> est évaluée. Gardons à l'esprit que la variation de masse relative à cette expérience de séchage est une combinaison de plusieurs phénomènes [68]. Le suivi massique conduit à une surestimation de la quantité de CO<sub>2</sub> fixé et de carbonate de calcium précipité dans la matrice cimentaire des mortiers.

#### b. Suivi du pH

Le pH des mortiers à l'état sain et à l'état carbonaté pour toutes les échéances (14 et 28 jours) a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre (*cf.* Figure III.25). L'échantillon utilisé pour cette mesure est une poudre de 3g (mortiers broyés) mélangé avec une eau dé-ionisée de 6g qui a un pH égal à 7 (un pH neutre). La poudre de mortier a été préparée de la même manière que pour les essais de l'ATG. Nous avons essayé, dans cette étude, de caractériser principalement la partie carbonatée dans l'éprouvette du mortier (pour l'état carbonaté). Il est important de préciser ici que ces mesures de pH ne peuvent pas correspondre à une mesure du pH de la solution interstitielle dans le mortier [254], il s'agit d'une mesure du pH d'une solution issue de la solubilisation à court terme de la poudre de mortier. Ces deux mesures sont assurément liées mais ne peuvent être identiques [72].



Figure III. 25. Mesure du pH d'une poudre du mortier.

### III.7.3. Carbonatation naturelle

La teneur en  $\text{CO}_2$  de l'air ambiant (dans l'atmosphère) est comprise entre 0,03% et 1% [14]. C'est dans ces conditions que se produit la carbonatation naturelle. Dans le cas de ce protocole de carbonatation, une série d'éprouvettes prismatiques ((40 x 40 x 160)  $\text{mm}^3$ ) à l'âge de 28 jours a été soumise au même pré-conditionnement appliqué sur le mortier pour l'essai de la carbonatation accélérée (cf. la partie III.6.6). Une autre série d'échantillons du mortier à l'âge de 90 jours a été aussi testée à la carbonatation naturelle (ces résultats seront par la suite consacrés pour une modélisation de la carbonatation naturelle). A l'issue de ce pré-conditionnement, les mortiers ont été conservés à l'air libre dans une pièce dont l'humidité relative (HR) variait entre 50 et 76% et la température et la concentration en  $\text{CO}_2$  était celle de l'ambiance de la pièce. Les échantillons de mortiers ont donc été conservés en conditions naturelles, mais à l'abri des intempéries (cf. Figure III.26).



Figure III.26. Eprouvettes du mortier exposées à une carbonatation naturelle.

Pour cette ambiance naturelle de conservation, les mesures de la profondeur de carbonatation ont été effectuées après une exposition à l'air ambiant pendant 90 jours (3 mois), 180 jours (6 mois) et 365 jours (12 mois). C'est toujours à l'aide d'une pulvérisation avec de la phénolphaléine que la profondeur des zones carbonatées (naturellement) sont déterminées.

### III.7.3.1. Suivi de la carbonatation naturelle

#### a. Analyse thermogravimétrique (ATG)

Nous accorderons une attention particulière, dans ce travail de recherche, à l'effet de la concentration en Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans les matériaux testés (à base de différents ajouts minéraux) sur la cinétiques de la carbonatation des matériaux cimentaire, car la teneur en Portlandite est un des indicateur général de durabilité. Alors, des analyses de thermogravimétrie ont été réalisées afin de pouvoir quantifier la consommation de la Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) ainsi que la précipitation des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) induites par le phénomène de carbonatation (à l'âge de 393 jours: 28 jours de durcissement + 365 jours de carbonatation naturelle). La teneur en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et  $\text{CaCO}_3$  ont été calculée à partir des l'équations Eq. III. 10 (cf. la partie III.5.6) et Eq. III. 12, respectivement [252,255] :

$$\text{CaCO}_3 [\%] = \frac{\Delta m_{T_{c1} \rightarrow T_{c2}}}{m_p} \cdot \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CO}_2}} \cdot 100 \quad (\text{Eq. III. 12})$$

Où:  $\text{CaCO}_3$  [%] est la teneur en carbonates de calcium,  $\Delta m_{T_{c1} \rightarrow T_{c2}}$  (kg) est la perte de masse de la poudre testée entre les deux températures:  $T_{p1} \approx 540^\circ\text{C}$  and  $T_{p2} \approx 850^\circ\text{C}$ ,  $m_p$  (kg) est la masse initiale de la poudre,  $M_{\text{CaCO}_3}$  (kg/mol) est la masse molaire de la carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) et  $M_{\text{CO}_2}$  (kg/mol) est la masse molaire de  $\text{CO}_2$ .

### III.8. Impact de la carbonatation

La carbonatation est un processus naturel qui se produit lorsque le dioxyde de carbone se dissout dans la solution interstitielle du matériau cimentaire (milieu poreux plus ou moins saturé en eau), ce qui entraîne généralement une chute du pH de la solution interstitielle [36].

Il s'en suit, une réaction acide-base avec les composés basiques tels que la Portlandite et les C-S-H, menant à des modifications minéralogiques et microstructurales (les principaux hydrates se dissolvent et des carbonates de calcium précipitent) [68]. Ces réactions chimiques sont à l'origine de la modification des propriétés de la zone carbonatée, ce qui peut avoir un impact direct sur la durabilité de la structure vis-à-vis de son environnement.

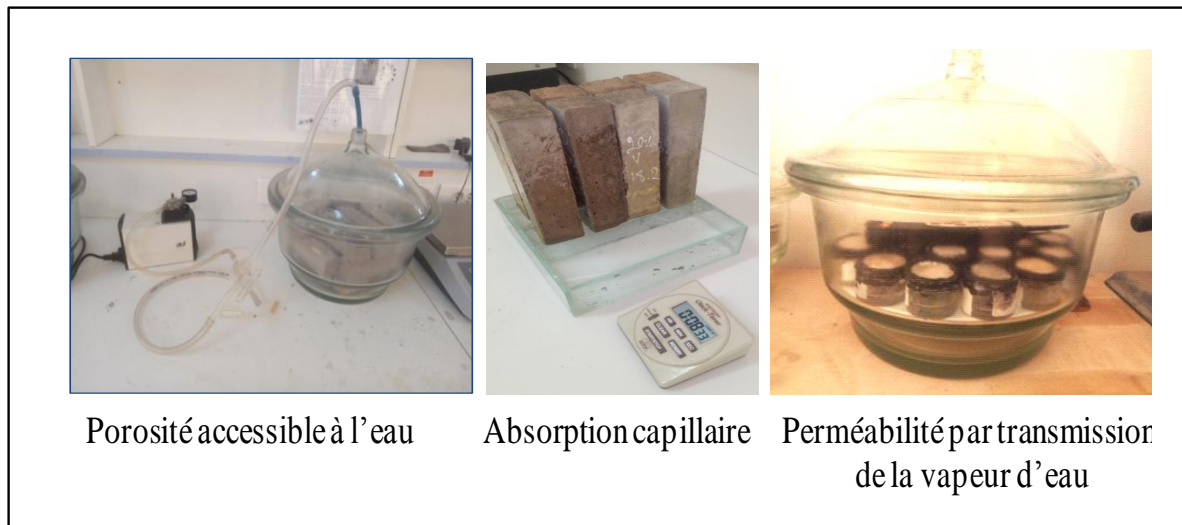
Pour cette raison, dans cette étude, l'influence de la carbonatation sur les propriétés de transfert des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB a été étudié (cf. Figure III.27).

L'impact de la carbonatation a été évalué et estimé après 28 jours de carbonatation accélérée (28 jours de durcissement + 28 jours de carbonatation accélérée) par rapport à :

- ✓ La porosité accessible à l'eau (tests effectués sur des éprouvettes de mortier 40 x 40 x 160 mm<sup>3</sup>),
- ✓ L'absorption capillaire (tests effectués sur des éprouvettes de mortier 40 x 40 x 160 mm<sup>3</sup>),



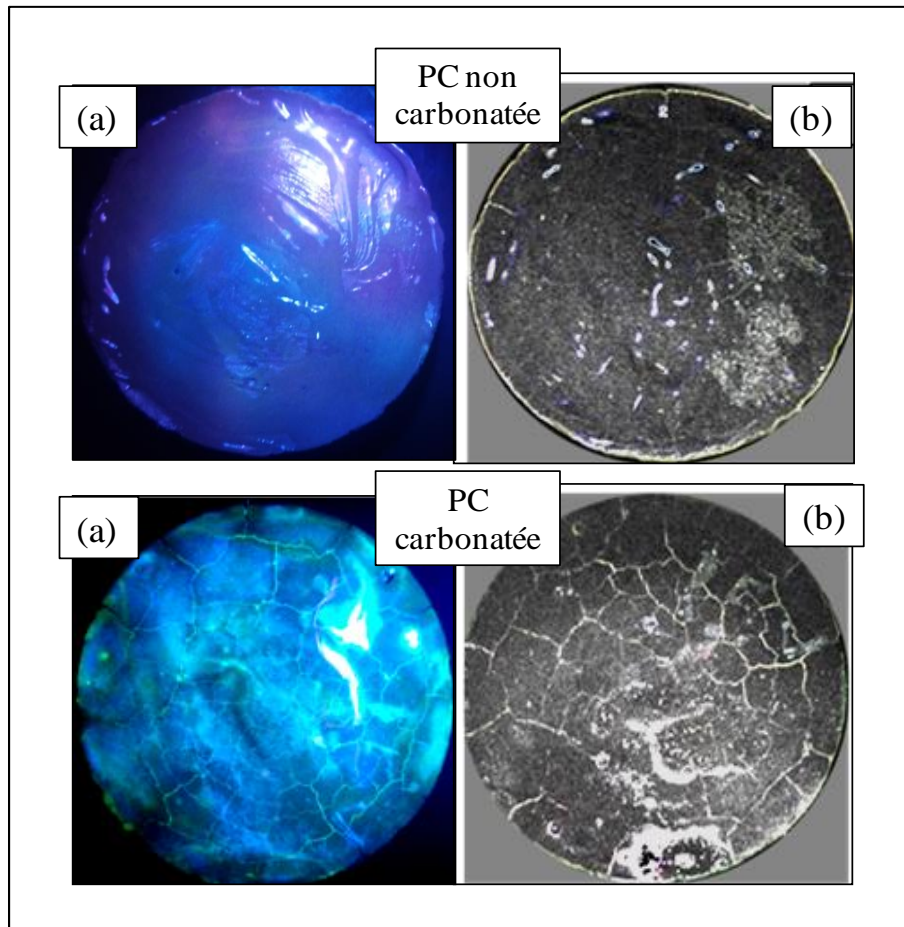
- ✓ La perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) (tests effectués sur des éprouvettes du mortier ( $\text{Ø}50 \times 5$  mm<sup>2</sup>).



**Figure III. 27.** Propriétés de transfert : la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire et la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau.

### III.8.1. Microfissuration

La présence de microfissures dans la matrice cimentaire a un effet dominant sur la durabilité matériau, notamment sur ses propriétés de transfert. Les fissures qui ne peuvent pas apparaître clairement à l'œil nu, du fait de leur faible ouverture, peuvent causer une augmentation significative de la perméabilité [256,257]. Cet essai a été effectué sur des disques de pâte de ciment avec un diamètre de 50 mm et une hauteur de 5 mm ( $\text{Ø}50 \times 5$  mm<sup>2</sup>, préalablement séchées et avec différents dosages en MK, VC et PB. Dans ce cadre, l'aspect de fissuration a été évalué par imprégnation des pâtes carbonatées (âge de 28 jours + une durée de carbonatation accélérée de 28 jours) et non-carbonatées (âge de 56 jours) avec une résine d'enrobage (EpoFix) pendant 30 jours, à laquelle il a été ajouté un colorant fluorescent, afin de bien observer les fissures remplies de la résine coloré. L'examen de la surface planes des disques de pâtes ( $\text{Ø}50 \times 5$  mm<sup>2</sup>, sous une lampe ultra-violette (UV), a permis alors d'identifier la présence éventuelle des fissures. Les images ont été prises, puis traitées à l'aide d'un logiciel de traitement d'images (GIMP 2.10.22) (cf. Figure III.28). Quelle que soit la formulation des pâtes, les fissures développées à la surface des échantillons cylindriques, carbonatés et non carbonatés, sont évaluées selon ce même protocole. Les valeurs résultantes peuvent ainsi être comparées d'une formulation à l'autre de manière cohérente.



**Figure III.28.** Imprégnation de la pâte de ciment (PC) ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$  avant et après un essai de carbonatation accélérée et observation sous lampe UV (a) et après traitement d'images (b).

### III.9. Plan expérimental

Pour chacun des seize (16) mortiers étudiés : mortier témoin (MC), mortiers à base du métakaolin (MK10, MK15, MK20, MK25 et MK30), mortiers à base de la vase calcinée (VC10, VC15, VC20, VC25 et VC30) et mortiers à base de la poudre de brique (PB10, PB15, PB20, PB25 et PB30), plus 90 éprouvettes de dimensions (40 x 40 x 160)  $\text{mm}^3$ , 12 éprouvettes de dimensions ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$  et 6 éprouvettes de dimensions ( $\text{Ø}110 \times 50$ )  $\text{mm}^2$  ont été confectionnées.

Pour chacun des seize (16) pâtes étudiées : pâte témoin (PC), pâtes à base du métakaolin (PMK10, PMK15, PMK20, PMK25 et PMK30), pâtes à base de la vase calcinée (PVC10, PVC15, PVC20, PVC25 et PVC30) et pâtes à base de la poudre de brique (PPB10, PPB15, PPB20, PPB25 et PPB30), plus 6 éprouvettes de dimensions ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$  ont été confectionnées. Toutes les propriétés étudiées ainsi les méthodes expérimentales utilisées dans ce travail sont résumées dans le Tableau III.8. Les valeurs de chaque essai sont égales à la moyenne des mesures sur trois échantillons.

**Tableau III.8.** Tableau récapitulatif des essais effectués.

Essais	Matériau	Age (jours)	Eprouvette	Total des éprouvettes	Paragraphe
Maniabilité	mortier	0	/	/	III.5.1
Air occlus	mortier	0	/	/	III.5.2
Résistance à la flexion	mortier	7, 28, 90	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	144	III.5.3
Résistance à la compression	mortier	7, 28, 56, 90, 180, 365	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	288	III.5.3
Porosité accessible à l'eau	mortier	28, 56, 90	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	144	III.6.1
Absorption capillaire	mortier	28, 56	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	96	III.6.2
Perméabilité par transmission de la vapeur d'eau	mortier	56	(Ø50 x 5) mm <sup>2</sup>	96	III.6.3
Perméabilité à l'eau	mortier	365	(Ø110 x 50) mm <sup>2</sup>	96	III.6.4
Teneur en Ca(OH) <sub>2</sub> et C-S-H (ATG)	poudre de mortier	393	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	12	III.6.5
Carbonatation accélérée	mortier	28, 90	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	288	III.6.6
Carbonatation naturelle	mortier	28, 90	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	288	III.6.7
<b>Impact de la carbonatation accélérée de 28 jours</b>					
Porosité accessible à l'eau	mortier	28	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	48	III.7
Absorption capillaire	mortier	28	(40x40x160) mm <sup>3</sup>	48	III.7
Perméabilité par transmission de la vapeur d'eau	mortier	28	(Ø50 x 5) mm <sup>2</sup>	96	III.7
Microfissuration	pâte	28	(Ø50 x 5) mm <sup>2</sup>	96	III.7.1

# Chapitre IV.

## Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés non-carbonatés

---

### Sommaire

IV.1. Introduction .....	141
IV.2. Comportement physique des mortiers modifiés à l'état frais.....	142
IV.2.1. Maniabilité .....	142
IV.2.2. Air occlus .....	144
IV.3. Comportement mécanique des mortiers modifiés à l'état durci .....	145
IV.3.1. Résistance à la flexion et à la compression.....	145
IV.4. Détermination des paramètres du transfert des mortiers modifiés.....	149
IV.4.1. Porosité accessible à l'eau.....	149
IV.4.2. Absorption capillaire (la sorptivité) .....	153
IV.4.3. Perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) .....	155
IV.4.4. Perméabilité à l'eau.....	157
IV.5. Conclusion .....	158

# **Chapitre IV.**

## **Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés non-carbonatés**

---

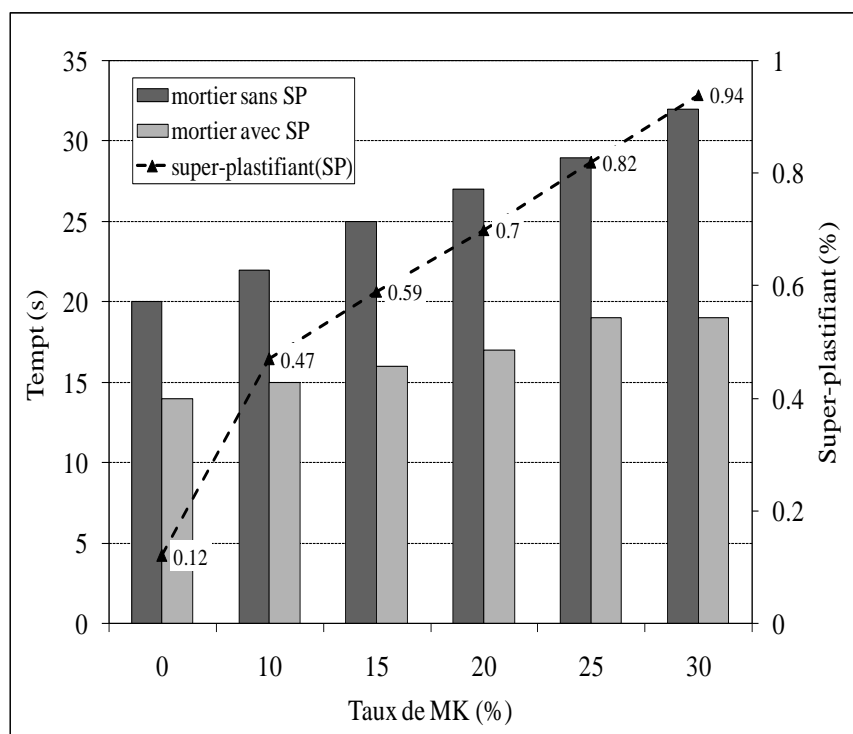
### **IV.1. Introduction**

Il s'agit dans ce chapitre (IV) de présenter et d'analyser les différents résultats relatifs à la campagne expérimentale menée sur les seize (16) formulations de mortier non-carbonatés modifiées avec les trois additions minérales (le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) et la poudre de brique (PB)). Cette partie est consacrée aux résultats des propriétés des mortiers à l'état frais et à l'état durci : résultats relatifs à l'effet du MK, de la VC et de la PB sur les comportements physiques et mécaniques ainsi que certains paramètres de transfert contrôlant la durabilité du matériau, telles que la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire (la sorptivité), la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) et la perméabilité à l'eau.

## IV.2. Comportement physique des mortiers modifiés à l'état frais

### IV.2.1. Maniabilité

Les résultats de la maniabilité des mortiers à base du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB) sont présentés respectivement dans les Figures IV.1, IV.2 et IV.3. À partir de ces résultats, il est bien clair que le temps de la maniabilité des mortiers diminue avec l'augmentation de la teneur du mortier en MK, VC et en PB. Ce qui correspond à une demande en eau croissante des ajouts, ce qui conduit à une réduction de la fluidité du mortier. Les résultats montrent que dans le cas des mortiers à base du MK, le temps de la maniabilité a augmenté de 9, 20, 26, 31 et 37% par rapport à celui du mortier témoin, respectivement pour les mortiers avec un dosage de 10, 15, 20, 25 et 30% en MK. La maniabilité du mortier est principalement influencée par la taille et la morphologie des particules du MK, de la VC et de la PB qui sont différentes de celle du ciment [97]. Plus précisément, lorsque les tailles des particules diminuent, le temps de maniabilité du mortier augmente. Cela peut expliquer les résultats obtenus dans le cas des mortiers à base du MK (qui est avec une finesse plus grande que celles des autres ajouts), où le temps de la maniabilité est plus important par rapport aux autres temps mesurés dans le cas des mortiers à base de la VC et de la PB.



**Figure IV.1.** Maniabilité des mortiers avec différents dosages en MK.

Il est important de noter aussi que le dosage en superplastifiant utilisé augmente avec la quantité des additions minérales ajoutées aux mortiers. Ceci est dû probablement à leur grande finesse (supérieure à celle du ciment), qui nécessite un excès d'eau. En outre, malgré que l'adjuvant (superplastifiant) est toujours ajouté avec des quantités plus importantes aux

mortiers contenant des dosages élevés en ajout minéral, les valeurs de maniabilité enregistrées, dans le cas de ces mortiers, sont toujours élevées. Ce qui nous laisse penser que cette augmentation dans le temps de maniabilité aurait pu être beaucoup plus remarquable, si la quantité de l'adjuvant utilisé était constante pour toute la série des cinq mortiers testés (correspondant aux cinq différents dosages en ajout minéral).

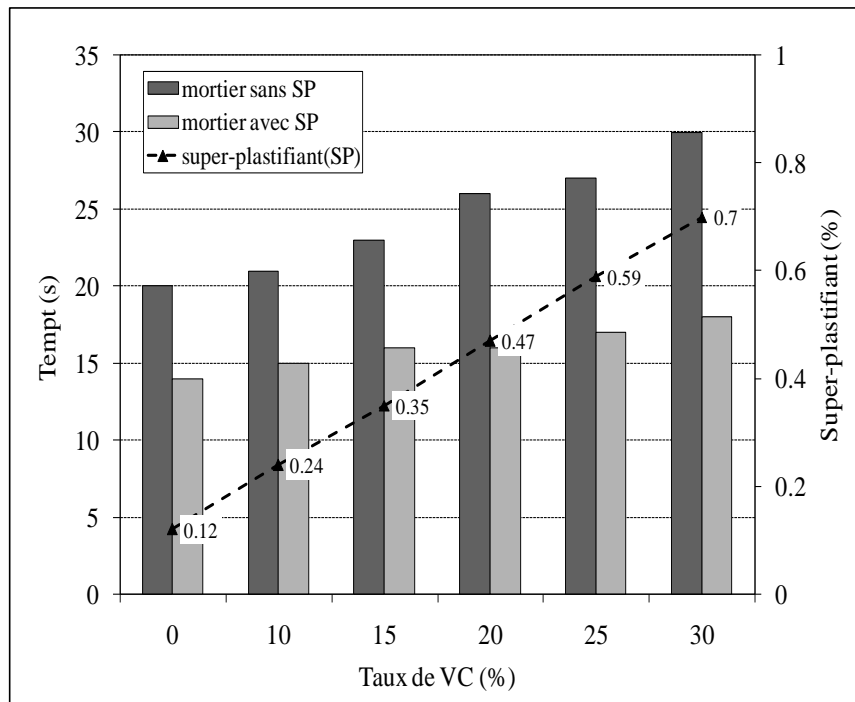


Figure IV.2. Maniabilité des mortiers avec différents dosages en VC.

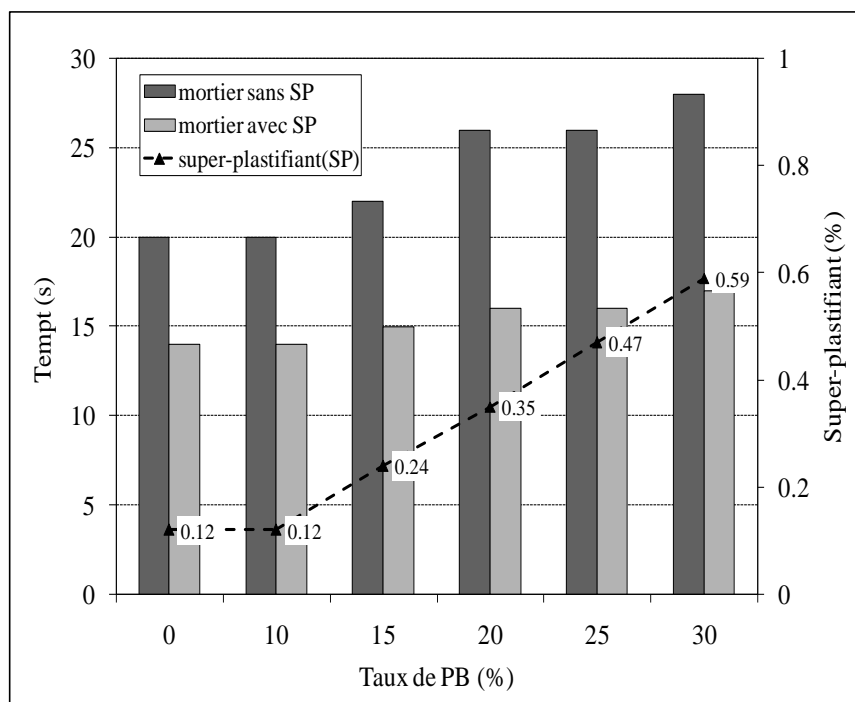
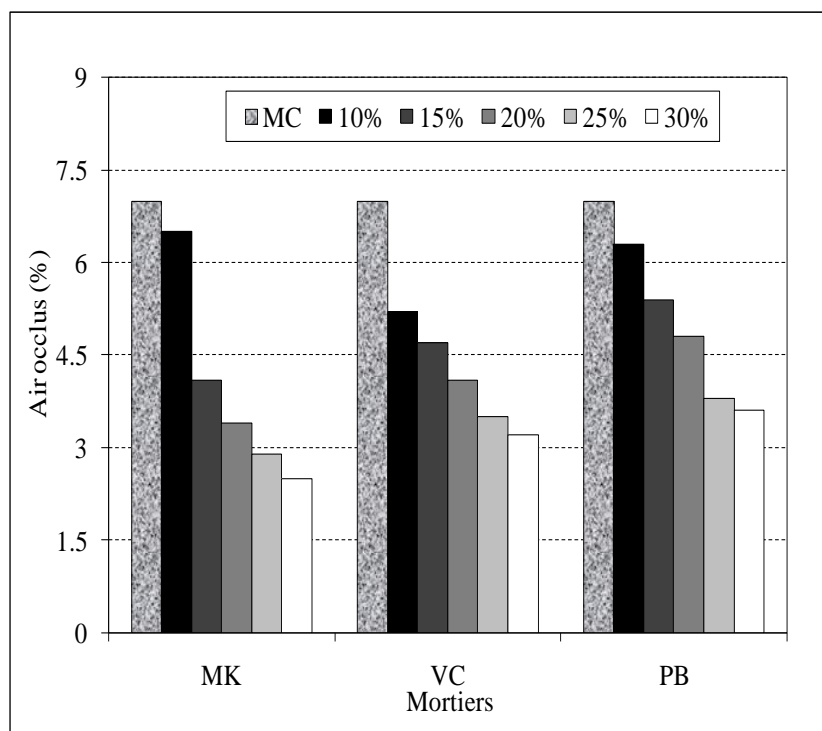


Figure IV.3. Maniabilité des mortiers avec différents dosages en PB.

### IV.2.2. Air occlus

La Figure IV.4 correspond à la valeur moyenne de trois mesures obtenues par trois essais de l'air occlus effectués sur chaque mélange du mortier.

Les résultats montrent que les valeurs de l'air occlus se situent dans les limites ( $< 8\%$ ) de la norme suivie (NF EN 413-2). De plus, la Figure IV.4 montre que l'air occlus des différents mortiers testés diminue lorsque le dosage en MK, en VC ou en PB augmente. Le pourcentage de l'air piégé dans le mortier à l'état frais atteint sa valeur minimale de 2.5% dans le cas d'un mortier à base de 30% du métakaolin (MK). Les résultats obtenus indiquent aussi que tous les mortiers modifiés ont une teneur en air occlus inférieure à celle du mortier témoin (MC). Cela signifie que les mortiers à base de différents ajouts peuvent avoir finalement une porosité ouverte plus faible que celle du mortier de contrôle (MC). En effet, les particules fines des additions minérales remplissent les vides disponibles dans le mortier (entre les particules) et réduisent ainsi l'air emprisonné dans ces vides. En outre, il est très connu que l'utilisation d'un superplastifiant permettra à un échappement plus important de l'air piégé dans le mortier (ou béton) à l'état frais. Ce qui nous laisse penser que cette évolution de l'air occlus dans les mortiers testés est également influencée par la quantité de l'adjuvant utilisé dans les mortiers à base de différents dosages en MK, en VC ou en PB.



**Figure IV.4.** Air occlus des différents mortiers testés avec différents dosages en MK, VC et PB.



### IV.3. Comportement mécanique des mortiers modifiés à l'état durci

#### IV.3.1. Résistance à la flexion et à la compression

Pour chaque mélange du mortier, les résultats donnés de la résistance mécanique (flexion et compression) sont les valeurs moyennes arithmétiques de trois mesures obtenues à partir de trois essais effectués sur trois éprouvettes du mortier ( $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ ). Les résistances à la flexion des mortiers à base du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB) sont présentées respectivement dans les Figures IV.5, IV.6 et IV.7.

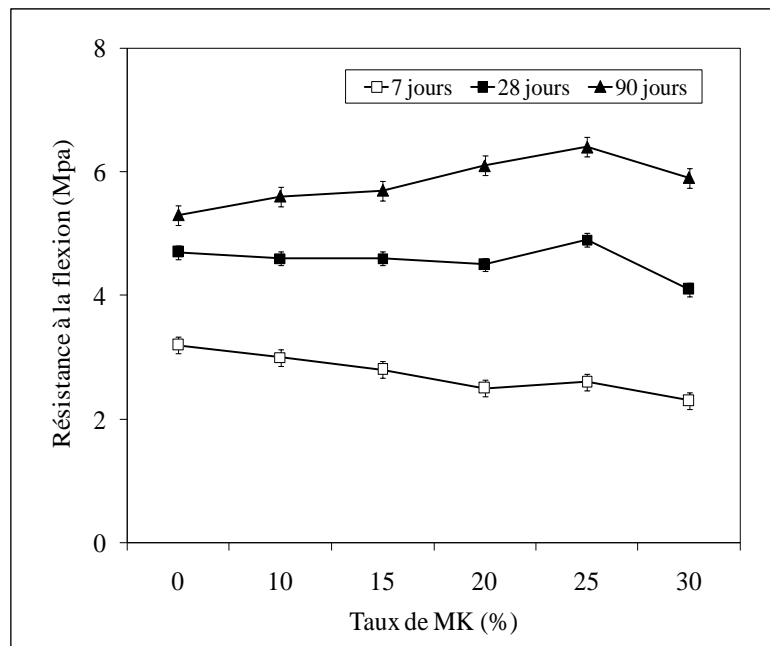


Figure IV.5. Résistance à la flexion des mortiers à base du métakaolin (MK).

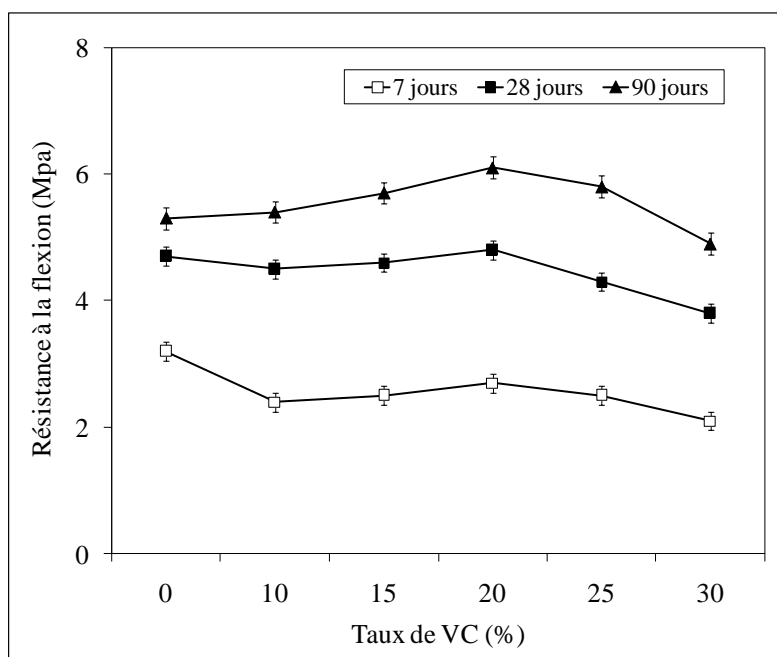
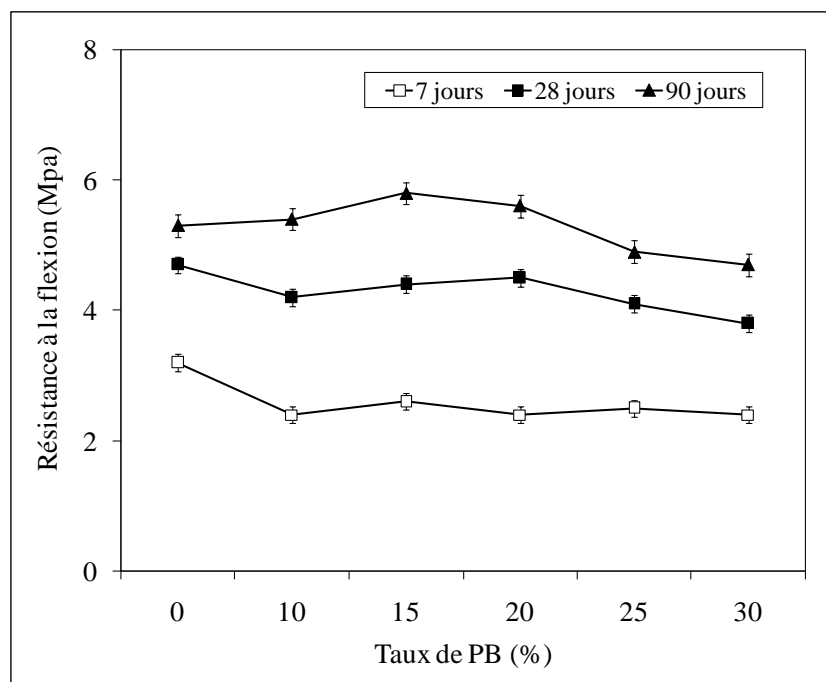


Figure IV.6. Résistance à la flexion des mortiers à base de la vase calcinée (VC).

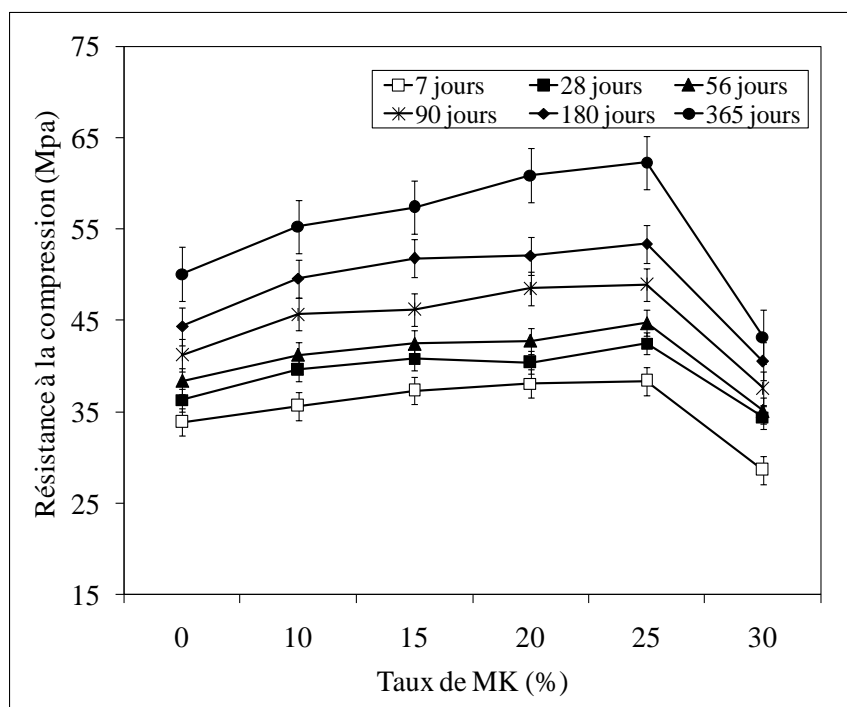


**Figure IV.7.** Résistance à la flexion des mortiers à base de la poudre de brique (PB).

Les résultats montrent que la résistance à la flexion et à la compression de tous les mortiers testés augmente régulièrement avec l'âge du mortier. Au jeune âge (à 7 jours), les résistances à la flexion de tous les mortiers sont inférieures à celle du mortier témoin. Ceci est plus remarqué dans le cas des mortiers à base de la VC et de la PB. Par ailleurs, au-delà de 28 jours, l'évolution de la résistance à la flexion des mortiers à base des ajouts (MK, VC et PB) est plus importante que celle obtenue dans le cas du mortier témoin. Les réactions pouzzolaniques des additions minérales sont améliorées avec le temps, notamment à l'âge de 90 jours, ce qui développe la microstructure du mortier, et par conséquent, une résistance à la flexion plus élevée à long terme.

Les résultats de la résistance à la compression des mortiers à base du MK, VC et PB sont présentés respectivement dans les Figures IV.8, IV.9 et IV.10. Il est clairement remarquable, à partir de ces figures, que l'amélioration de la résistance a commencée au jeune âge (7 jours). Siddique et Klaus [91] ont confirmé que le remplacement du ciment par le MK entraîne une accélération de l'hydratation du ciment. Quel que soit l'âge du mortier. Les mortiers à base du métakaolin présentent les résistances à la compression les plus élevées, notamment à long terme. Ce qui peut être attribué à la forte réactivité pouzzolanique du MK (environ 1,17), conduisant ainsi à la formation d'une quantité supplémentaire de C-S-H, en comparaison avec les mortiers à base de la VC et de la PB. Les augmentations de la résistance à la compression à 28 jours par rapport à celle du mortier témoin sont d'environ 9, 11, 12 et 17%, respectivement pour les mortiers avec 10, 15, 20 et 25% du MK. Le développement des nouveaux produits supplémentaires (dissolution/précipitation) telle que le gel des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et le gel des aluminates de calcium hydratés (C-A-H), en raison de la réaction pouzzolanique, conduisent à une matrice cimentaire plus dense et favorisent le développement de la résistance mécanique. Tandis qu'une diminution de la résistance à la

compression est observée pour le mortier avec un dosage de 30% du MK, d'environ -6% par rapport au mortier témoin (sans ajout). De plus, le mortier MK30 présente toujours les résistances à la compression les plus faibles quel que soit l'âge du mortier (inférieures à celles du mortier témoin). Le mortier avec un dosage de 25% du métakaolin (MK25) permet d'avoir les meilleures résistances à la compression aux différents âges (7; 28; 56; 90, 180 et 365 jours) (cf. Figure IV.8).



**Figure IV.8.** Résistance à la compression des mortiers à base du métakaolin (MK).

D'autre part, dans le cas de la substitution du ciment par la vase calcinée (VC), un meilleur gain de la résistance à la compression a été observé dans le cas du mortier à base de 20% de la VC pour les différents âges (cf. Figure IV.9). À 28 jours, l'amélioration de la résistance est d'environ 10% par rapport au mortier témoin (MC). Au-delà de ce dosage (20% VC), la résistance des mortiers avec 25 et 30% de la VC diminue à des valeurs inférieures à celle obtenue pour le mortier témoin. Par contre, pour les mortiers à base de la poudre de brique (PB), un dosage de 15% de la PB (PB15) permet d'avoir les meilleures résistances à la compression quel que soit l'âge du mortier (7; 28, 56, 90, 180 et 365 jours) (cf. Figure IV.10). À un dosage dépassant 15% de la PB, la résistance à la compression du matériau diminue, ce qui est conforme aux résultats indiqués dans la littérature [258].

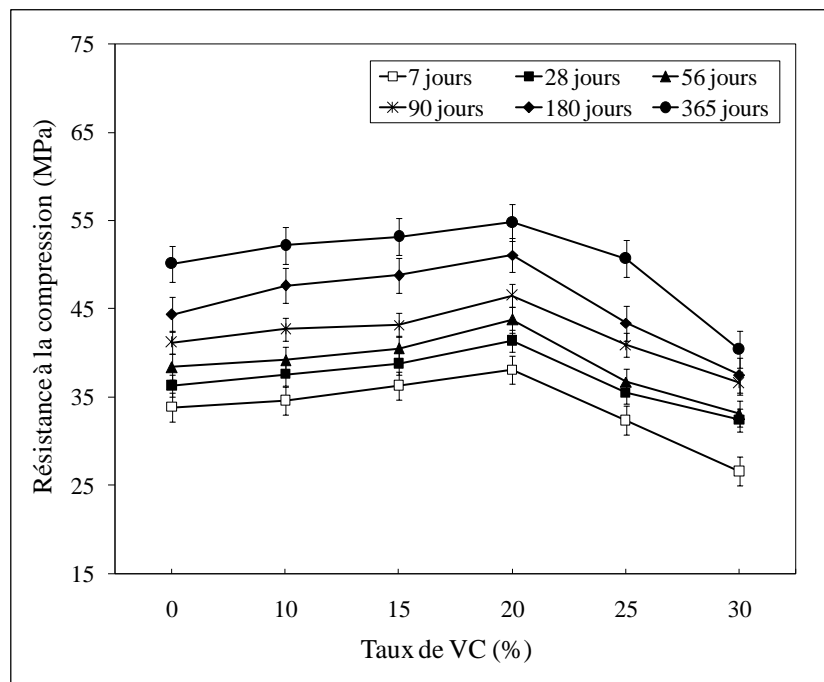


Figure IV.9. Résistance à la compression des mortiers à base de la vase calcinée (VC).

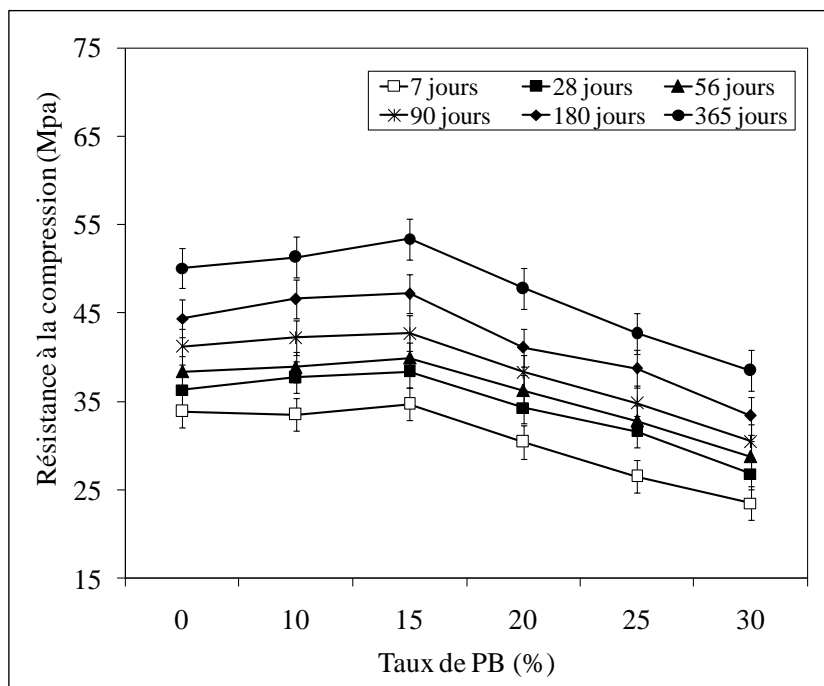


Figure IV.10. Résistance à la compression des mortiers à base de la poudre de brique (PB).

En résumé, une teneur optimale en MK (25%), en VC (20%) ou en PB (15%) améliore la résistance mécanique (à la flexion et à la compression) du mortier. L'amélioration est attribuée à l'effet de remplissage, l'accélération de l'hydratation et les réactions pouzzolaniques des ajouts (MK, VC et PB) avec la Portlandite (CH) présente dans la matrice cimentaire, entraînant une production accrue de C-S-H. Cependant, la substitution partielle du

ciment par des quantités élevées en ajout (supérieur à 25% pour le MK), supérieur à 20% pour la VC) ou supérieur à 15% pour la PB), peut diminuer la densité du mortier et minimiser les liaisons C-S-H produites entre le liant et les particules des agrégats utilisés et par conséquent, une diminution de la résistance mécanique du mortier à court et même à long terme, ce qui est conforme aux résultats indiqués dans la littérature [259,260]. L'effet de dilution résulte d'une production plus faible de la Portlandite dans les mortiers à faible teneur en clinker [261], du à la substitution partielle du ciment par les ajouts, où la Portlandite est nécessaire pour les réactions pouzzolaniques des ajouts (MK, VC et PB).

La Figure IV.11 montre des analyses d'ATD (ATG) qui ont été réalisées sur les mortiers MK25, VC20 et PB15 (correspondant aux taux optimaux du MK, de la VC et de la PB), où ces résultats d'analyses ATG sont comparées à celle de mortier témoin (MC). Les résultats confirment que la teneur en Portlandite pour les mortiers à base des ajouts (MK, VC ou PB) est inférieure à celle du mortier témoin (MC), en raison de la réaction pouzzolanique. Par l'utilisation d'Eq. III.10 (cf. chapitre III), la teneur en Portlandite (CH [%]) pour les mortiers MC, MK25, VC20 et PB15 est respectivement égale à 3,63%, 0,63%, 0,82% et 2,04% (correspondant à des pics entre 410 et 580 °C). Ces résultats sont conformes aux teneurs en C-S-H (correspondant à des pics entre 150 et 350 °C [50]) ainsi qu'à la résistance mécanique des mortiers.

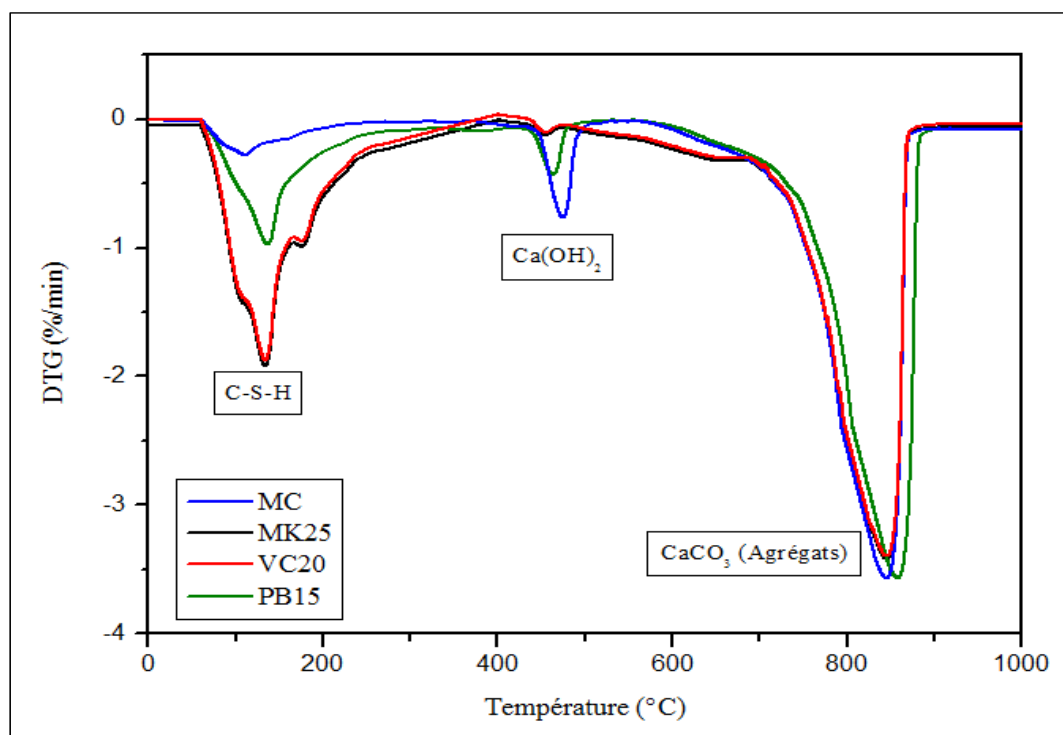


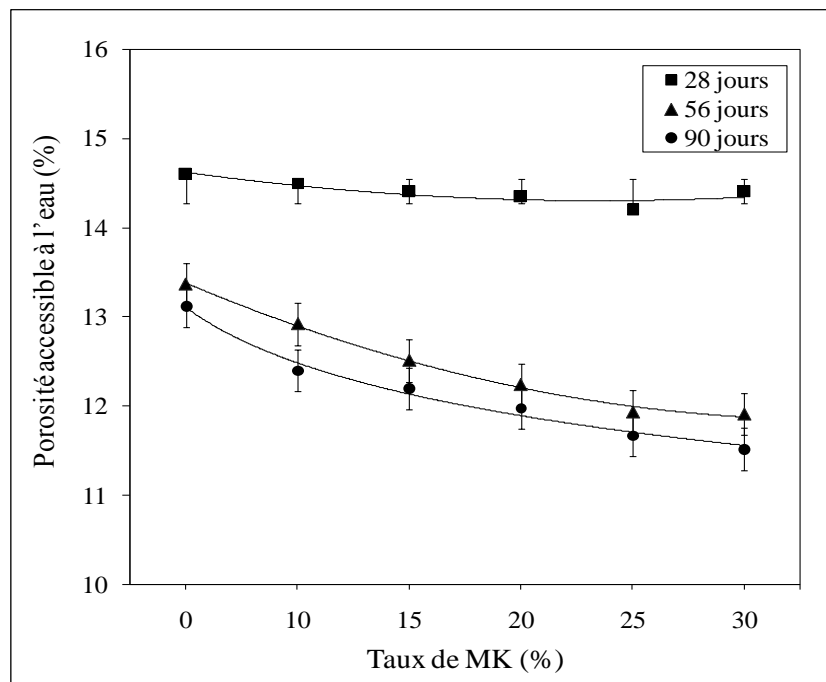
Figure IV.11. Analyses ATD relatives aux mortiers MC, MK25, VC20 et PB15.

## IV.4. Détermination des paramètres du transfert des mortiers modifiés

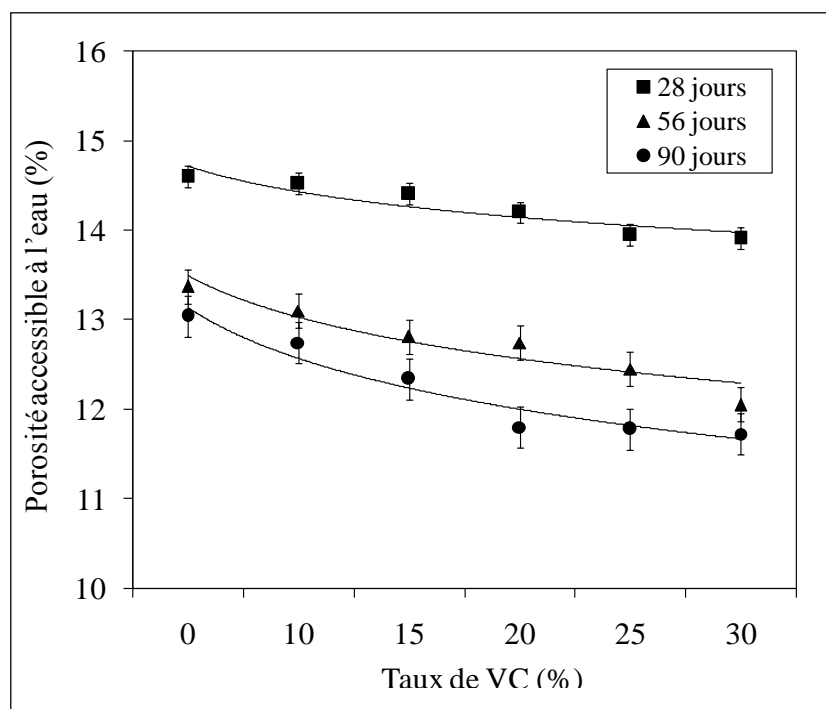
### IV.4.1. Porosité accessible à l'eau

Les résultats de la porosité ouverte (accessible à l'eau) des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB sont présentés respectivement dans les Figures IV.12, IV.13 et IV.14. Les points

indiqués dans chaque courbe illustrée dans ces figures sont des valeurs moyennes de trois mesures de porosité. Les résultats montrent que la porosité accessible à l'eau de tous les mortiers testés diminue régulièrement avec l'âge des mortiers. Plus le temps de durcissement des mortiers augmente (de 28 à 90 jours) plus la porosité ouverte des mortiers diminue. Ce qui indique clairement l'importance et l'effet positif de la bonne cure obtenue suite à une meilleure hydratation du liant.

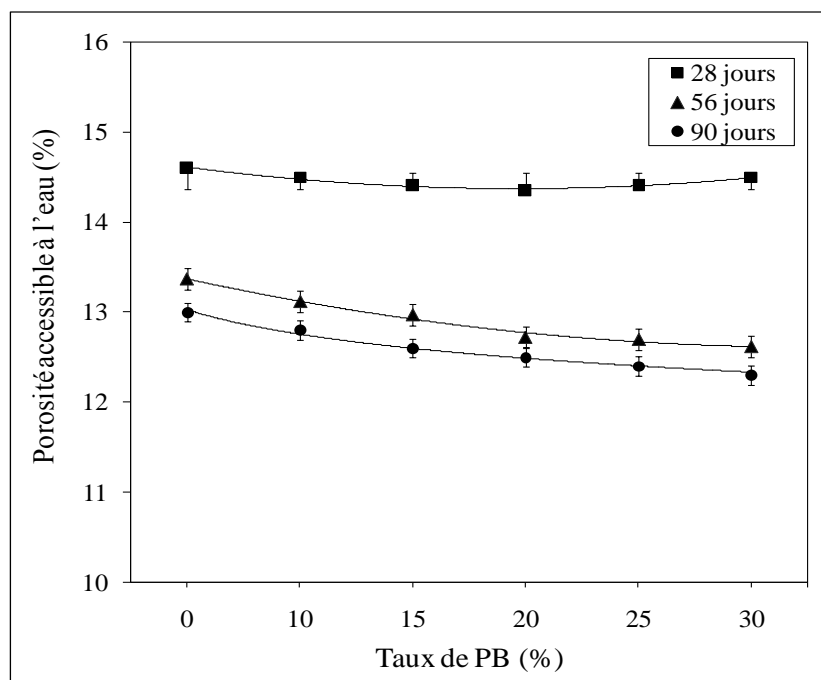


**Figure IV.12.** Porosité accessible à l'eau des mortiers à base du métakaolin (MK).



**Figure IV.13.** Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de la vase calcinée (VC).

Les valeurs de la porosité des mortiers modifiés avec du MK, de la VC et de la PB sont inférieures à celle du mortier témoin, et varient presque proportionnellement avec le dosage en ajout (MK, VC ou PB), ajouté au mortier par substitution partielle de ciment. Cela confirme que le mortier de référence (MC) a une structure plus poreuse que celles des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB. À l'âge de 56 jours, la porosité ouverte des mortiers avec 30% du MK, 30% de la VC et 30% de la PB a diminué respectivement de 11%, 8% et 6% par rapport à celle du mortier témoin (MC). Ces diminutions en porosité peuvent être expliquées par la densification de la matrice cimentaire par les produits issus de la réaction pouzzolanique et l'effet filler des différents ajouts utilisés dans cette étude (MK, VC et PB). Cette densification qui rend le matériau cimentaire plus compacte et avec une microstructure plus fine. Les métakaolins, par leur potentiel pouzzolanique, contribuent à la production d'une quantité supplémentaire de C-S-H, qui segmentent les pores capillaires en réduisant leurs dimensions.



**Figure IV.14.** Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de la poudre de brique (PB).

La Figure IV.15 montre une comparaison entre les valeurs de la porosité accessible à l'eau des différents mortiers étudiés à l'âge de 90 jours. Nous constatons que les valeurs de la porosité des mortiers modifiés avec du MK sont inférieures à celles obtenues dans le cas des autres mortiers testés (témoin ou modifiés par des additions minérales), dans la mesure que le MK a une réactivité pouzzolanique plus élevée (environ 1,17) et une teneur en C-S-H plus élevée (cf. Figure IV.11) que les mortiers à base de la VC et de la PB, ce qui pourrait confirmer les avantages des résultats de la résistance mécanique donnés ci-dessus (cf. section IV.3.1).

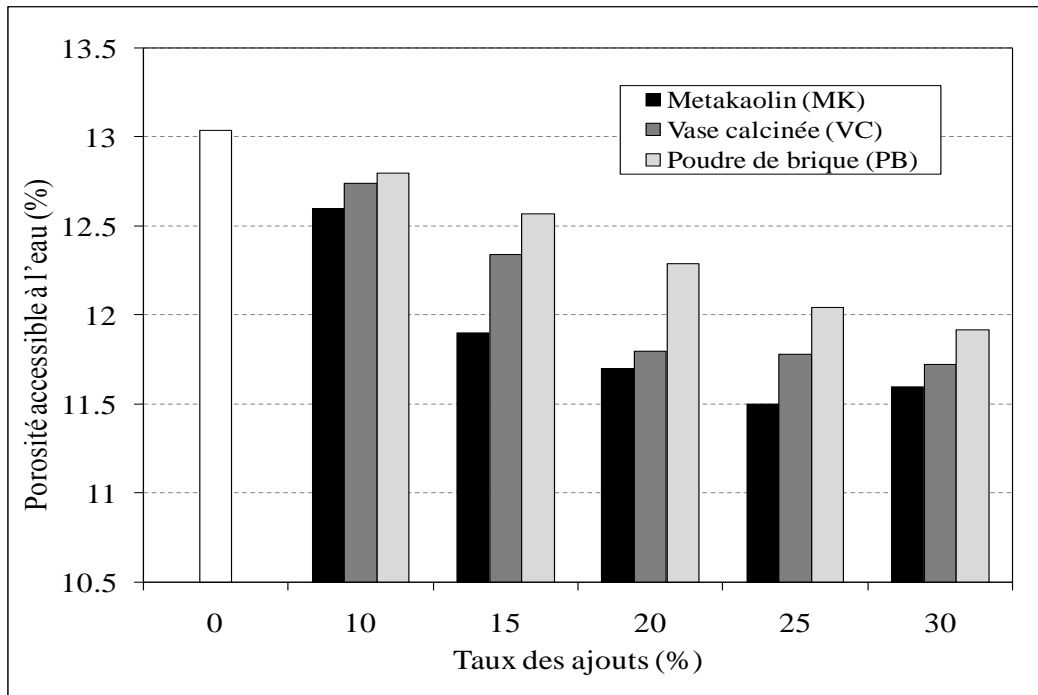


Figure IV.15. Porosité accessible à l'eau des mortiers à base de différents ajouts (MK, VC et PB) à l'âge de 90 jours.

Afin de voir de près la morphologie de la matrice cimentaire des différents mortiers, des images MEB (cf. Figure IV.16) ont été prises pour des échantillons du mortier à base du métakaolin (MK30) et de la poudre de brique (PB30) à l'âge de 90 jours. Les caractéristiques observées sont conformes aux propriétés physiques et mécaniques qui sont déjà décrites dans les sections précédentes.

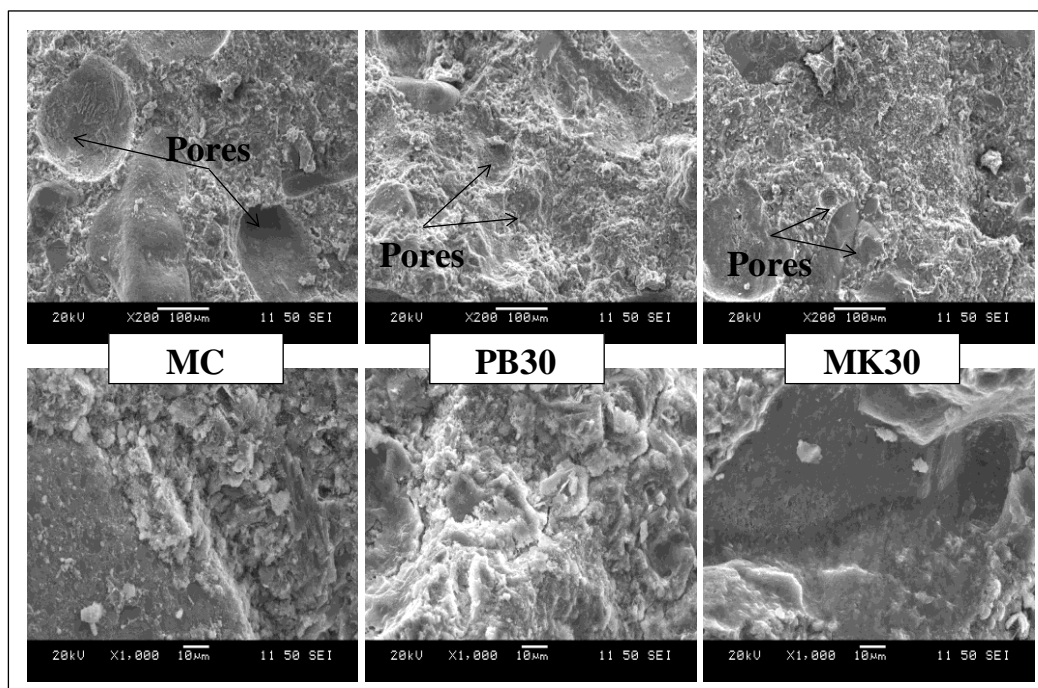


Figure IV.16. Morphologies de la matrice cimentaire des mortiers à base du MK et de la PB.



Les images microscopiques du MEB montrent que les pores observés dans le cas du mortier témoin (MC) sont avec des tailles plus grandes que celles des pores observés dans le cas des mortiers à base du métakaolin (MK30) et de la poudre de brique (PB30). C'est en raison du développement de la réaction pouzzolanique qui peut se produire dans les mortiers modifiés au cours du temps, et qui remplissent progressivement les vides et le réseau poreux de la matrice cimentaire, ce qui sert, par conséquent, à améliorer la résistance et la durabilité du mortier.

#### IV.4.2. Absorption d'eau par capillarité (la sorptivité)

Les Figures IV.17, IV.18 et IV.19 illustrent par des histogrammes les résultats de l'évolution de la sorptivité des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB à l'âge de 28 et de 56 jours. Nous rappelons ici, que les valeurs indiquées par ces histogrammes sont des valeurs arithmétiques moyennes de trois mesures d'absorption capillaire effectuées à l'aide de trois échantillons testés pour chaque formulation du mortier.

Il est bien remarquable, à partir des résultats obtenus, que le coefficient de la sorptivité de tous les mortiers testés diminue régulièrement avec l'âge du mortier. À 56 jours, les coefficients de la sorptivité des différents mortiers sont plus faibles que ceux obtenus à l'âge de 28 jours. À l'âge de 56 jours, le mortier témoin MC présente les coefficients de l'absorption capillaire les plus élevés par rapport à ceux des mortiers avec MK, VC et PB. Lorsque la teneur en MK, VC ou en PB dans les mortiers augmente, le coefficient de la sorptivité diminue.

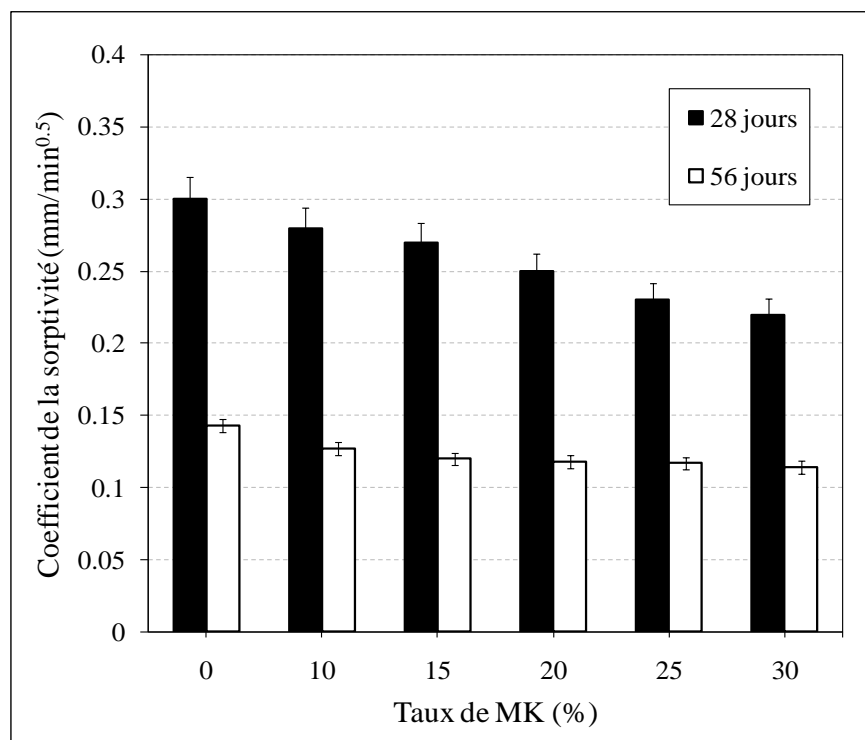
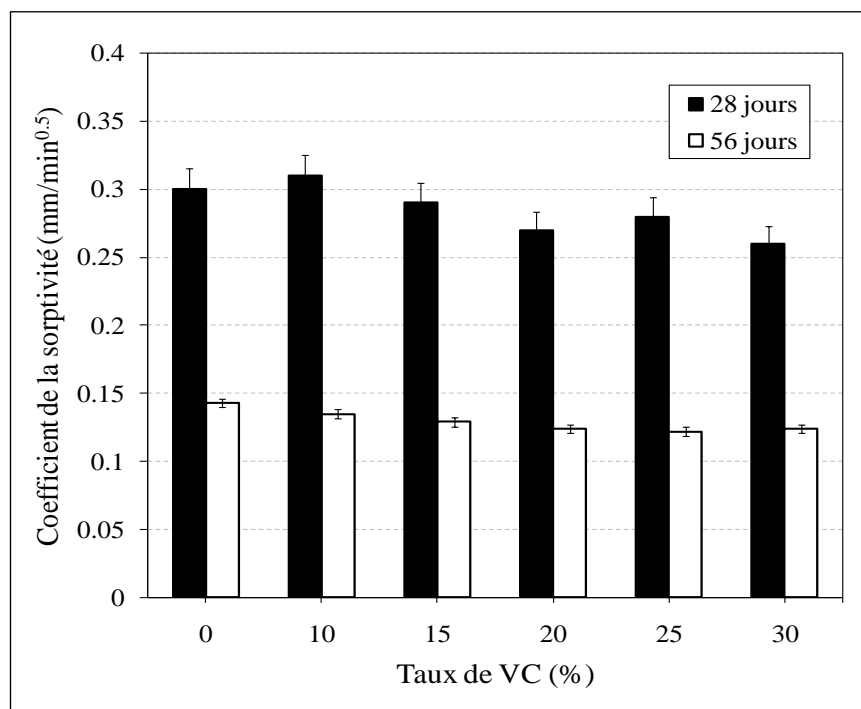


Figure IV.17. Coefficient de la sorptivité des mortiers à base du métakaolin (MK).

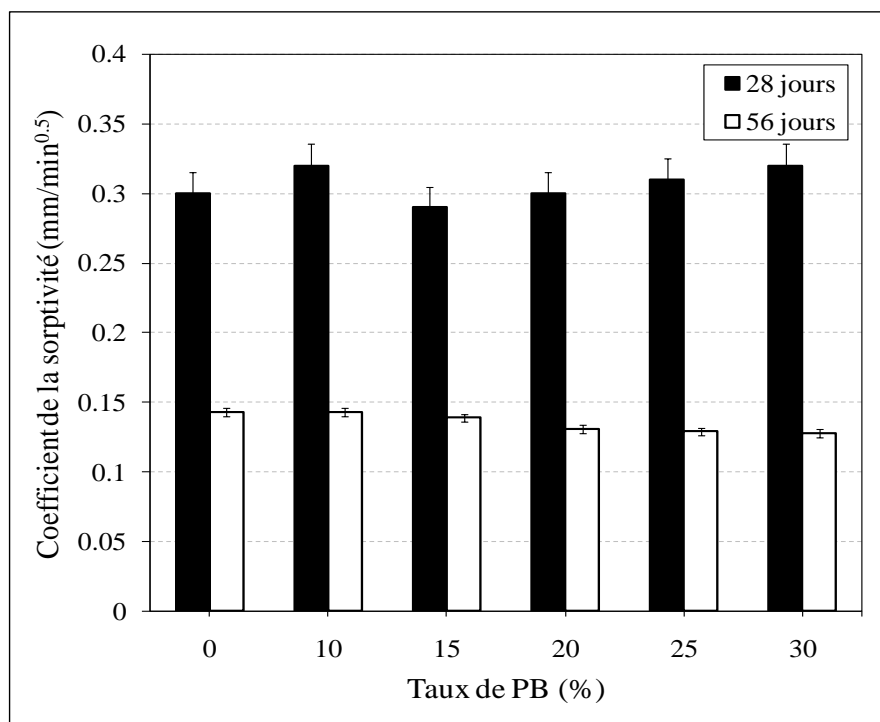


**Figure IV.18.** Coefficient de la sorptivité des mortiers à base de la vase calcinée (VC).

Cette diminution en sorptivité, qui est également mise en évidence dans la littérature [48,50], peut être expliquée, non seulement par l'effet de remplissage dû à la finesse élevée des ajouts utilisés, mais aussi par la densification de la matrice cimentaire des mortiers par les produits pouzzolaniques, comme les silicates de calcium hydratés (C-S-H) (*cf.* Figure IV.11). Une formation supplémentaire du gel C-S-H est donc produite au sein du matériau à long terme (ici à 56 jours), la chose qui contribue à l'amélioration de la microstructure du mortier modifié avec un aditif minéral réactif et rend le réseau capillaire plus dense et plus complexe avec une faible connectivité. Les mortiers à base du métakaolin présentent toujours les plus faibles coefficients de la sorptivité par rapport aux mortiers à base de la vase calcinée et de la poudre de brique. En effet, la nature propre du métakaolin joue un rôle important sur les caractéristiques des chemins de percolation du matériau, car ce type d'addition est un composé pouzzolanique ayant une très bonne réactivité [172]. Les mortiers incorporant du métakaolin diminuent significativement l'absorption capillaire en modifiant la taille des pores et leur connectivité.

En outre, dans le cas des mortiers avec la PB, on observe qu'à l'âge de 28, le coefficient de la sorptivité de tous les mortiers modifiés est légèrement supérieur à celui obtenu dans le cas du mortier témoin (*cf.* Figure IV.19). Par ailleurs, à l'âge de 56 jours, le coefficient de la sorptivité diminue avec l'augmentation du dosage de la PB dans le mortier, où la sorptivité de tous les mortiers à base de la PB est inférieure à celle du mortier de contrôle (MC). En effet, la réaction pouzzolanique des ajouts (MK, VC et PB) s'améliore à long terme, ce qui développe la microstructure des mortiers modifiés par ces ajouts, par une diminution de la porosité capillaire et une augmentation des discontinuités dans les chemins de percolation, conduisant ainsi à une absorption capillaire plus faible que celle du mortier ordinaire témoin

(sans ajout). Cela peut mettre en évidence qu'un taux de substitution partielle du ciment par 30% du MK, 30% de la VC ou de la PB, ne modifie pas fondamentalement le réseau capillaire des pores du mortier. De manière générale, les évolutions de la sorptivité sont influencées par les caractéristiques intrinsèques des additions minérales à travers de leurs activités et de leurs structures (nature et morphologie).



**Figure IV.19.** Coefficient de la sorptivité des mortiers à base de la poudre de brique (PB).

#### IV.4.3. Perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE)

Les résultats de la diffusion de la vapeur d'eau à travers les disques de différents mortiers testés ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup> sont présentés dans la Figure IV.20. La perte en masse des différents mortiers augmente progressivement avec le temps. Il est clairement remarquable à partir de la Figure IV.20 que, quel que soit le dosage en ajout (MK, VC et PB), le mortier modifié avec un de ces ajouts présente une diffusion de la vapeur d'eau inférieure à celle mesurée dans le cas du mortier témoin (MC). Pour les différents mortiers testés à l'âge de 56 jours, les coefficients de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau, évalués conformément à la méthode 'wet-cup method' recommandé par la norme ASTM E96-00 [249], sont indiquées dans la Figure IV.21.

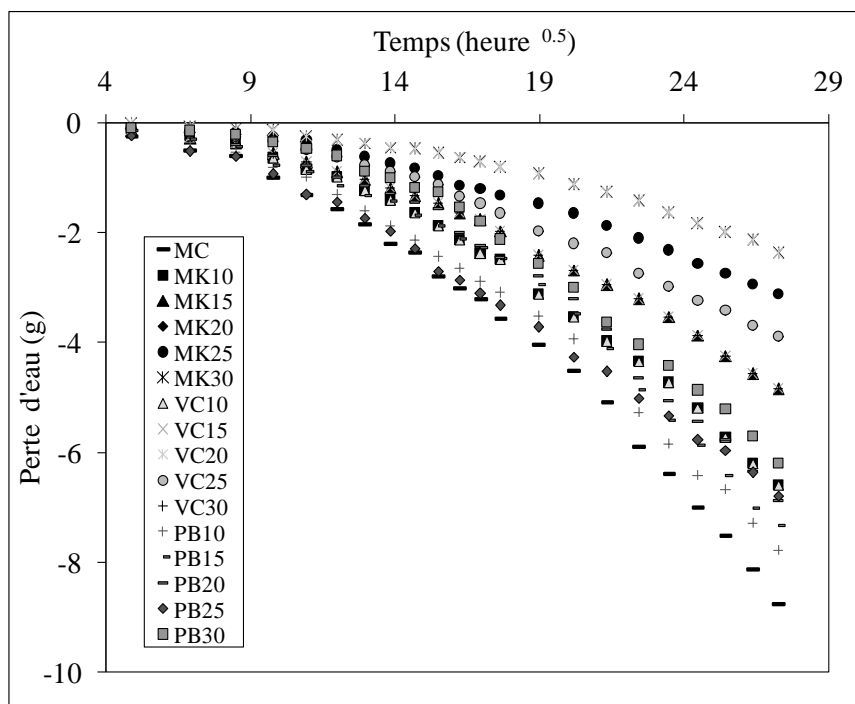


Figure IV.20. Diffusion de la vapeur d'eau des mortiers testés.

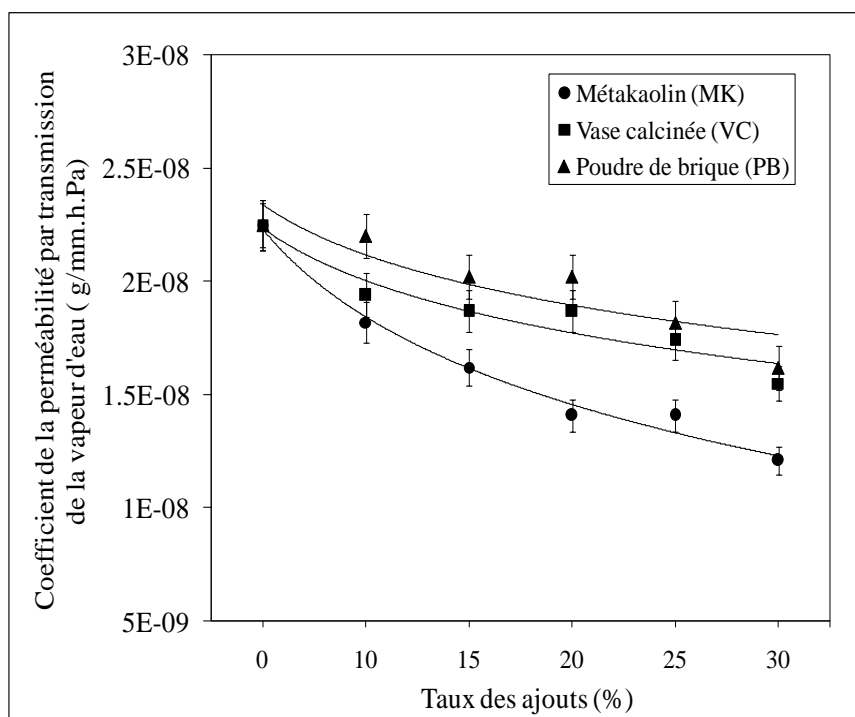


Figure IV.21. Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers testés.

En comparaison avec le mortier témoin, les coefficients de la perméabilité à la vapeur d'eau de tous les mortiers modifiés sont plus faibles. Le coefficient de la PTVE diminue d'autant plus que le mortier est riche en ajouts (MK, VC et PB). Les coefficients de la perméabilité

(PTVE) des mortiers avec 30% d'ajout (du MK30, VC30 et PB30) sont respectivement inférieurs de 46%, 31 et 28% par rapport à celui du mortier de contrôle (MC).

Les résultats montrent que les mortiers à base du métakaolin présentent toujours les coefficients de la PTVE les plus faibles par rapport aux autres mortiers à base de la VC et la PB. Pour le mortier MK30, la réduction de la PTVE est d'environ 22% par rapport à celle du mortier VC30 et elle est d'environ 25% par rapport à celle du mortier PB30. Donc, les coefficients de la perméabilité à la vapeur d'eau tendent vers un classement des mortiers par ordre croissant suivant : mortiers (MK) < mortiers (VC) < mortiers (PB) < mortier témoin (MC). Une des raisons de cette diminution en coefficient de la perméabilité à la vapeur d'eau dans les mortiers à base de différents ajouts, est leur faible porosité. La chose qui rend la diffusion de la vapeur d'eau à travers les différents mortiers relativement empêchée: plus lente et difficile. Il est donc possible de déduire, à partir de ces résultats de la sorptivité, que les mortiers à base du métakaolin pourront avoir une meilleure durabilité contre la pénétration d'agents agressifs.

#### IV.4.4. Perméabilité à l'eau

Dans cette partie, l'influence des différents dosages en MK, VC et en PB sur la perméabilité à l'eau liquide ( $K_L$ ) des mortiers étudiés l'âge de 365 jours, est discuté. Les résultats obtenus de l'évolution de la perméabilité sont présentés dans la Figure. IV.22 sous forme d'histogrammes.

À partir des résultats obtenus, on constate que le coefficient de la perméabilité à l'eau diminue avec l'augmentation en dosage de l'addition minérale utilisée dans le mortier. Ceci confirme l'effet positif des ajouts utilisés (MK, VC et PB) sur la structure poreuse du mortier et par conséquent sur ces propriétés de transfert (ici, de la perméabilité à l'eau). Les résultats montrent aussi que les mortiers avec une teneur en poudre de brique (PB) ont des perméabilités supérieures à celles des mortiers modifiés par le MK et par la VC. Dans le cas du mortier PB30, sa perméabilité à l'eau est supérieure à celle du mortier VC30 d'environ 18%, et supérieure aussi de celle du mortier MK30 d'environ 49%. Les valeurs de la perméabilité à l'eau liquide ( $K_L$ ) tendent vers un classement des mortiers par ordre croissant suivant :  $K_L$  mortiers (MK) <  $K_L$  mortiers (VC) <  $K_L$  mortiers (PB) <  $K_L$  mortier témoin (MC). Donc, les ajouts minéraux utilisés, permettent généralement de diminuer la perméabilité à l'eau des mortiers.

Le bon comportement des formulations du mortier est lié en premier lieu à la réaction pouzzolanique des ajouts et la microstructure plus dense du matériau. Cet effet peut s'expliquer par le raffinement et le colmatage de la porosité capillaire engendrée par la bonne hydratation des particules du MK, de la VC et de la PB (une cure de 365 jours). Aussi, la zone qui se forme entre les grains du sable utilisé et la pâte de ciment, appelée "auréole de transition", est généralement plus perméable que le reste de la matrice cimentaire, mais son influence sur la perméabilité d'un matériau cimentaire dépend surtout du degré d'interconnexion de ces zones d'interface [262]. Là aussi, la réaction pouzzolanique des ajouts a un effet positif sur la diminution de la porosité de cette zone de transition. Il est important de noter aussi que les mortiers à base du métakaolin présentent les plus faibles valeurs de coefficient de la perméabilité (généralement de l'ordre de E-18), en comparaison

avec celles des mortiers à base de la VC et de la PB (qui sont généralement de l'ordre de  $E-17$ ). Cette différence de comportement est due principalement à la structure poreuse fine des mortiers contenant le MK. Nous donnons ici l'exemple du mortier MK30, qui a une perméabilité plus faible d'environ 41% par rapport à celle du mortier VC30 et d'environ 49% par rapport à celle du mortier PB30.

Cela signifie que l'incorporation du MK, la VC et la PB a un effet très positif en terme de durabilité, car les valeurs de la porosité ouverte (accessible à l'eau), des coefficients de la sorptivité, des coefficients de la PTVE ainsi que les valeurs de la perméabilité à l'eau ( $K_L$ ) des mortiers modifiés par différents ajouts sont toujours inférieurs à celles obtenues dans le cas du mortier témoin, et varient presque proportionnellement avec le dosage de l'ajout ajouté au mortier.

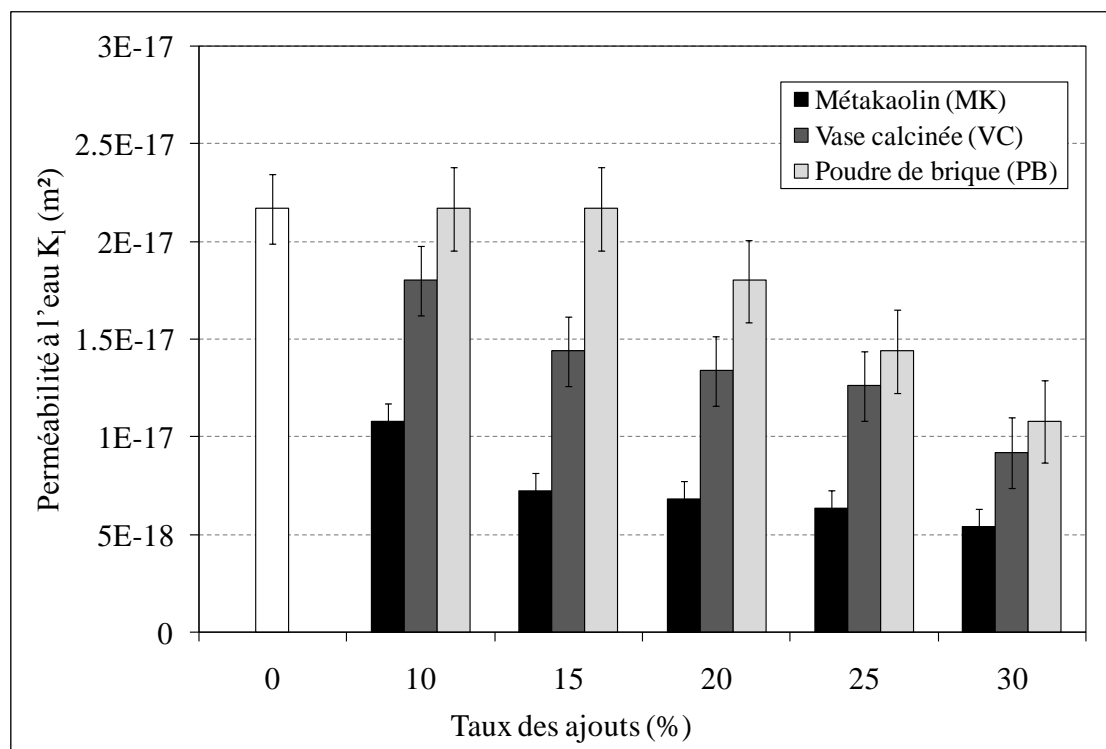


Figure IV.22. Perméabilité à l'eau liquide des mortiers testés.

#### IV.5. Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de présenter, d'analyser et de discuter les différents résultats obtenus par plusieurs essais effectués sur des éprouvettes du mortier (non-carbonatés) modifiés avec différentes additions minérales d'origine argileuse. Alors, dès le début de cette campagne expérimentale, un intérêt majeur a été donné à l'influence du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB) (en tant qu'ajouts additionnés au mortier par une substitution partielle du ciment) sur le comportement du mortier à l'état frais et durci. Les évolutions de plusieurs propriétés physiques et mécaniques des mortiers modifiés, ainsi

que leurs propriétés de transfert (contrôlant la durabilité du matériau) sont donc discutées dans ce chapitre,

Les résultats obtenus en premier lieu se focalisent sur la nécessité d'utiliser un adjuvant (superplastifiant) pour améliorer les propriétés des mortiers testés à l'état frais (à base du MK, de la VC ou de la PB). L'incorporation de ces trois additions minérales peut améliorer les résistances mécaniques (résistance à la flexion et à la compression) du mortier, quand s'ils sont utilisés avec des quantités limitées et bien déterminées: le dosage optimum, correspondant à la meilleure résistance à la compression, est de 25% pour le métakaolin, pendant qu'il est de 20% et de 15%, respectivement, dans le cas de l'utilisation de la VC et de la PB. Ces ajouts minéraux testés dans cette étude, par leur potentiel pouzzolanique contribuent à la production d'une quantité supplémentaire de C-S-H, notamment à long terme, ce qui densifie la matrice cimentaire, et par conséquent, développe la résistance mécanique du mortier.

En terme de la performance du mortier face à sa durabilité, des évolutions de certaines propriétés de transfert hydrique, ont également été observées et discutées dans ce chapitre, tels que : la diminution de la porosité, de la sorptivité, de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau ainsi que la diminution de la perméabilité à l'eau liquide, tout en augmentant le dosage en MK, en VC ou en PB dans le mortier. Les diminutions enregistrées dans l'ensemble des valeurs de toutes ces propriétés de transfert (gouvernés à l'origine par la structure poreuse du matériau) ont été estimées comme positives pour une amélioration de la durabilité des mortiers modifiés étudiés.

L'originalité de cette étude provient de comparer l'influence des trois ajouts utilisés (MK, VC et PB) sur les différentes propriétés du mortier. Dans l'ensemble des résultats, on constate que les mortiers à base du MK présentent toujours les meilleures performances, mécaniques ou de durabilité, par rapport aux mortiers à base de la VC ou de la PB. Nous pensons donc, qu'en dehors de la réactivité pouzzolanique des trois additions minérales, testées dans ce travail de recherche, l'effet de la grande finesse du métakaolin (très supérieure à celles de la VC et de la PB), est la raison principale qui a causé un impact supplémentaire très significative sur l'évolution des différentes propriétés du mortier.

# Chapitre V.

## Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés carbonatés

---

### Sommaire

V.1. Introduction .....	161
V.2. Carbonatation accélérée.....	162
V.2.1. Suivi de masse.....	165
V.2.2. Suivi de pH.....	165
V.3. Carbonatation naturelle .....	167
V.3.1. Suivi de la carbonatation par l'analyse thermogravimétrique (ATG) .....	170
V.4. Conséquences de la carbonatation.....	174
V.4.1. Influence de la carbonatation accélérée sur l'absorption capillaire.....	175
V.4.2. Influence de la carbonatation accélérée sur la porosité accessible à l'eau .....	177
V.4.3. Influence de la carbonatation accélérée sur la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE).....	179
V.4.4. Microfissuration. ....	181
V.5. Conclusion .....	183



# Chapitre V.

## Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés carbonatés

---

### V.1. Introduction

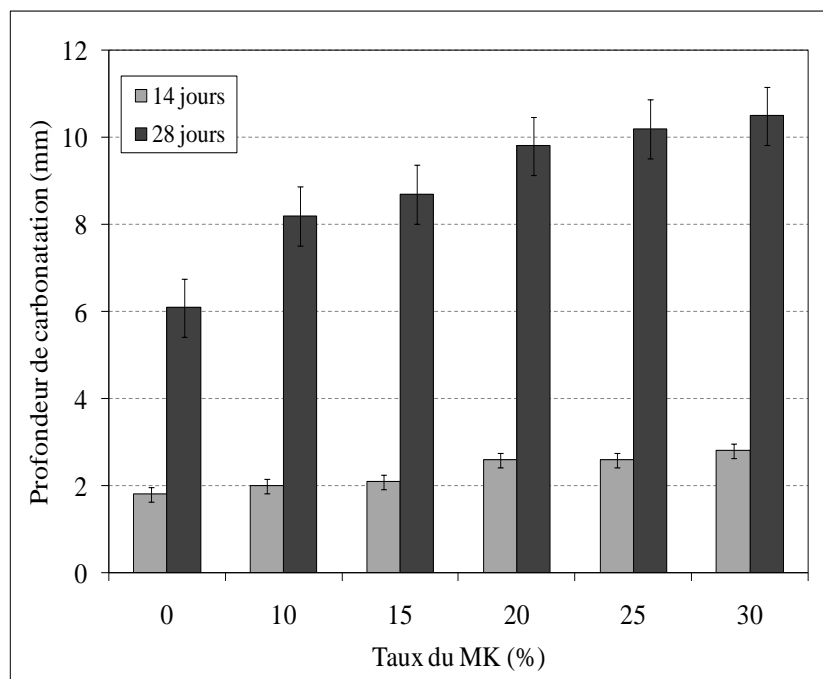
La carbonatation est une pathologie bien connue des matériaux cimentaires. Elle engendre la corrosion des armatures, qui est la principale cause de dégradation des structures en béton armé soumises à l'atmosphère.

Il s'agit dans ce chapitre (V) de présenter et d'analyser les différents résultats relatifs à la carbonatation, en condition accélérée et naturelle, menée sur les différentes formulations des mortiers modifiés par le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) et la poudre de brique (PB). Les résultats de l'influence de ces trois additions minérales, ajoutés (avec différents dosages) par substitution partielle du ciment, sur la profondeur de la carbonatation (en conditions accélérées et naturelles) dans les mortiers sont analysés et discutés dans la première partie de ce chapitre. Dans la deuxième partie du chapitre, les résultats relatifs à l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transferts, notamment sur la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire et sur la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) est présenté. La microfissuration induite par cette carbonatation sur des échantillons de pâtes, à base des trois différents ajouts minéraux testés, est aussi présentée dans ce chapitre pour vérification et comparaison.

## V.2. Carbonatation accélérée

L'évolution de la cinétique de la carbonatation accélérée des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB est présentée respectivement dans les Figures V.1, V.2 et V.3.

Les premières observations montrent que la profondeur de la carbonatation des différents mortiers modifiés augmente en fonction du temps d'exposition au CO<sub>2</sub>. Au bout de 14 jours, les différents mortiers présentent des profondeurs de carbonatation détectables (des traces de 1 à 2 mm), mais après une carbonatation accélérée pendant 28 jours, il est bien visible que les mortiers à base du MK, de la VC et de la PB sont plus carbonatés que le mortier témoin (sans ajout). Le front de la carbonatation augmente quand la teneur du mortier en ajout est élevée. Le mortier témoin (MC) a donc la plus grande résistance à la carbonatation. En outre, les résultats obtenus montrent que la profondeur de la carbonatation est plus importante dans le cas des mortiers à base du métakaolin par rapport à celles des mortiers modifiés avec de la VC et la PB. Après une carbonatation accélérée pendant 28 jours, une profondeur maximale de la carbonatation (de 10.5 mm) a été enregistrée dans le mortier MK30 (avec 30% du métakaolin).

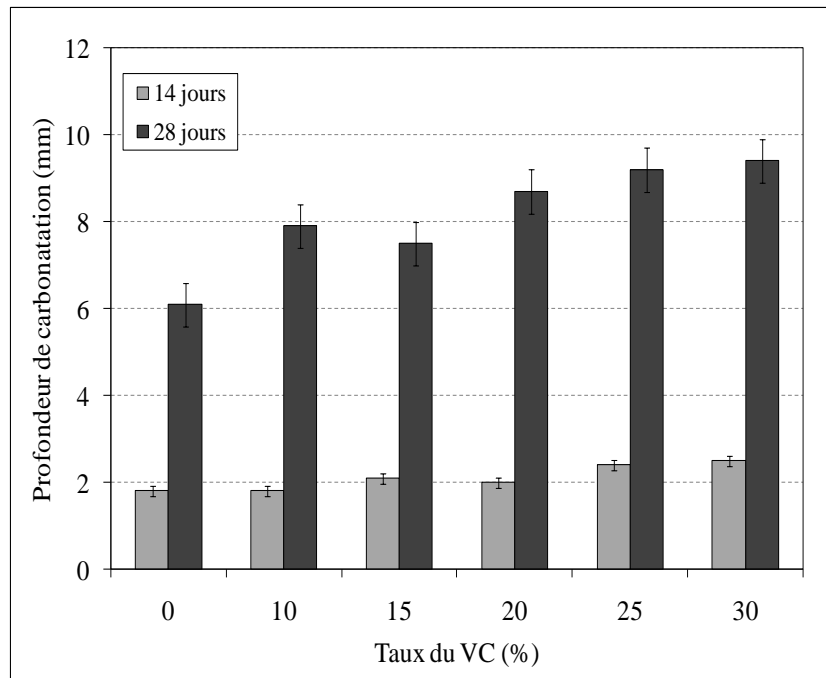


**Figure V.1.** Profondeur de la carbonatation accélérée des mortiers à base du métakaolin (MK).

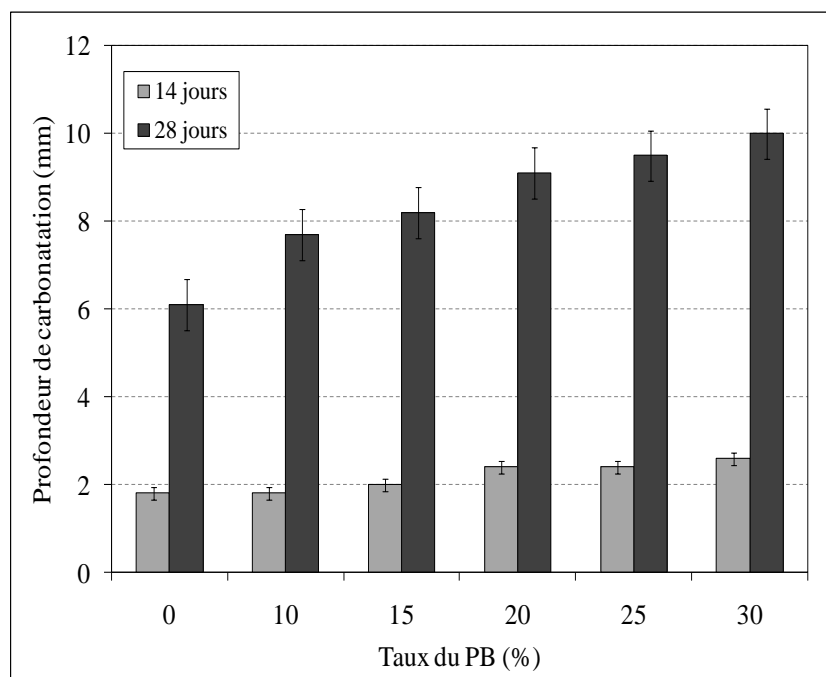
Il est intéressant de noter que dans le cas de la carbonatation du mortier de référence (à base de ciment Portland), la seule phase considérée est la Portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>), mais avec le remplacement d'une quantité de ce ciment par un des ajouts minéraux, il est nécessaire de prendre en compte, dans ce cas, la carbonatation d'autres phases, notamment les silicates de calcium hydratés (C-S-H) formés suite à une réaction pouzzolanique. Selon Shi *et al.* [263], la Portlandite est moins stable que le C-S-H vis-à-vis de la carbonatation, ce qu'implique que la carbonatation de la phase C-S-H se produira pour la première fois lorsque la Portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>) sera épuisée.

*Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés carbonatés*

Cependant, cela n'est pas toujours observé expérimentalement, car la carbonatation de la Portlandite et la décalcification du C-S-H sont simultanées et accompagnées à la diminution du pH de la solution interstitielle de la matrice cimentaire du matériau [264].



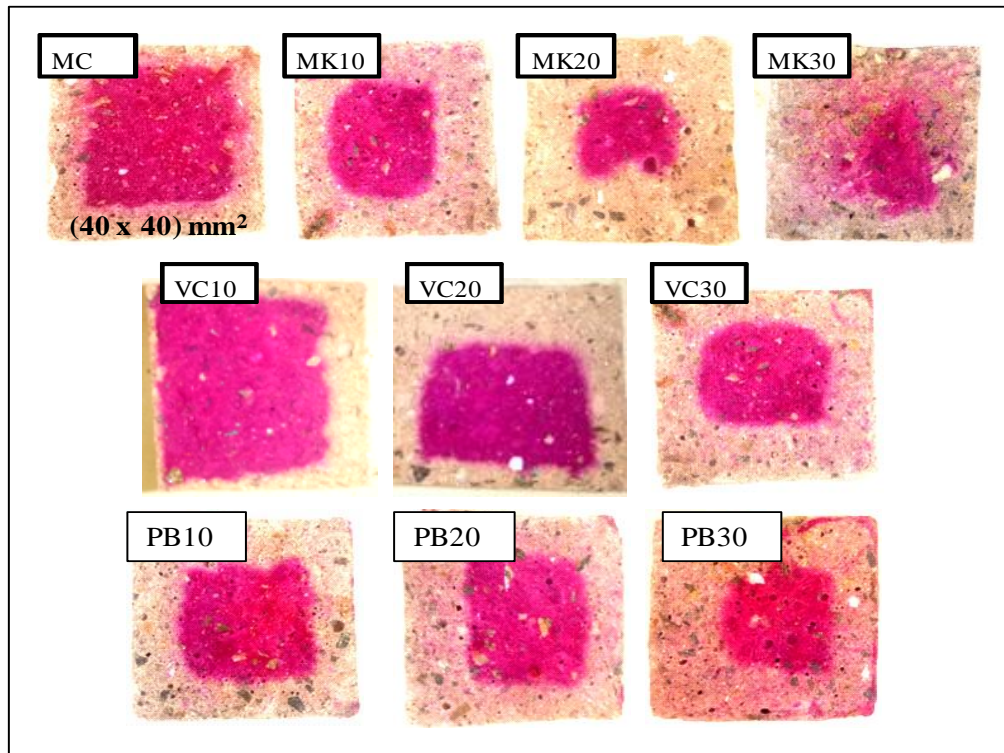
**Figure V.2.** Profondeur de la carbonatation accélérée des mortiers à base de la vase calcinée (VC).



**Figure V.3.** Profondeur de carbonatation accélérée des mortiers à base de la poudre de brique (PB).

La Figure V.4 montre les sections transversales (40x40) mm<sup>2</sup> des échantillons du mortier carbonaté, après une carbonatation accélérée appliquée pendant 28 jours.

Les observations visuelles du front de la carbonatation montrent que la zone carbonatée des mortiers (zone non-colorée déterminée suite à la pulvérisation avec de la phénolphthaléine) devient plus importante (plus profonde vers le noyau de l'éprouvette) quand le dosage en ajout (en MK, VC ou en PB) est plus élevé. Quel que soit l'ajout utilisé, elle est donc généralement plus élevée que celle observée dans le cas du mortier témoin (MC).



**Figure V.4.** Sections transversales des échantillons de mortier carbonatés (40x40) mm<sup>2</sup> pulvérisées à la phénolphthaléine, après une carbonatation accélérée pendant 28 jours.

D'après les résultats obtenus, la meilleure résistance à la carbonatation enregistrée dans le cas du mortier témoin pourrait être expliquée par la disponibilité des produits formés lors de la carbonatation, en raison de la teneur initiale en Portlandite, qui est autour de 3,6% (cf. Figure IV.11). La carbonatation conduit donc dans un mortier riche en Portlandite à l'obtention d'un milieu faiblement poreux (colmatage des pores), et par conséquent, à une baisse logique de la diffusion du CO<sub>2</sub> et à une baisse du pH de la solution interstitielle au sein du mortier témoin. De plus, Morandea *et al.* [264] ont confirmé que l'eau libérée pendant la carbonatation de la Portlandite ne peut pas être transportée facilement, ce qui ralentit la progression du CO<sub>2</sub> dans les pores, où la phase gazeuse est réduite au profit de la phase liquide. L'augmentation de la profondeur de la carbonatation dans les mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB peut être due à la teneur faible en Portlandite (cf. Figure IV.11), la chose qui rend les produits carbonatés moins disponibles dans les mortiers [265].

En effet, la consommation de la Portlandite par la réaction pouzzolanique diminue le pH de la solution interstitielle [266], ce qui favorisant la carbonatation des silicates de calcium hydratés (C-S-H). Donc, la carbonatation des C-S-H se produit plus tôt pour les mortiers modifiés avec du MK, de la VC ou de la PB.

Lorsque la phase C-S-H est soumise au CO<sub>2</sub>, ce processus devient plus complexe. Une décalcification se produit et conduit à la formation d'un gel siliceux amorphe de microstructure très poreuse avec un volume molaire plus petit que celui de C-S-H non-carbonaté [264]. Cette perte en volume favorise la pénétration de CO<sub>2</sub>, et par conséquent, une augmentation de la profondeur de la carbonatation dans les mortiers à base du MK, de la VC et de la PB. Contrairement à la carbonatation de la Portlandite (cas du mortier témoin), où cette perte en volume est compensée par les précipitations des carbonates de calcium (CaCO<sub>3</sub>) (le volume molaire de la Portlandite est 33 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> et celui de la calcite est 35 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup> [264]). Par ailleurs, malgré que le mortier témoin (MC) a des propriétés de transfert (telles que la porosité et la perméabilité) plus élevées que celles obtenues pour des mortiers modifiés par des ajouts minéraux, ce mortier MC est plus résistant à la carbonatation. De même, les mortiers MK30, VC30 et PB30, qui ont des faibles propriétés de transfert, ont montré des profondeurs de carbonatation plus élevées que celle du mortier MC. Enfin, nous constatons que, la résistance à la carbonatation (profondeur de carbonatation mesurée par un indicateur de pH) n'est pas liée à la porosité du matériau au premier degré, mais plutôt à la teneur en Portlandite. Donc, la teneur initiale du mortier en Portlandite joue un rôle important dans le processus de la carbonatation et présente un bon indicateur à la résistance du matériau à la carbonatation.

### V.2.1. Suivi de masse

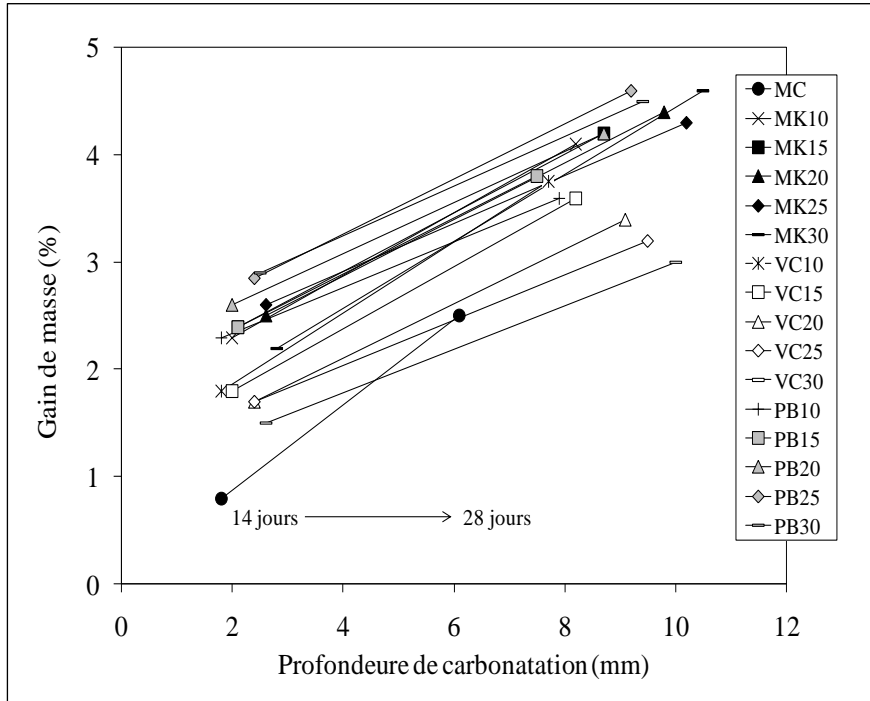
A chaque échéance de prélèvement de l'enceinte de la carbonatation accélérée (14 et 28 jours), tous les échantillons de mortier sont pesés de manière à évaluer la quantité de CO<sub>2</sub> fixée dans la matrice cimentaire. La Figure V.5 montre que la masse des échantillons augmente significativement avec la profondeur de la carbonatation, du fait que le volume molaire de la calcite (35 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>) est plus important que celui de la Portlandite (33 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>) [264]. Pour chaque mortier, nous observons généralement une bonne relation proportionnelle entre ces deux paramètres. En effet, ces deux paramètres augmentent en fonction du temps d'exposition au CO<sub>2</sub>. Par contre, qu'il n'est pas possible de quantifier précisément la profondeur de carbonatation avec une simple mesure de masse, seule une estimation est envisageable.

### V.2.2. Suivi du pH

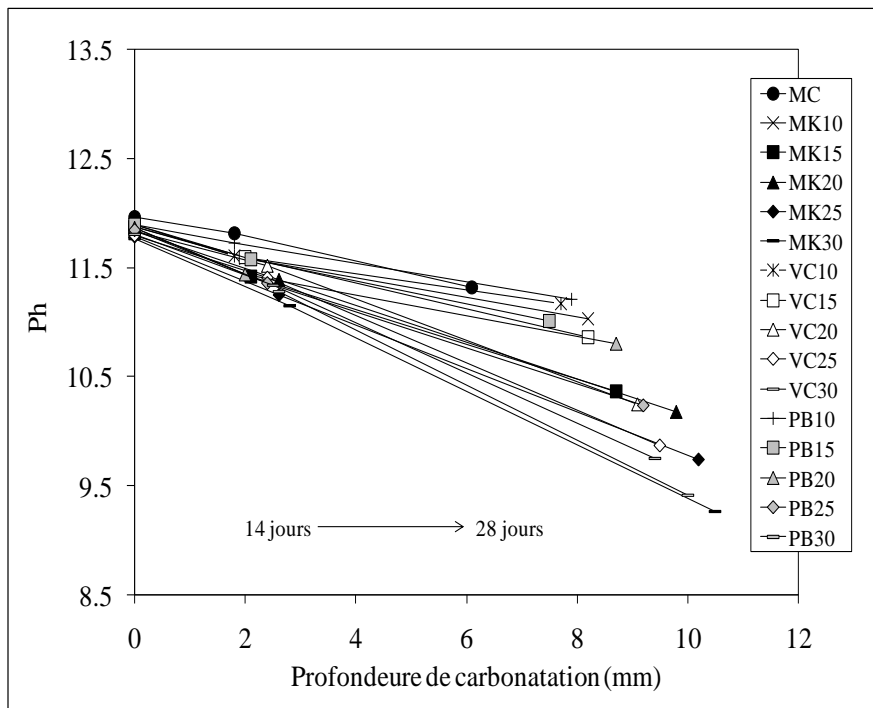
À l'aide d'un pH mètre, nous avons mesuré le pH des mortiers broyés à l'état sain et à l'état carbonaté pour les deux échéances de prélèvement (après une exposition au CO<sub>2</sub> pendant 14 et 28 jours) (*cf.* section III.6.6.1). Il est important de préciser ici que ces mesures du pH ne peuvent pas correspondre à une mesure du pH de la solution interstitielle des mortiers, mais, il s'agit d'une mesure du pH d'une solution issue de la solubilisation à court terme de la poudre du mortier. A partir des résultats indiqués dans la Figure V.6, nous pouvons déduire qu'à l'état initial (avant l'exposition au CO<sub>2</sub>), le pH mesuré pour des mortiers étudiés (non-carbonatés) est entre 12 et 11.7. Ce qui est cohérent avec le pH d'équilibre d'un matériau cimentaire. Par contre, avec l'augmentation du temps d'exposition au CO<sub>2</sub>, la profondeur de la carbonatation des mortiers testés devient plus importante, et par conséquent, le pH diminue systématiquement. Cette chute en pH est plus rapide pour les mortiers à base des ajouts

*Analyse des résultats des différents comportements des mortiers modifiés carbonatés*

minéraux. Le pH du mortier de contrôle (MC) est plus élevé que celui des mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB. La très faible valeur du pH enregistrée (qui égale à 9.27) a été obtenue dans le cas du mortier à base de 30% du MK. Cela confirme les résultats de la profondeur de la carbonatation mesurée précédemment par l'utilisation de la phénolphthaléine.



**Figure V.5.** Evolution du gain en masse en fonction de la profondeur de carbonatation des différents mortiers étudiés.



**Figure V.6.** Evolution du pH en fonction de la profondeur de carbonatation des différents mortiers étudiés.

### V.3. Carbonatation naturelle

Concernant la carbonatation naturelle, les résultats obtenus (cf. Figure V.7) semblent suivre la même tendance que ceux de la carbonatation accélérée. La résistance à la carbonatation des différents mortiers diminue avec l'augmentation en dosage du MK, de la VC et de la PB (cf. Figure V.8).

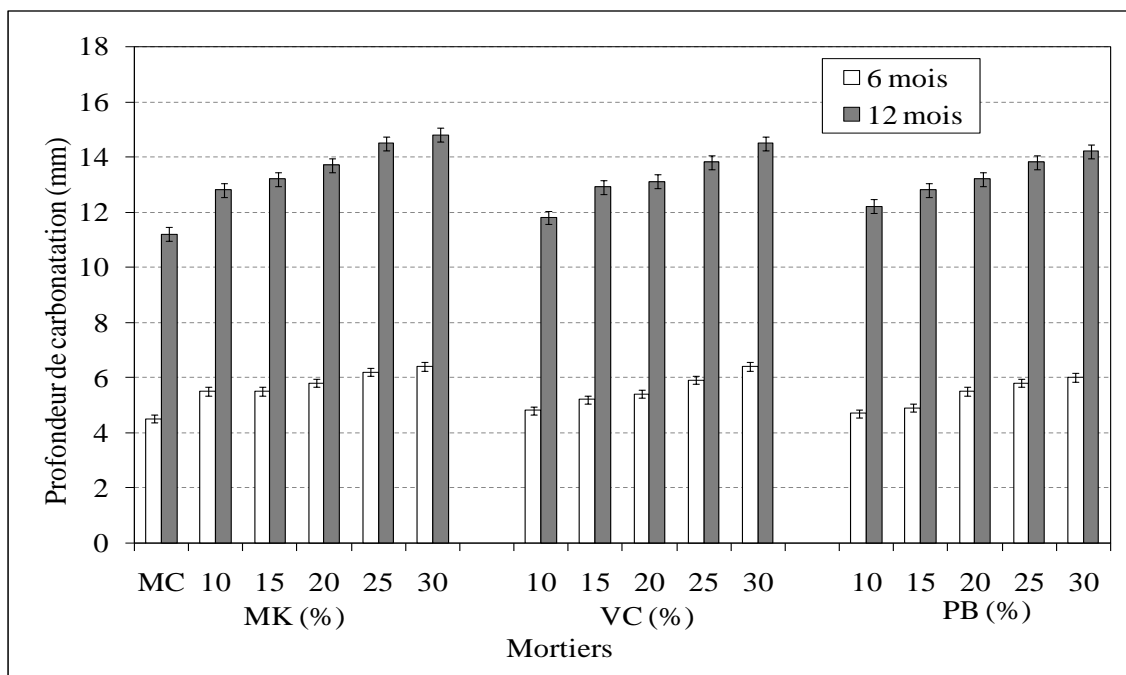


Figure V.7. Profondeur de carbonatation naturelle dans les mortiers testés.

La carbonatation naturelle pendant 12 mois (365 jours) met en évidence les profondeurs de la carbonatation les plus élevées pour tous les mortiers testés : environ 15 mm dans le cas du mortier MK30, 14.5 mm pour le mortier VC30, 14.2 mm pour le mortier PB30 et 11 mm pour le mortier MC. En comparant l'effet de chaque mélange du mortier, l'utilisation du MK a montré des profondeurs de carbonatation plus élevées par rapport aux autres mortiers. Cela peut être due à la réactivité pouzzolanique du MK très importante (indice d'activité autour de 1,17) et donc une consommation importante de la Portlandite, ce qui provoque une carbonatation plus élevée des C-S-H dans cette composition à long terme.

La Figure V.9 présente les profondeurs de carbonatation en condition accéléré et naturelle des mortiers à base du MK. Les résultats montrent que le principal facteur environnemental qui influence le taux de la carbonatation des mortiers est la durée d'exposition au CO<sub>2</sub>. Alors, une forte augmentation de la profondeur de carbonatation peut être observée lorsque la durée d'exposition au CO<sub>2</sub> augmente. Entre deux périodes de 14 à 28 jours d'exposition au CO<sub>2</sub> en conditions accélérées, des augmentations en profondeur de carbonatation, de 24% pour le mortier témoin (MC) et de 31% pour le mortier avec 30% du MK, ont été enregistrées. Des augmentations de 39% et 43% sont respectivement enregistrées pour les profondeurs de la carbonatation mesurées dans le cas des mêmes mortiers (MC et MK30), mais après des durées d'exposition à la carbonatation naturelle de 180 et 365 jours.

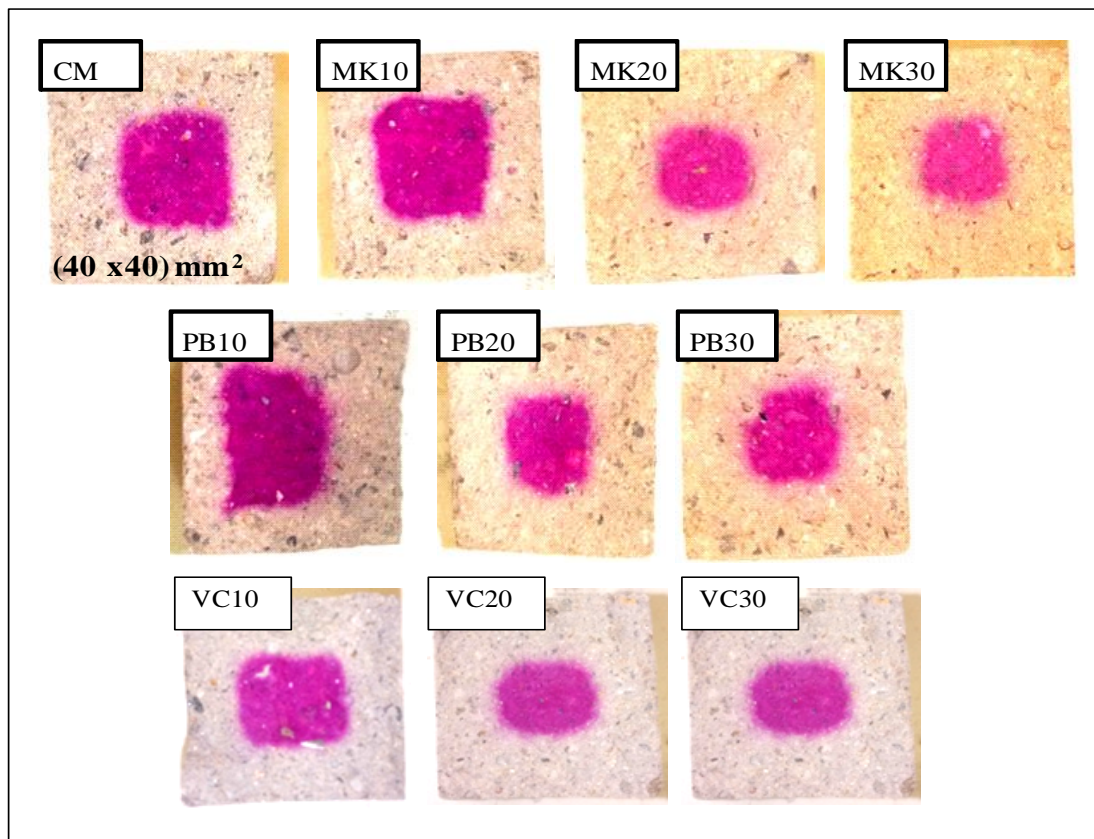


Figure V.8. Sections transversales des échantillons de mortier carbonatés (40x40) mm<sup>2</sup> pulvérisées à la phénolphtaléine, après une carbonatation naturelle pendant 12 mois.

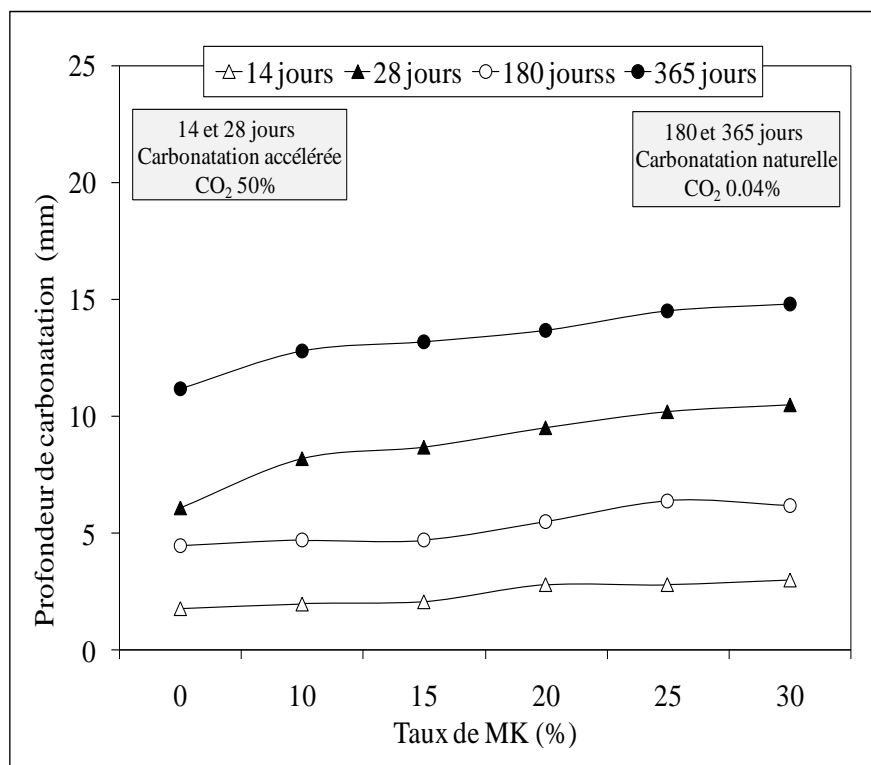


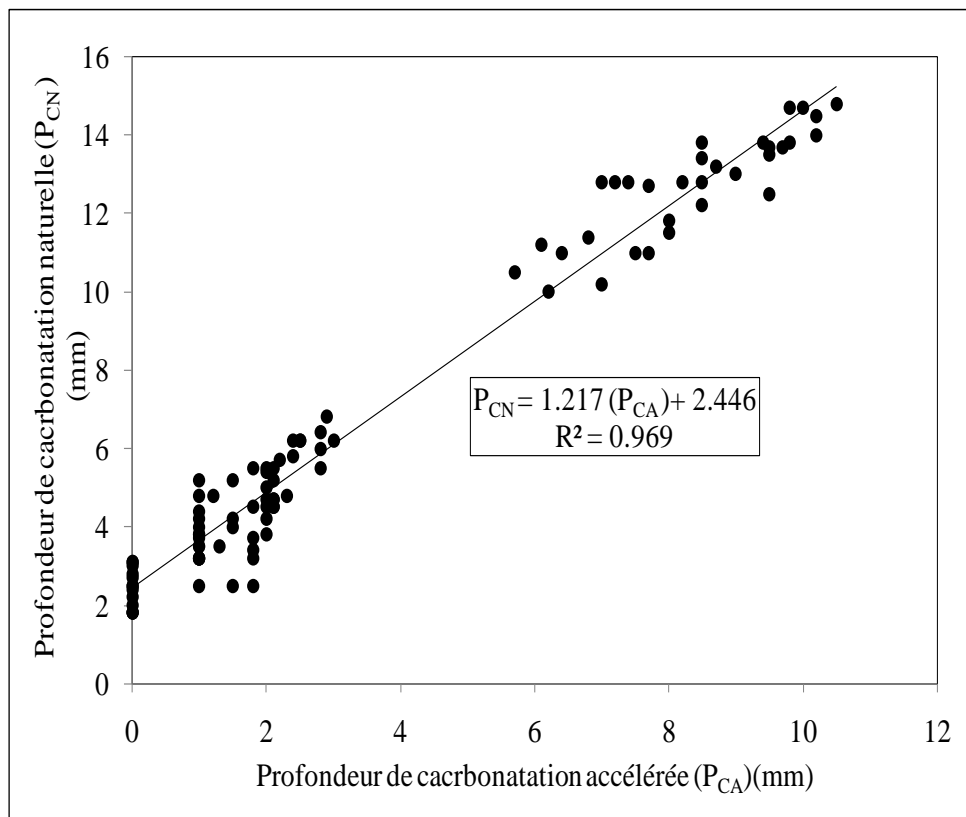
Figure V.9. Profondeur de carbonatation en condition accélérée et naturelle des mortiers à base du métakaolin (MK).



On peut également remarquer aussi de la Figure V.9, que les profondeurs de carbonatation des mortiers après 28 jours d'exposition à la carbonatation accélérée sont plus profondes que les profondeurs de carbonatation après 180 jours d'exposition à la carbonatation naturelle. Cela peut être dû à la concentration de  $\text{CO}_2$  qui est plus élevée dans la condition accélérée (environ 50%) par rapport à la concentration de  $\text{CO}_2$  dans la carbonatation naturelle (environ 0,04% dans l'atmosphère). Cependant, la carbonatation naturelle à long terme (exposition au  $\text{CO}_2$  pendant 365 jours) a présenté les profondeurs de carbonatation les plus élevées pour tous les mélanges du mortier.

Par une régression linéaire des résultats expérimentaux de la profondeur de carbonatation accélérée ( $P_{CA}$ ) en fonction de celle mesurée en condition naturelle ( $P_{CN}$ ), une relation mathématique (linéaire) entre les profondeurs de la carbonatation accélérée (après 14 et 28 jours d'exposition au  $\text{CO}_2$ ) et celles mesurées en conditions naturelles (durant 180 et 365 jours) des différents mortiers modifiés, a pu être donnée (voir la Figure V.10).

Une bonne corrélation a été donc observée entre les profondeurs de la carbonatation accélérée ( $P_{CA}$ ) et celles mesurées en conditions naturelles ( $P_{CN}$ ), avec un coefficient de la régression linéaire  $R^2 = 0,969$ . Les mêmes constatations ont été faites par Shah *et al.* [267] à ce propos. Alors, à partir de l'équation mathématique donnée dans la Figure V.10, la profondeur de la carbonatation naturelle ( $P_{CN}$ ) des mortiers modifiés avec le MK, la VC et la PB, peut être estimée correctement à partir des résultats de la profondeur de la carbonatation accélérée ( $P_{CA}$ ), quel que soit l'ajout minéral utilisé dans le mortier testé (MK, VC ou PB).



**Figure V.10.** Corrélation entre les profondeurs de la carbonatation accélérée et celle mesurée en conditions naturelles des différents mortiers étudiés.

### V.3.1. Suivi de la carbonatation naturelle par l'analyse thermogravimétrique (ATG)

La Figure V.11 montre des analyses d'ATG-ATD qui ont été réalisées sur des mortiers carbonatés et non-carbonatés (pour le mortier de référence (MC) et pour les mortiers avec des dosages optimums en ajout: MK25, VC20 et PB15. Pour ces analyses, les mortiers exposés à une carbonatation naturelle pendant 12 mois ont été testés.

Rappelons que les températures correspondantes à la déshydroxylation de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) se situent entre 540 et 850 °C [50] ou 540 et 950 °C [69]. Cependant, la Figure V.11 montre qu'il y a un pic principal entre 540-910 °C pour les mortiers sains (non-carbonatés) et deux pics principaux pour les mortiers carbonatés. Selon Villain *et al.* [211], la déshydroxylation de la calcite est influencée par la taille des grains. La calcite des granulats calcaires est le polymorphe le plus stable à la température par rapport à la calcite formée par la carbonatation (polymorphe moins stable) [212]. Par conséquent, dans le cas d'un matériau cimentaire contenant des agrégats calcaires, la déshydroxylation des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) due à la carbonatation, correspond au premier pic observé entre 540 et 780 °C [211,213], puis la déshydroxylation des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) des granulats calcaires entre 780 et 980 °C [214].

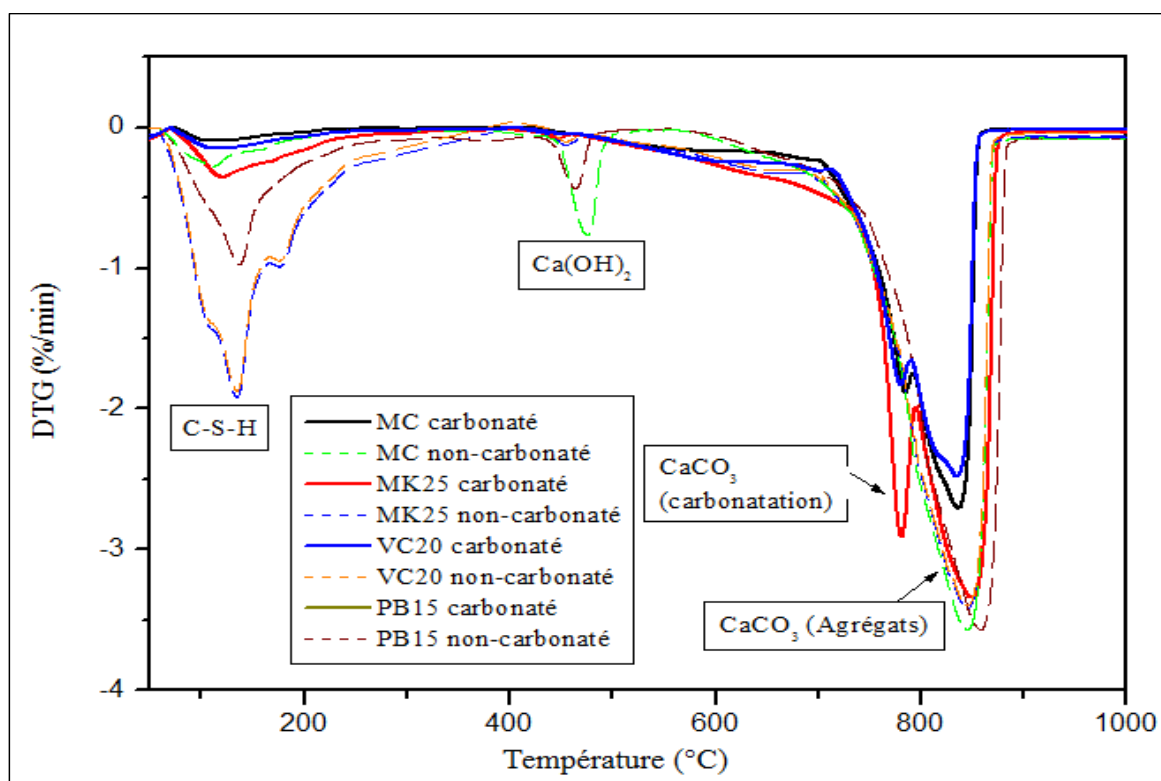


Figure V.11. Analyses ATD des mortiers modifiés carbonatés et non-carbonatés.

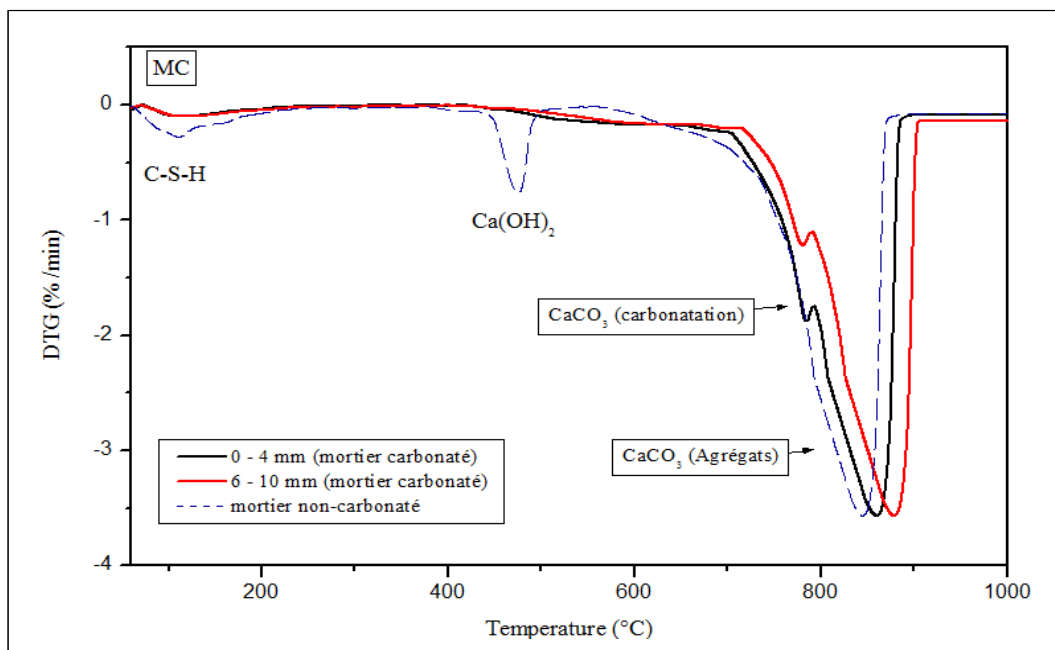
Donc, nous avons considéré que la perte en masse correspondante au profil de la carbonatation, se situe entre les températures 540 et 780 °C, où cet intervalle de températures a été utilisé pour calculer la teneur en  $\text{CaCO}_3$  (cf. section III.6.7) des mortiers carbonatés. Les analyses ATD des mortiers testés sont cohérentes avec les résultats de la profondeur de

carbonatation. Selon la taille des pics obtenus par l'analyse ATG, les résultats montrent une diminution de la proportion de phases de C-S-H et de la Portlandite avec l'augmentation de la teneur en carbonate de calcium des différents mortiers. Le pic indiquant la décomposition de  $\text{CaCO}_3$  dans le cas du mortier carbonaté MK25 est d'une taille moins importante que ceux observés dans le cas des mortiers carbonatés VC20, PB15 et MC, en raison de sa forte teneur initiale en C-S-H, ce qui explique les profonds fronts de la carbonatation dans le mortier à base du MK (cf. Figure. V.7).

De plus, afin de déterminer le profil de la carbonatation, des essais d'analyse ATD ont été réalisés sur trois tranches de chaque mortier : MC, MK25, VC20 et PB15 (cf. Figure. V.12, V.13, V.14 et V.15). Les échantillons (poudres) correspondent aux profondeurs suivantes:

- ✓ Tranche (1) : zone carbonatée : de 0 – 4 (mm) pour MC, MK25, VC20 et PB15,
- ✓ Tranche (2) : zone prélevée à la proximité du front de la carbonatation: de 6 – 10 (mm) pour le mortier témoin (MC), de 10 – 14 (mm) pour le mortier MK25 et VC20 et de 8 – 12 (mm) pour le mortier PB15,
- ✓ Tranche (3) : zone non-carbonatée (prélevée du cœur du mortier) pour MC, MK25, VC20 et PB15.

Les analyses d'ATD pour MC, MK25, VC20 et PB15 prélevées dans la zone carbonatée (0-4 mm), révèlent une teneur en  $\text{CaCO}_3$  significativement plus élevée que celle des échantillons prélevés à la proximité du front de carbonatation. En effet, la phase principale dans les premiers millimètres dans la zone carbonatée (0-4 mm) est principalement la phase de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ). Cependant, les échantillons prélevés à la proximité du front de la carbonatation peuvent être un mélange physique des phases carbonatées et non-carbonées. L'absence de pic de  $\text{CaCO}_3$  pour les échantillons non-carbonés, indique qu'aucune des phases n'était carbonatée. Les pics entre la température de 780-910 °C dans les mortiers carbonatés et non-carbonatés correspondent au  $\text{CaCO}_3$  du sable utilisé.



**Figure V.12.** Analyses ATD du mortier de contrôle (MC) carbonaté et non-carbonaté.

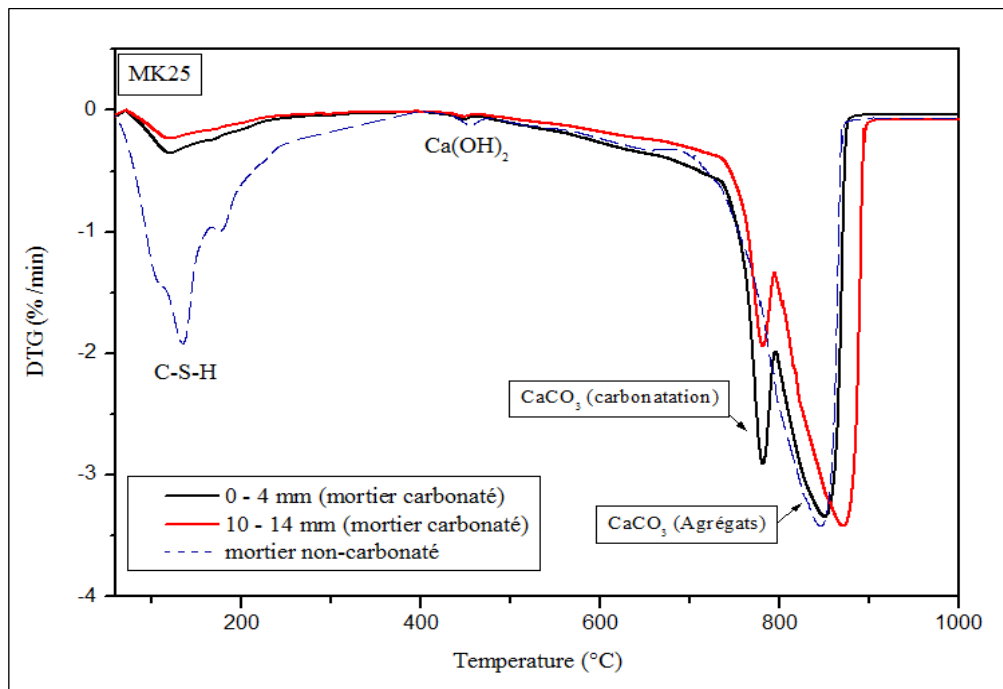


Figure V.13. Analyses ATD du mortier MK25 carbonaté et non-carbonaté.

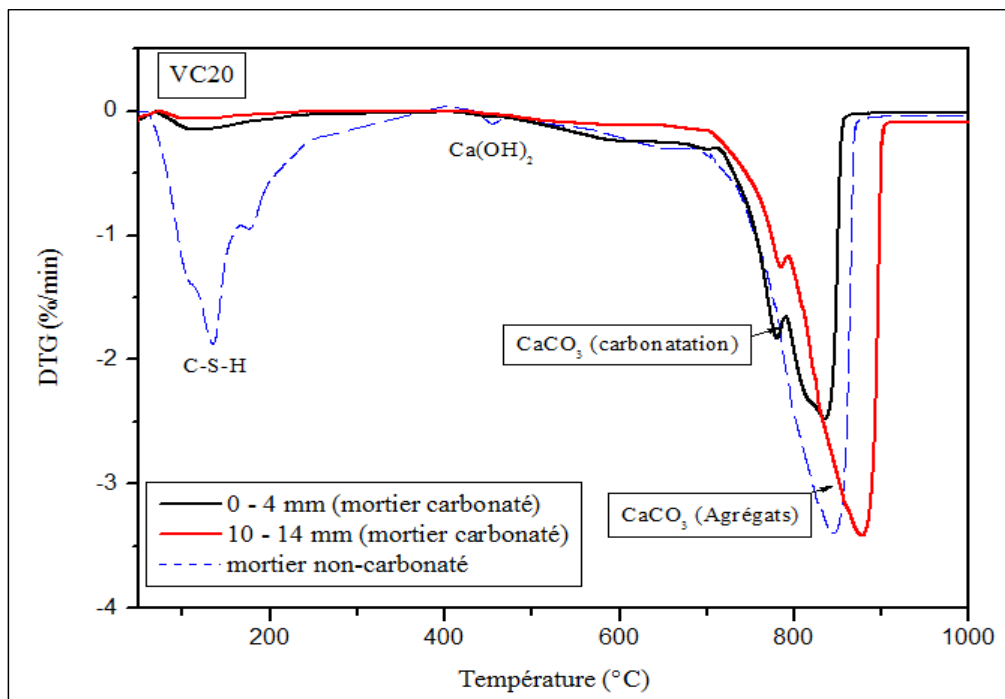


Figure V.14. Analyses ATD du mortier VC20 carbonaté et non-carbonaté.

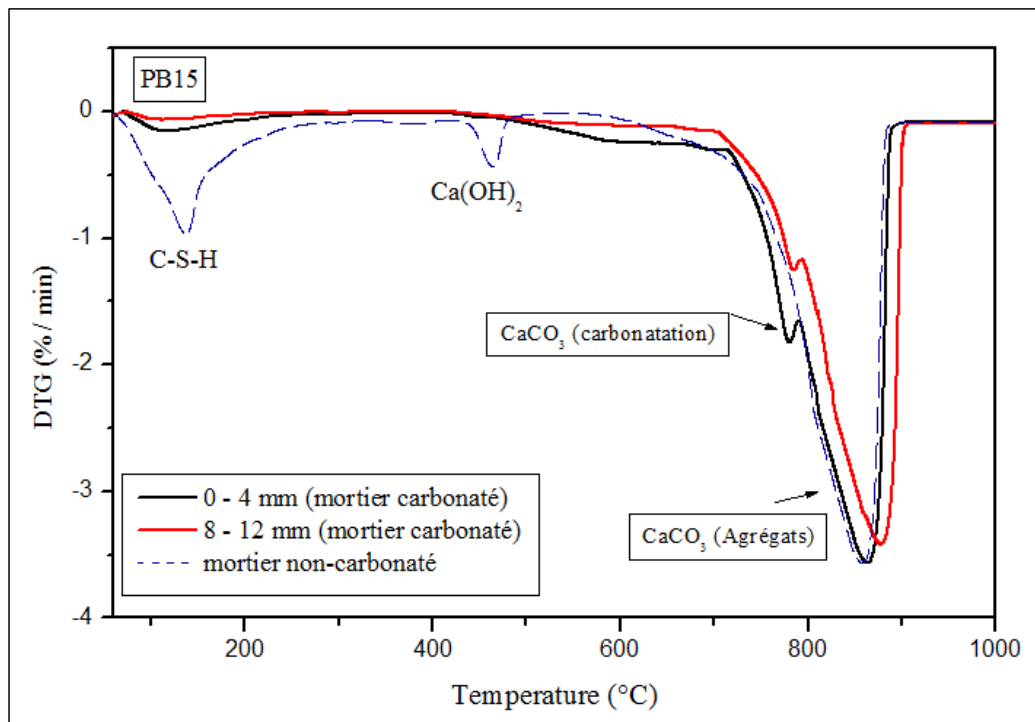
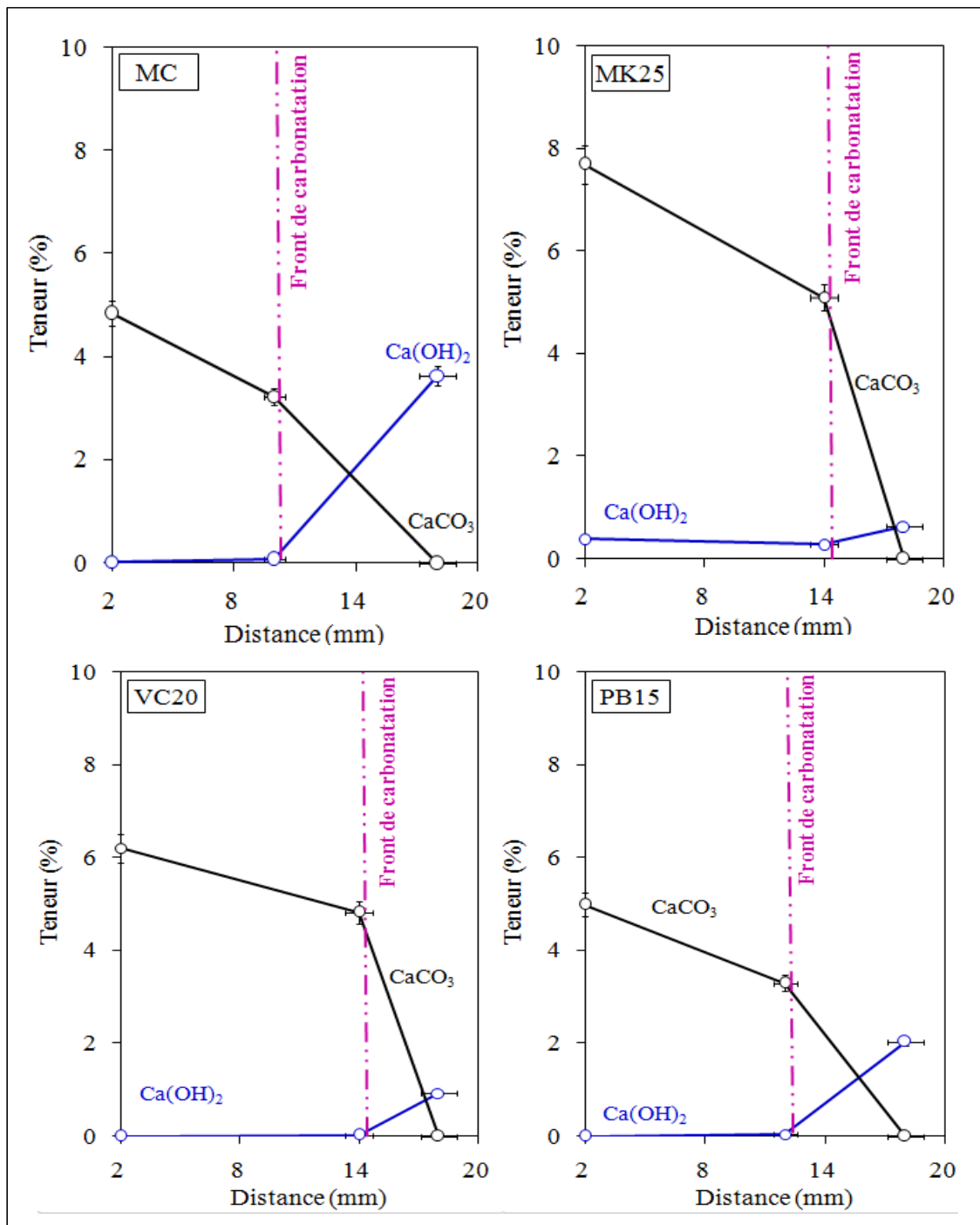


Figure V.15. Analyses ATD du mortier PB15 carbonaté et non-carbonaté.

La Figure V.16 montre les profils de la Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) et de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) pour les mortiers MC, MK25, VC20 et PB15 qui ont été soumis à une carbonatation naturelle pendant 12 mois. Une bonne corrélation a été mise en évidence entre la consommation de la Portlandite et la formation de  $\text{CaCO}_3$  dans les zones carbonatées. Les résultats d'analyse ATD montrent que le mortier de contrôle (MC) a une teneur en  $\text{CaCO}_3$  la plus faible, dans les deux tranches de la surface carbonatée, par rapport à celle des mortiers modifiés: MK25, VC20 et PB15. La teneur en calcite ( $\text{CaCO}_3$  [%]) pour les mortiers MC, MK25, VC20 et PB15 est respectivement égale à 4,63%, 7,69%, 6,21% et 4,99%. Cependant, le mortier témoin (MC) non-carboné a également la teneur la plus élevée en Portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) estimée de 3,63%. Ces résultats confirment la valeur inférieure de la profondeur de carbonatation pour le mortier MC.



**Figure V.16.** Profils de  $\text{CaCO}_3$  et de  $\text{Ca(OH)}_2$  des mortiers MC, MK25, VC20 et PB15 soumis à une carbonatation naturelle pendant 12 mois.

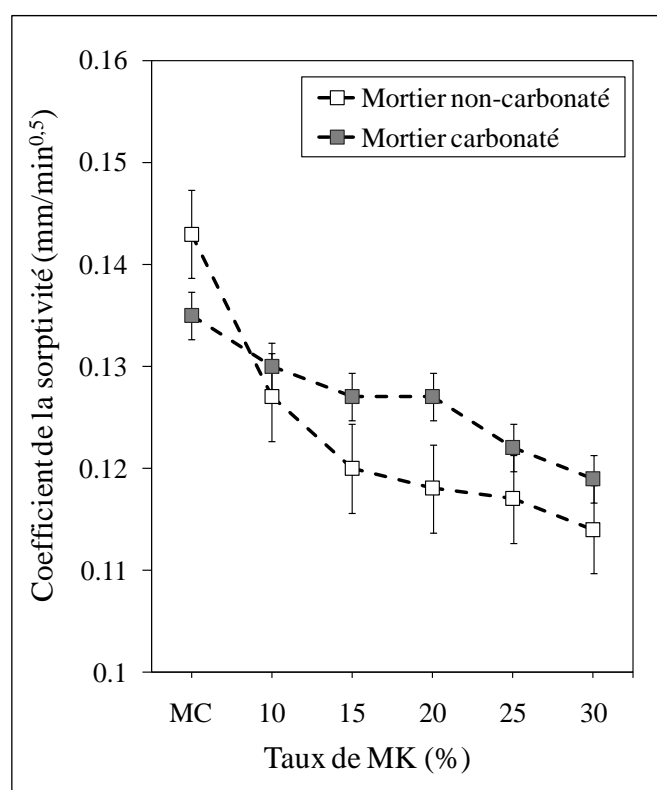
#### V.4. Conséquences de la carbonatation

L'impact de la carbonatation sur les propriétés de transfert, notamment l'absorption capillaire, la porosité accessible à l'eau et la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB, a été étudié.

Une comparaison par rapport à ces différentes propriétés de transfert, a été effectuée entre des mortiers non-carbonatés (à l'âge de 56 jours) et des mortiers carbonatés en conditions accélérées pendant 28 jours (28 jours de durcissement + 28 jours de carbonatation accélérée) (cf. section III.7).

#### V.4.1. Influence de la carbonatation accélérée sur l'absorption capillaire

En ce qui concerne l'effet de la carbonatation sur le coefficient de la sorptivité, les Figures V.17, V.18 et V.19 montrent des coefficients de sorptivité légèrement plus élevés pour les mortiers carbonatés à base du MK, de la VC et de la PB par rapport aux mortiers non-carbonatés correspondants. Nous rappelons ici que des détails sont donnés sur le calcul de ce coefficient de l'absorption capillaire dans la section III.8.



**Figure V.17.** Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK.

À partir des résultats obtenus, pour les mélanges optimaux : MK25, VC20 et PB15, une augmentation du coefficient de l'absorption capillaire, respectivement d'environ 4%, 3% et 2%, a été enregistrée dans le cas des échantillons carbonatés, par rapport à ceux non-carbonatés correspondants. Cependant, la valeur du coefficient de la sorptivité du mortier témoin (MC) a diminué de 5% après la carbonatation accélérée appliquée, malgré que sa teneur en  $\text{CaCO}_3$  est inférieure à celle des mortiers modifiés MK25, VC20 et PB15 (cf. la Figure V.16). Cela signifie que le mortier témoin (MC) est avec une connectivité du réseau poreux plus faible que celles des autres mortiers (modifiés avec les dosages optimums en ajouts) après une carbonatation accélérée.

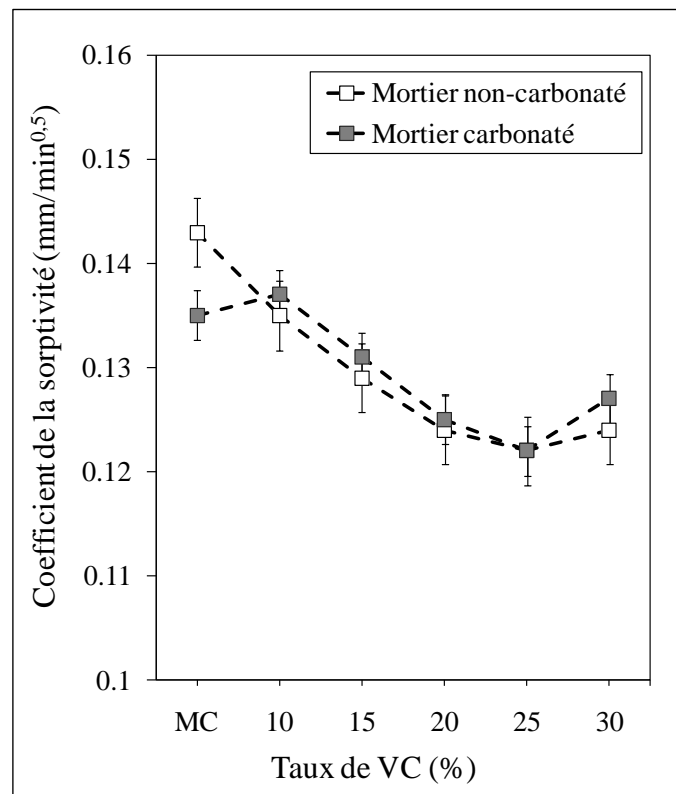


Figure V.18. Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC.

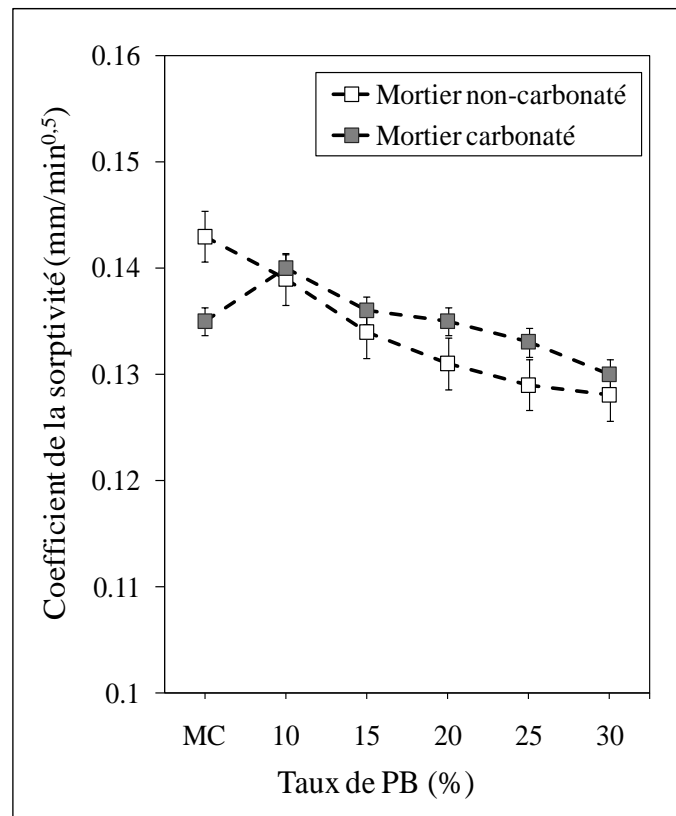


Figure V.19. Coefficient de la sorptivité des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB.



**V.4.2. Influence de la carbonatation accélérée sur la porosité accessible à l'eau**

Le même comportement que celui de la sorptivité des matériaux carbonatés, discuté dans la partie précédente (même évolutions des différentes courbes tracées), a été aussi remarqué concernant l'impact de la carbonatation accélérée sur la porosité ouverte (accessible à l'eau) du mortier (*cf.* les Figures V.20, V.21 et V.22).

La carbonatation de la Portlandite, notamment dans le cas du mortier témoin (riche en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), provoque une augmentation du volume des phases solides, ce qui entraîne une diminution de la porosité totale du matériau. Des conclusions similaires ont été signalées par [268]. Notons ici que la porosité ouverte du MC a diminué d'environ 2% après l'exposition à la carbonatation accélérée, ce qui est conforme aux résultats de la sorptivité discutés ci-dessus. En outre, quel que soit le dosage en ajout minérale, les résultats indiquent une augmentation dans la porosité après la carbonatation pour les mortiers à base du MK, de la VC et de la PB. Nous donnons l'exemple ici des mortiers avec des dosages optimum en additions minérales (MK25, VC20 et 15PB), dont des augmentations de la porosité de 2%, 1.5% et 3% ont été enregistrées respectivement pour ces mortiers carbonatés par rapport à ceux correspondant non carbonatés.

Le changement des phases solides dues à la carbonatation dans le cas des liants composés (ciment avec le MK, la VC ou avec la PB) révèle une augmentation de la sorptivité et de la porosité du matériau, ce qui prouve que la carbonatation résulte une modification importante de la microstructure des mortiers à base de différentes additions minérales. La carbonatation de C-S-H, produite par l'activité pouzzolanique de l'ajout utilisé, provoque une baisse du volume de la phase solide du matériau [232]. Auroy [68] a constaté que la carbonatation des ciments composés (liant à base d'un ajout minéral) a produit des grands pores capillaires non observés dans le cas du ciment Portland seul. L'auteur a interprété cette conséquence de la carbonatation comme un effet de la teneur limitée en Portlandite dans le système, en raison de la réaction pouzzolanique des ajouts. De plus, Morandea *et al.* [264] ont confirmé que la carbonatation entraîne une réduction du volume des pores pour les pâtes à base du ciment Portland, alors qu'un grossissement significatif de la structure des pores a été obtenu pour les pâtes contenant des cendres volantes. La décalcification du C-S-H pouzzolanique ne libère pas d'eau physique, pendant la carbonatation. Ce qui conduit à la formation d'un gel de silice hautement hydraté avec un rapport C/S plus petit et un volume molaire inférieur au volume molaire de C-S-H non-carbonaté. Par contre, pour la carbonatation de la Portlandite (cas du mortier à base du ciment seul (MC)), où cette perte de volume est compensée par la précipitation des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), qui conduit au colmatage des pores (le volume molaire de la Portlandite est égal à  $33 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  alors qu'il est égal à  $35 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$  pour la calcite [264]).

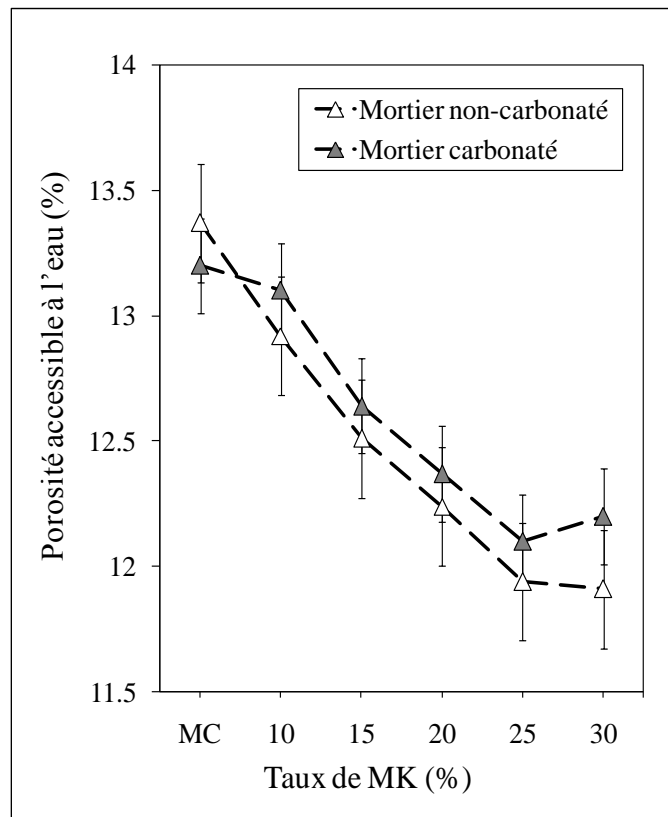


Figure V.20. Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK.

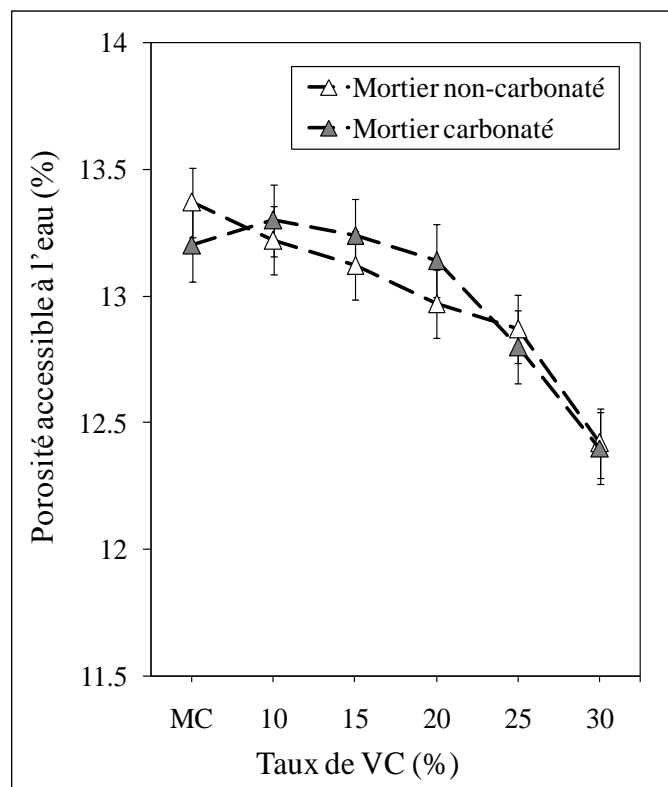


Figure V.21. Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC.

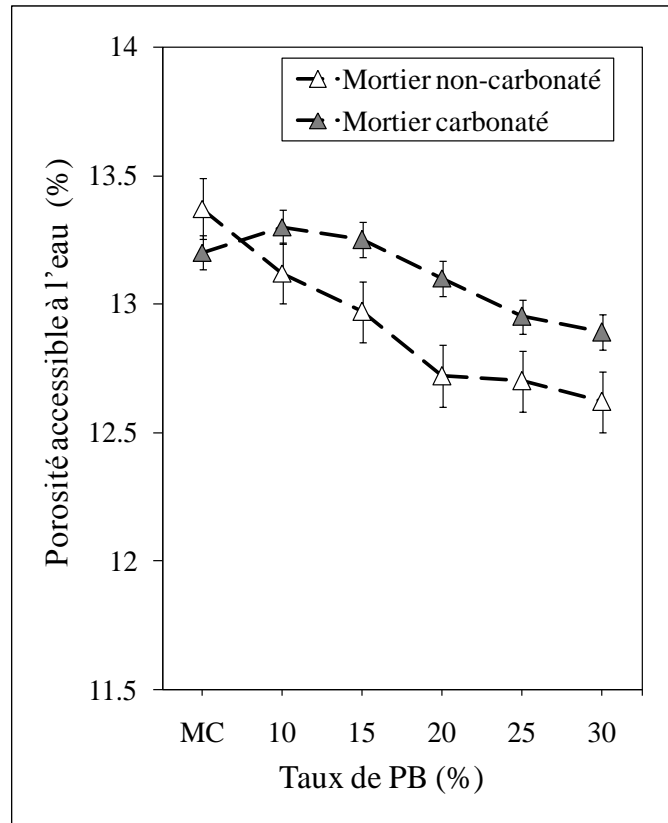


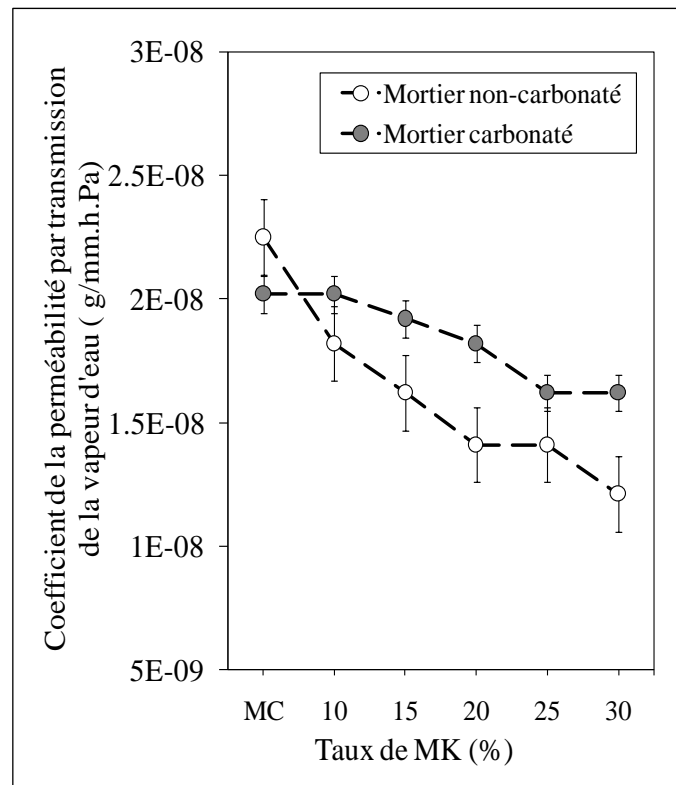
Figure V.22. Porosité accessible à l'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB.

#### V.4.3. Influence de la carbonatation accélérée sur la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE)

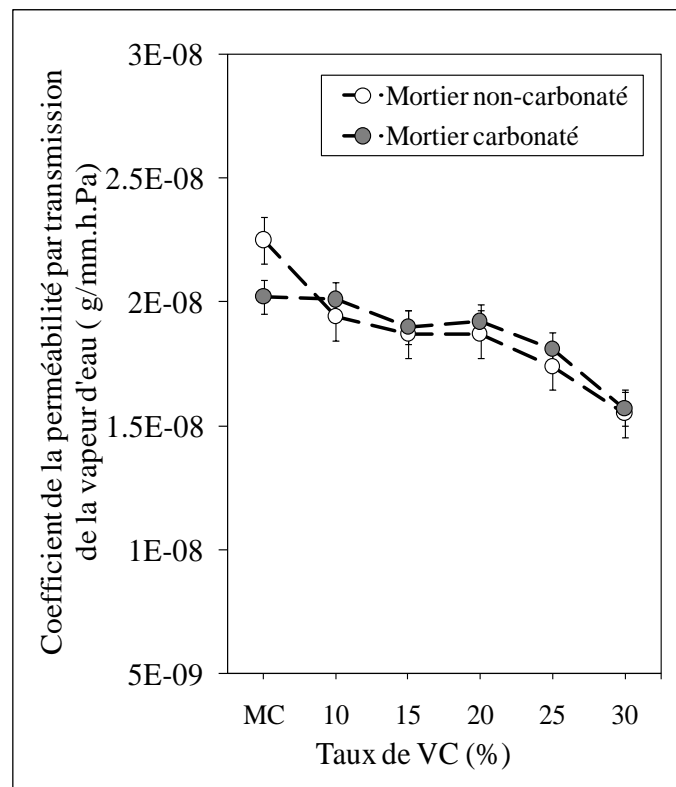
L'influence de la carbonatation sur le coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau a été vérifiée sur des disques de mortiers de section ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$ .

Par comparaison des coefficients de cette perméabilité (PTVE) des différents mortiers carbonatés et non-carbonatés (*cf.* les Figures. V.23, V.24 et V.25), une baisse de la perméabilité a été observée suite à la carbonatation dans le cas du mortier témoin (MC). Ce fait est directement lié au colmatage des pores à cause de la précipitation de carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), rendant la structure poreuse du mortier MC plus dense et compacte. La diminution de la perméabilité (PTVE) enregistrée est d'environ 10% par rapport au mortier MC non-carbonaté.

Dans le cas des mortiers à base du métakaolin (MK), de la vase (VC) et de la poudre de brique (PB), le comportement opposé est mis en évidence. Suite à la carbonatation, le coefficient de la perméabilité à la vapeur d'eau augmente d'autant plus que le mortier est riche en ajout. Quelle que soit la teneur en MK, en VC ou en PB, tous les mortiers carbonatés ont une perméabilité PTVE plus élevée que celles des mortiers non-carbonatés correspondants. Ce qui représente les mêmes observations décrites dans la section précédente (l'effet de la carbonatation sur l'absorption capillaire et la porosité).

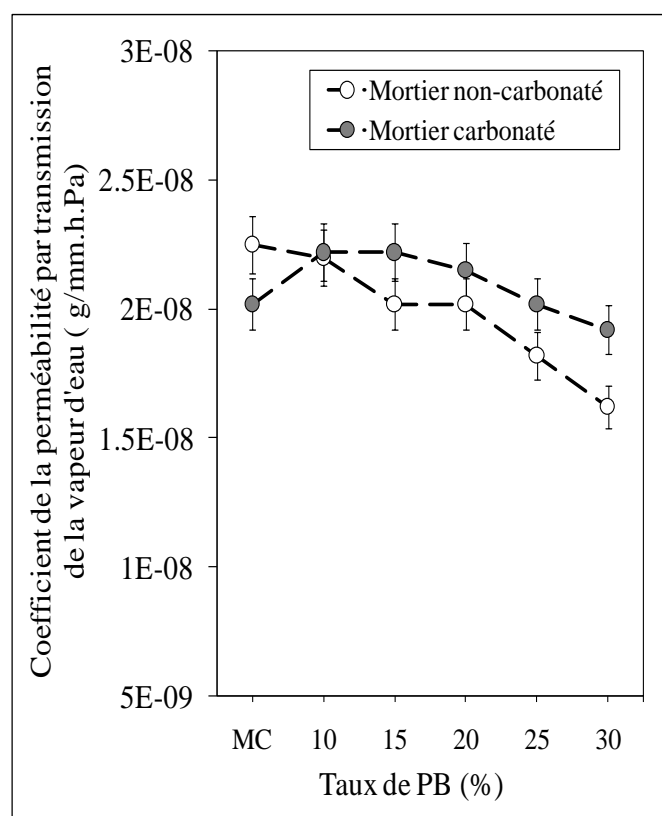


**Figure V.23.** Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base du MK.



**Figure V.24.** Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de VC.

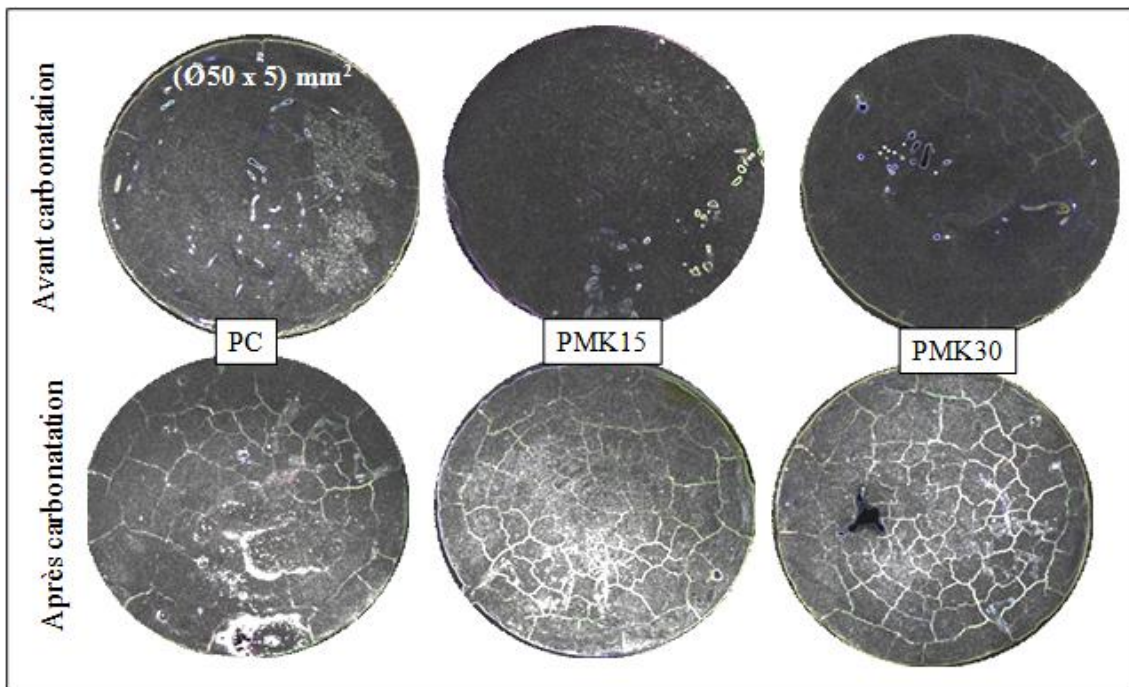
Ces résultats de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des différents mortiers modifiés, pourrait être expliqués par le changement dans la structure poreuse (la taille des pores) et la connectivité des pores des mortiers après la carbonatation. De plus, l'augmentation de la PTVE des mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB peut être à l'origine d'un retrait de carbonatation, dû à la décalcification d'une quantité importante des silicates de calcium hydratés (C-S-H) induite par la carbonatation. En effet, puisque la carbonatation du C-S-H pouzzolanique s'accompagne d'une réduction globale du volume des solides [232], connue sous le nom d'un "retrait de carbonatation" [266], elle mène à l'apparition des microfissures, comme l'ont déjà observés par plusieurs chercheurs [269,270]. En plus, selon Auroy [68] la connectivité du réseau poreux et la microfissuration des matériaux cimentaires après la carbonatation, sont considérées comme les principales raisons à l'augmentation de la perméabilité dans les matériaux à base des liants composés (ciment + ajout).



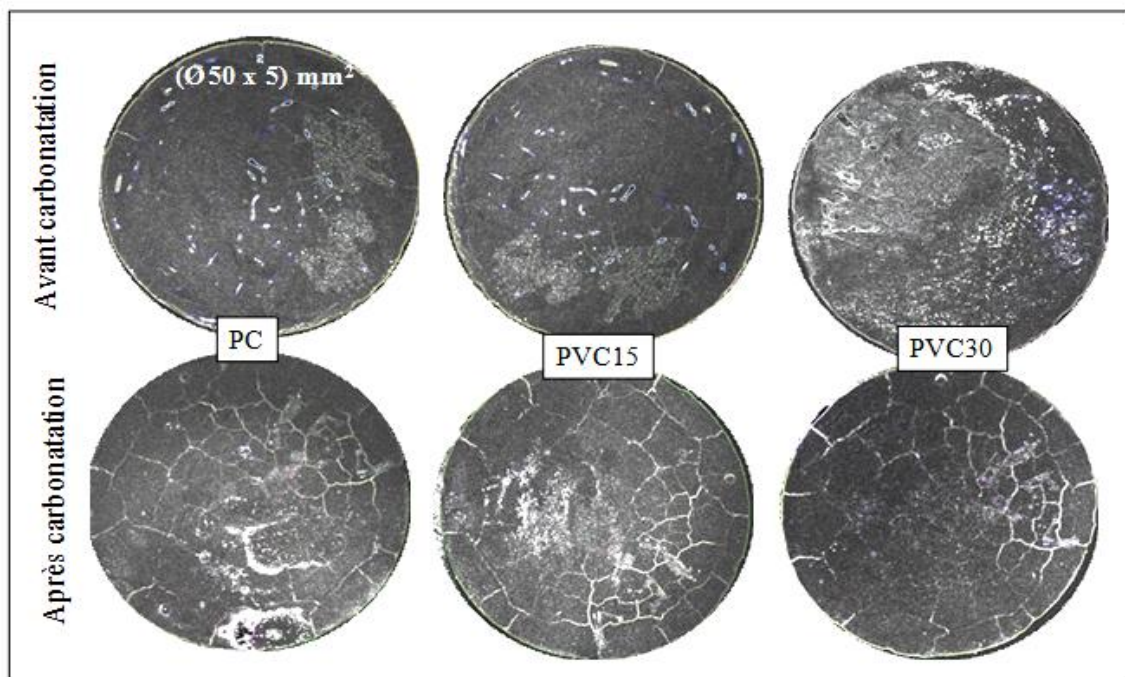
**Figure V.25.** Coefficient de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des mortiers carbonatés et non-carbonatés à base de PB.

#### V.4.4. Microfissuration

Les constatations présentées ci-dessus ont été confirmés par les résultats des Figures V.26, V.27 et V.28. Des clichés de la surface des disques de pâte carbonatés (en conditions accélérées) et non-carbonatés de section ( $\text{Ø}50 \times 5$ ) mm<sup>2</sup>, imprégnés avec une résine fluorescente, ont été pris sous une lampe ultra-violette (cf. section III.7.1).



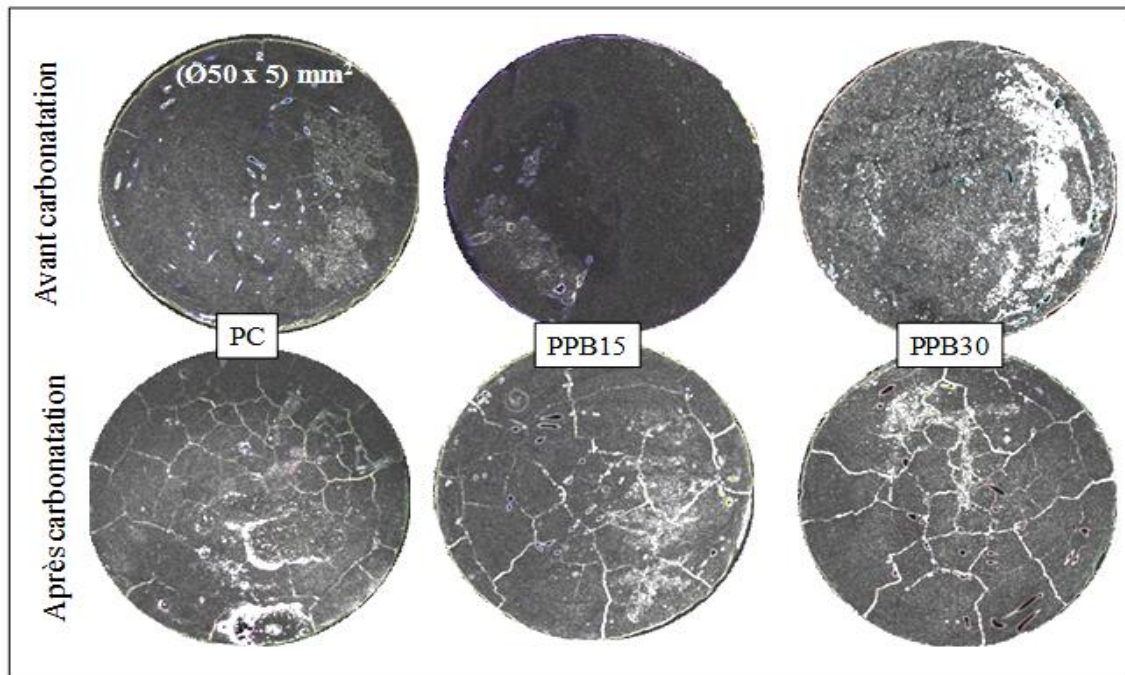
**Figure V.26.** Photos des pâtes (Ø50 x 5) mm<sup>2</sup> à base du MK avant et après la carbonatation (après traitement d'image).



**Figure V.27.** Photos des pâtes (Ø50 x 5) mm<sup>2</sup> à base de VC avant et après la carbonatation (après traitement d'image).

La présence des fissures est mise en évidence à la surface de l'ensemble des pâtes carbonatées et le phénomène apparaît plus ou moins marqué selon la formulation de la pâte. Plus le volume de l'ajout (MK, VC ou PB) est important, plus les microfissurations (dues au retrait) dans les pâtes carbonatées sont bien remarquables.

Les microfissures relatives à la pâte de contrôle (PC) sont moins remarquables à celles observées dans le cas des pâtes à base du MK, de la VC ou de la PB. Ces résultats sont cohérents avec les évolutions de la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau des différents mortiers testés. Donc, l'augmentation de la perméabilité apparaît d'autant plus forte, que l'effet de la microfissuration (retrait) est marqué.



**Figure V.28.** Photos des pâtes ( $\text{Ø}50 \times 5$ )  $\text{mm}^2$  à base de PB avant et après la carbonatation (après traitement d'image).

## V.5. Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de présenter et d'analyser les différents résultats relatifs à la carbonatation en condition accélérée et naturelle des différentes formulations du mortier à base du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB). L'originalité de cette étude provient d'une part dans la comparaison de l'influence des trois ajouts utilisés (MK, VC et PB) sur la profondeur de carbonatation du mortier, et d'autre part, dans l'étude de l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transferts.

Les résultats expérimentaux obtenus montrent que la profondeur de la carbonatation des différents mortiers a augmenté avec l'augmentation du taux de la substitution du ciment par le MK, la VC ou la PB, en raison de la consommation de la Portlandite par les réactions pouzzolanique. Les mortiers modifiés avec du métakaolin (MK) présentent des profondeurs de carbonatation plus élevées que celles des mortiers à base de la VC et de la PB. Les analyses d'ATD révèlent une diminution importante des phases totales de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de C-S-H, avec une augmentation de la phase des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) pour les différents mortiers carbonatés (témoin et à base d'additions minérales).

L'influence de la carbonatation sur certaines propriétés de transferts, notamment la porosité accessible à l'eau, la sorptivité et la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau, a été également vérifiée dans ce chapitre. Il s'avère une diminution et une augmentation des propriétés de transferts suite à la carbonatation, selon la composition minéralogique initiale du mortier (sans ou avec ajout). En raison du colmatage des pores par les carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), les coefficients de la sorptivité, la porosité et la perméabilité (PTVE) du mortier témoin (sans ajout) diminuent après la carbonatation. Par contre, dû au retrait de carbonatation, qui conduit à l'apparition des microfissures, les différentes propriétés de transferts des mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB augmentent significativement après une carbonatation accélérées (appliquée ici pendant 28 jours).



# Chapitre VI.

## Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)

---

### Sommaire

VI.1. Introduction .....	186
VI.2. Applications des modèles empiriques .....	187
VI.3. Applications des modèles semi-empiriques (physico-chimiques) .....	187
VI.4. Applications des modèles de réseaux de neurones artificiels (RNA) .....	188
VI.4.1. Réseau de Neurones Artificiel .....	188
VI.4.2. Types de réseaux de neurones.....	189
VI.4.3. Architecture d'un réseau de neurones .....	190
VI.4.4. Apprentissage des réseaux de neurones .....	192
VI.4.5. Conception d'un réseau de neurones .....	193
VI.4.6. Performance d'un modèle de réseau de neurones .....	194
VI.4.7. Prédiction de la profondeur de carbonatation des matériaux cimentaires par l'approche neuronale (RNA).....	195
VI.5. Modélisation de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés .....	198
VI.5.1. Base de données .....	198
VI.5.2. Analyse statistique de base de données.....	202
VI.5.3. Architecture du réseau neuronal.....	203
VI.6. Analyse de la modélisation (RNA) .....	205
VI.7. Validation du modèle développé.....	208
VI.8. Conclusion .....	210

# Chapitre VI.

## Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)

---

### VI.1. Introduction

Dans la pratique, l'ingénieur est toujours à la recherche d'un outil et d'une méthodologie qu'ils lui permettront de résoudre un certain nombre de problèmes rencontrés, avec une fiabilité rassurante [271]. Il est bien clair que toute mesure est tachée d'erreur (échantillonnage, lecture, mesure...), d'où la nécessité de la recherche des modèles assez puissant qui répondent aux questions d'ingénieurs avec une représentativité acceptable. La recherche reliée à la prédiction de la durée de vie des structures en béton armé en termes de corrosion induite par la carbonatation a été largement étudiée ces dernières années [272], en utilisant des modèles mathématiques. Plusieurs études [273,274] s'accordent sur le fait que la profondeur de la carbonatation peut être exprimée par une relation mathématique. Il est donc évident qu'une loi mathématique capable de reproduire tous les aspects de la cinétique de la carbonatation d'un matériau cimentaire serait excessivement complexe. Cependant, l'utilisation des réseaux de neurones artificiels (RNA) peut, dans ces cas précis, apporter beaucoup de contribution à ces problèmes complexes. Plusieurs travaux de recherches ont montré clairement le potentiel et les possibilités d'application des modèles de réseaux de neurones artificiels, en résolvant des problèmes de structures, de géotechnique et de béton [275]. Et même en les combinant avec d'autres techniques, telles que les algorithmes génétiques ou la logique floue pour avoir des modèles de prédiction plus fiables [276, 277]. En effet, bien qu'on ait réalisé des progrès considérables dans ce domaine, il n'existe actuellement aucun modèle mathématique capable de décrire parfaitement la carbonatation des matériaux à base de la kaolinite (métakaolin, sédiments calcinés, poudre de brique), bien que ces additions minérales ont été intégrées dans de nombreux liants au cours de ces dernières années.

Une description théorique sur la technique des réseaux de neurones artificiels (RNA) est abordée et certains modèles, développés par l'intelligence artificielle afin de prédire la profondeur de la carbonatation des différents matériaux cimentaires, sont présentés dans la première partie de ce chapitre. Dans la deuxième partie, une présentation du modèle développé à l'aide des réseaux de neurones artificiels, pour la prévision de la profondeur de carbonatation des différents mortiers à base des différents ajouts minéraux (MK, VC et PB), est donnée, en focalisant sur les paramètres les plus influents sur la carbonatation du matériau cimentaire testé. Ensuite, les résultats de la simulation numérique et les performances du modèle développé sont présentées et discutées.

## VI.2. Applications des modèles empiriques

En considérant que la vitesse de carbonatation est contrôlée par la diffusion, sous gradient de concentration du CO<sub>2</sub> dans le réseau poral du béton [36], plusieurs modèles empiriques ont été développés basés sur la première loi de Fick (*cf.* Eq. VI.1), pour prédire la profondeur de carbonatation X<sub>c</sub>, sous des conditions différents (accélérées ou in situ) [278].

$$X_c = K \cdot \sqrt{t} \quad (\text{Eq. VI.1})$$

Des modèles issus des résultats expérimentaux ont été développés. Ils se différencient les uns des autres selon le coefficient de carbonatation (*K*) pris en considération, tels que le rapport E/C [279], dosage en ciment [280] et la résistance à la compression [281]. Par contre, l'utilisation des ajouts minéraux dans les bétons a compliqué cette modélisation, et devient très limitée à cause de la grande diversité des ajouts cimentaires utilisés de nos jours, et de leurs effets physico-chimiques sur le phénomène de carbonatation. D'autre part, ces modèles ne tiennent pas compte des caractéristiques physico-chimiques des matériaux considérés et ne permettent pas de prédire le comportement à long terme, ni d'établir un lien entre carbonatation et corrosion [282]. C'est ce qui a amenée au développement de modèles physico-chimiques analytiques [281].

## VI.3. Applications des modèles semi-empiriques (physico-chimiques)

De nombreux modèles de carbonatation ont été élaborés sous la forme présentée dans l'équation (*cf.* Eq. VI.1), c.-à-d. leur développement commence à partir de base théorique (1<sup>ère</sup> loi de Fick). Ce sont des modèles semi-empiriques basés sur des données liées aux caractéristiques du béton et à son milieu environnant. Le premier modèle physico-chimique qui a été développé pour prédire la carbonatation du béton est celui de Papadakis *et al.* [283]. C'est un modèle qui a été validé par des essais accélérés de la carbonatation. En plus des cinétiques de carbonatation, les réactions d'hydratation et de dissolution des hydrates sont prises en compte dans ce modèle analytique. La profondeur de la carbonatation peut être calculée selon l'expression suivante (*cf.* Eq. VI. 2) [36]:

$$X_c = \sqrt{\frac{2D_{CO_2}[CO_2]}{[CH] + 3[CSH] + 3[C_3S] + 2[C_2S]}} \sqrt{t} \quad (\text{Eq. VI.2})$$

avec :

X<sub>c</sub> [m] : est la profondeur de carbonatation;

D<sub>CO<sub>2</sub></sub> [m<sup>2</sup>/s] : est le coefficient de diffusion du CO<sub>2</sub> dans la zone carbonatée du béton;

[CO<sub>2</sub>] [mol/m<sup>3</sup>] : est la concentration molaire du CO<sub>2</sub> dans la phase gazeuse au contact du béton;

$[CH]$ ,  $[C-S-H]$ ,  $[C_3S]$  et  $[C_2S]$   $[\text{mol}/\text{m}^3]$  : sont les concentrations molaires de chacun des constituants réactifs dans le béton durant la carbonatation;

$t$  : est le temps [s].

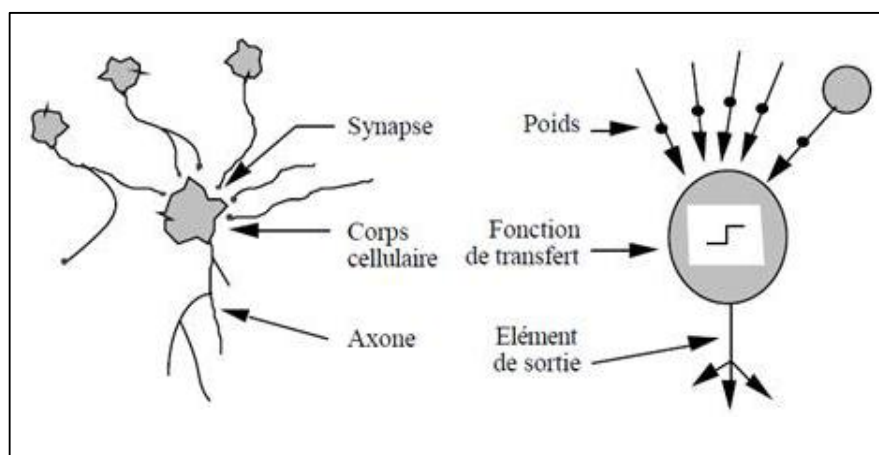
Ce modèle a donné de bonnes corrélations avec les résultats expérimentaux pour des humidités relatives bien spécifiées. Il rapporte un système non linéaire compliqué d'équations différentielles dans l'espace et dans le temps. Plus tard, plusieurs chercheurs [284-286] ont inspirés leurs modèles de celui de Papadakis cité précédemment, en ajoutant d'autres paramètres microstructuraux dans leurs formules. Ta *et al.* [287] ont développé un méta-modèle inspiré des modèles physico-chimiques, prenant en considération des paramètres liés aux proportions du mélange, des conditions environnementales et des conditions de cure. Malgré la performance de ce modèle qui peut être appliqué sur une large gamme de mélanges, sa complexité le rend difficile à appliquer en demandant un outil informatique puissant et beaucoup de temps pour l'expectation. Ce qui est le cas pour tous les modèles semi-empiriques ou physico-chimiques [282].

#### VI.4. Applications des modèles de réseaux de neurones artificiels (RNA)

De nos jours, l'utilisation des réseaux de neurones dans divers domaines ne cesse de croître. Les applications en sont multiples et variées.

##### VI 4.1. Réseau de Neurones Artificiel

Le réseau de neurones artificiel est un modèle mathématique composé de nœuds fortement reliés entre eux. Il élabore un modèle complexe d'entrée avec un modèle complexe de sortie. Les réseaux de neurones artificiels trouvent leur origine de réseaux biologiques dont ils ont une capacité étonnante d'apprendre sur la base de formation d'entrée-sortie, semblables au cerveau [282] (*cf.* Figure VI.1). La puissance du calcul neuronal vient de l'intercommunication massive des neurones et de la nature adaptative des poids ( $W_i$ ) qui relie l'ensemble des neurones. Ces derniers se sont avérés très utiles en apprenant des rapports complexes entre les données multidimensionnelles.



**Figure VI.1.** Mise en correspondance neurone biologique/neurone artificiel [282].

Un réseau de neurones est un modèle de calcul dont la conception est très schématiquement inspirée du fonctionnement de vrais neurones. Les réseaux de neurones sont généralement optimisés par des méthodes d'apprentissage de type statistique. C'est bien qu'ils sont placés d'une part dans la famille des applications statistiques, qu'ils enrichissent avec un ensemble de paradigmes permettant de générer de vastes espaces fonctionnels souples et partiellement structurés, et d'autre part, dans la famille des méthodes de l'intelligence artificielle qu'ils enrichissent en permettant de prendre des décisions, s'appuyant davantage sur la perception que sur le raisonnement logique formel. Les réseaux de neurones artificiels sont des réseaux fortement connectés de processeurs élémentaires fonctionnant en parallèle. Chaque processeur élémentaire calcule une sortie unique sur la base des informations qu'il reçoit. Toute structure hiérarchique de réseaux est évidemment un réseau.

#### **VI.4.2. Types de réseaux de neurones**

Il existe plusieurs types de réseaux, ces derniers diffèrent essentiellement dans l'architecture et les règles d'apprentissage et d'organisation. On distingue deux grandes familles de réseaux de neurones :

- ✓ Les réseaux de neurones statique (non bouclés) appelés aussi "réseaux de type Perceptron", ce sont des réseaux dans lesquels le flux d'information se propage de couche entré vers couche cachés, jusqu'à la sortie sans retour en arrière. Ces derniers sont simples, robustes et très puissants dans l'identification du modèle et la classification. Un réseau de neurone non bouclé réalise une ou plusieurs fonction des ses entrées par composition des fonctions réalisées par chacun des neurones [288].
- ✓ Les réseaux de neurones dynamiques (bouclés) appelés aussi "réseaux récurrents", sont des réseaux dans lesquels le flux d'information se propage en avant et en arrière. Un réseau de neurone bouclé à temps discret, réalise une ou plusieurs équations non linéaires, par composition des fonctions réalisées par chacun des neurones et de retard associés à chacune des connexions [282].

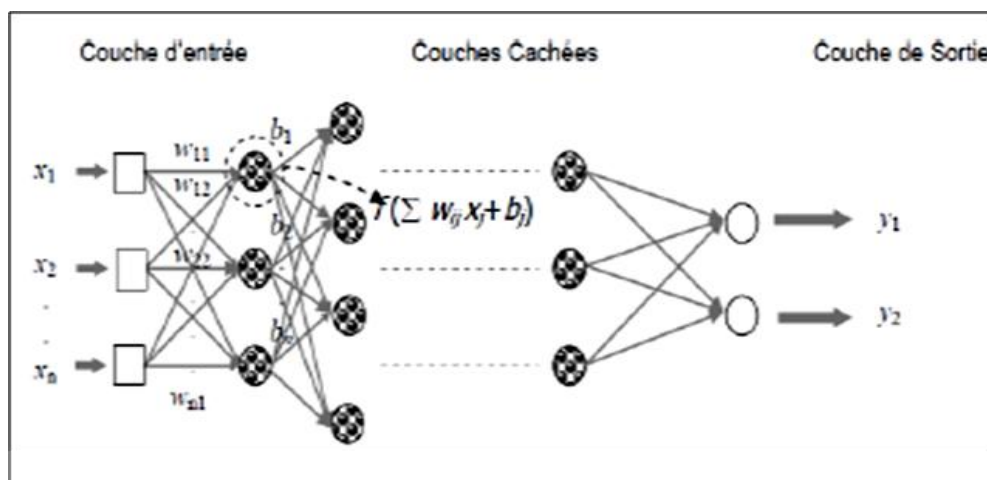
##### **✓ Perceptron monocouche**

Un perceptron monocouche (simple couche) consiste en un ou plusieurs neurones artificiels en parallèle [271]. Les neurones peuvent être du même type que ceux vu dans l'applet de neurone artificiel. Chaque neurone dans la couche fourni une sortie de réseau qui est généralement connecté au monde extérieur (ou aux entrées de l'environnement) [275]. Les réseaux à une seule couche ne peuvent pas tout apprendre: ils ne sont pas computationnellement complets. Un perceptron à deux entrées ne peut résoudre que 14 fonctions. Lorsque le nombre d'entrées (n), augmente, la proportion de fonctions qui peuvent être approximées diminue rapidement [277].

##### **✓ Perceptron multicouche**

Le réseau perceptron multicouche comporte une couche d'entrées, une ou plusieurs couches cachées et une couche de sortie (*cf.* Figure VI.2).

Chaque couche contient des unités de calcul (neurones) connectées à d'autres neurones par des poids [289]. En fait, chaque neurone va calculer une somme pondérée de ses entrées qu'il va transmettre à une fonction de transfert afin de produire ses sorties. Pour chaque couche du réseau de neurones dans un réseau multicouche, il existe également un terme de biais. Un biais est un neurone dans lequel la fonction d'activation est en permanence égale à 1 [288]. Comme pour les autres neurones, un biais se connecte aux neurones de la couche précédente par l'intermédiaire d'un poids, généralement appelé seuil [282]. Le seuil est un nombre réel qui est soustrait de la somme pondérée des valeurs d'entrée. Parfois, le seuil est appelé valeur de biais. Dans ce cas, le nombre réel est additionné à la somme des valeurs d'entrée. Pour des raisons de simplicité, le seuil peut être vu comme une entrée supplémentaire associée à un poids [271]. Les neurones et les biais sont organisés dans une structure de couches non-bouclées. Ces réseaux sont en mesure de modéliser des fonctions même très complexes, où le nombre de couches et le nombre d'unités dans chaque couche va déterminer la complexité de la fonction. Lors de la conception des perceptrons multicouche, il est important de bien spécifier le nombre de couches cachées ainsi que le nombre d'unités dans ces couches [290]. Il n'existe pas, à ce jour, de résultat théorique permettant de prévoir le nombre de couches cachées nécessaires pour obtenir une performance spécifique du modèle.



**Figure VI.2.** Schéma général d'un réseau de perceptrons multicouche [282].

### VI.4.3. Architecture d'un réseau de neurones

L'architecture d'un réseau de neurones est composée en une couche d'entrée (input), une couche cachée et une couche de sortie (output). Les liaisons entre les différents neurones dans les différentes couches sont de telle manière que l'output d'un neurone est parmi les inputs de tous les neurones de la couche suivante, et tous les inputs sont les outputs de la couche précédente. Chaque neurone artificiel est un processeur élémentaire. Il reçoit un nombre variable d'entrées en provenance des neurones amont. À chacune de ces entrées est associé un poids ( $W_i$ ) représentatif de la force de la connexion.

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

Chaque processeur élémentaire est doté d'une sortie unique, qui se ramifie ensuite pour alimenter un nombre variable de neurones avals. À chaque connexion est associé un poids. La somme pondérée des composantes d'entrée peut être calculée selon l'expression suivante (Eq. VI.3) :

$$(\text{net})_j = \sum_{i=1}^n W_{ij} * X_i + b \quad (\text{Eq. VI. 3})$$

Où :

$(\text{net})_j$  est la somme pondérée du neurone  $j$  pour l'entrée reçue de la couche précédente,

$W_{ij}$  : est le poids,

$X_i$  : est la sortie du neurone  $i$  dans la couche précédente,

$b$  : est une valeur fixe comme addition interne.

À partir de cette valeur, une fonction de transfert calcule la valeur de l'état du neurone.

Le processus de transformation dans les divers neurones est déterminé à partir du signal d'entrer dans les couches cachées en associant un poids modifiable à chaque interconnexion. Chaque neurone dans la couche cachée transforme la somme des poids d'entrée en utilisant une fonction de transfert. Il existe de nombreuses formes possibles pour la fonction de transfert (cf. Figure VI.3). La fonction identité est la plus simple possible; le résultat est appelé une association linéaire. Mais il est également important de bien choisir les fonctions d'activation et les méthodes d'apprentissage. La plupart des fonctions de transfert sont continues, offrant une infinité de valeurs possibles comprises dans l'intervalle  $[0, +1]$  ou  $[-1, +1]$ . Une fois que la sortie est calculée, elle peut être passée à un autre neurone (ou groupe de neurones) ou directement à l'environnement extérieur.





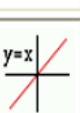
Pas unitaire		$f(x) = \begin{cases} 0 & \text{if } 0 > x \\ 1 & \text{if } x \geq 0 \end{cases}$
Sigmoïde		$f(x) = \frac{1}{1+e^{-\beta x}}$
Linéaire Seuillée		$f(x) = \begin{cases} 0 & \text{if } x \leq x_{min} \\ mx+b & \text{if } x_{max} > x > x_{min} \\ 1 & \text{if } x \geq x_{max} \end{cases}$
Gaussienne		$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$
Identité		$f(x) = x$

Figure VI.3. Types de fonctions d'activation [271].

#### **VI.4.4. Apprentissage des réseaux de neurones**

Le point crucial du développement d'un réseau de neurones est son apprentissage. Il s'agit d'une procédure adaptative par laquelle les connexions des neurones sont ajustées face à une source d'information [291]. L'apprentissage d'un réseau de neurones consiste à déterminer les poids ( $W_i$ ) optimaux (de la force optimale de la connexion) suivant le problème à résoudre. On distingue deux types d'apprentissage:

- ✓ Apprentissage supervisé : lorsque le réseau est forcé à converger vers un état final précis, en même temps qu'un motif lui est présenté. Ce genre d'apprentissage est réalisé à l'aide d'une base d'apprentissage, constituée de plusieurs exemples de type entrées-sorties. La modification des poids s'effectue progressivement jusqu'à ce que l'erreur entre les sorties du réseau et les résultats désirés soient minimisés [292].
- ✓ Apprentissage non-supervisé : le réseau décide lui-même quelles sont les bonnes sorties. L'apprentissage non supervisé consiste à ajuster les poids à partir d'un seul ensemble d'apprentissage formé uniquement de données. Aucun résultat désiré n'est fourni au réseau.

##### **✓ Apprentissage de rétro-propagation**

L'algorithme de rétro-propagation a été développé pour entraîner des perceptrons multicouches [292]. L'idée est d'entraîner un réseau en propageant les erreurs de sortie en sens inverse du réseau à travers les couches. Ces erreurs servent alors à évaluer les dérivés de la fonction d'erreur en fonction des poids qui peuvent ainsi être ajustés.

Le signal d'apprentissage est transmis de la couche de sortie vers la couche cachée, ensuite le signal retourne vers la couche sortie. Le processus est répété d'une manière itérative jusqu'à obtention de l'erreur désirée [293].

L'algorithme de rétro-propagation pour un réseau de neurones simple couche utilisant la somme des erreurs quadratiques consiste en deux phases distinctes:

- ✓ Propagation : application d'une entrée ; évaluation des activations et stockage de l'erreur dans chaque nœud.
- ✓ Rétro-propagation : calcul de l'ajustement et mise à jour des poids comme il n'y a qu'une couche (la couche de sortie).

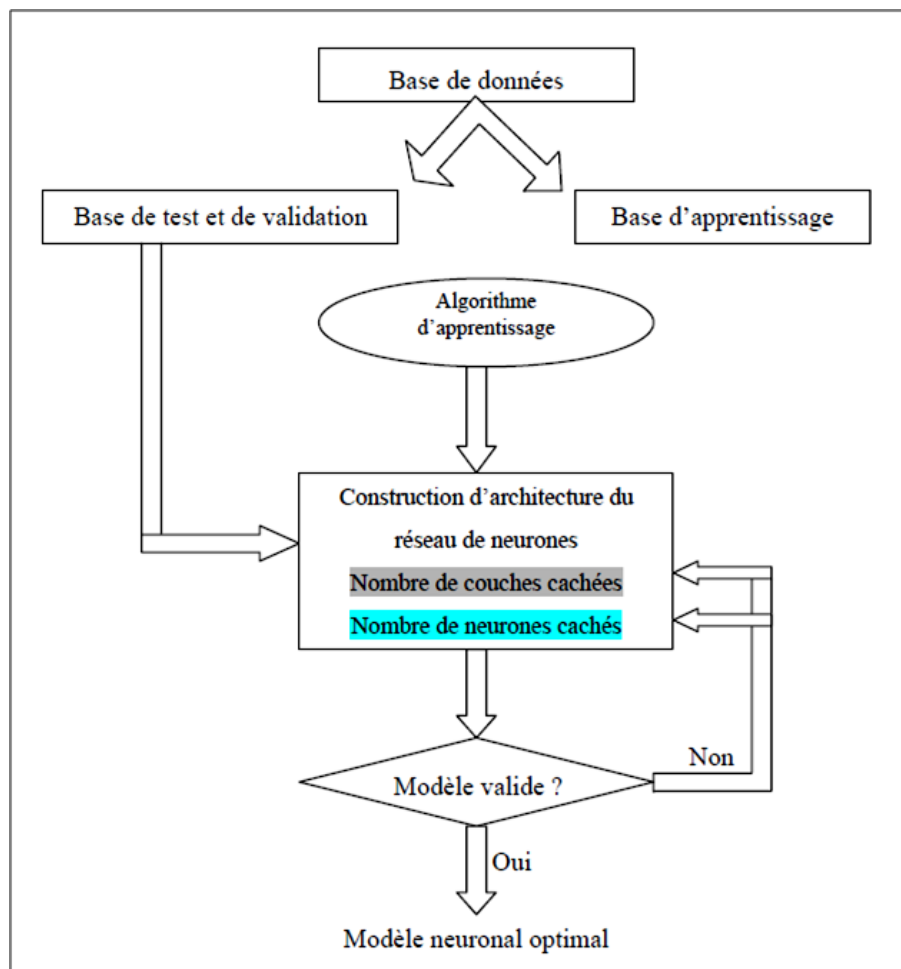
Ceci est appelé l'apprentissage "en ligne" car les poids sont ajustés chaque fois qu'une nouvelle entrée est présentée au réseau. Dans cette applet, nous étudierons comment il fonctionne pour un perceptron simple couche. Jusqu'à présent, l'algorithme de rétro-propagation est le plus utilisé pour la prédiction de la profondeur de carbonatation des bétons parce qu'il a une approximation des solutions optimale et une précision de prédiction élevée [282].



### VI.4.5. Conception d'un réseau de neurones

Afin de développer une application à base de réseaux de neurones, il est nécessaire de disposer de deux bases de données : une pour effectuer l'apprentissage et l'autre pour tester le réseau obtenu et déterminer ses performances. La mise en œuvre nécessite (cf. Figure VI.4):

- ✓ La détermination des entrées et des sorties pertinentes, c'est à dire les grandeurs qui ont une influence significative sur le phénomène que l'on cherche à modéliser,
- ✓ La collecte des données nécessaires à l'apprentissage et à l'évaluation des performances du réseau de neurones,
- ✓ La détermination du nombre de neurones cachés nécessaires pour obtenir une approximation satisfaisante,
- ✓ La réalisation de l'apprentissage,
- ✓ L'évaluation des performances du réseau de neurones à l'issue de l'apprentissage.



**Figure VI.4** Conception d'un réseau neuronal [292].

Une fois que le modèle est formé, il peut être utilisé pour la validation et le test des données. La validation est parfois utilisée lors de l'apprentissage. Une validation rigoureuse du modèle développé se traduit par une proportion importante de prédictions exactes sur l'ensemble de la

validation. Ensuite, des tests s'imposent afin de vérifier la qualité des prévisions du modèle neuronal. Cette dernière étape doit permettre d'estimer la qualité du réseau obtenu en lui présentant des données qui ne font pas partie de l'ensemble d'apprentissage et validation. Si les performances du réseau ne sont pas satisfaisantes, il faudra, soit modifier l'architecture du réseau, soit modifier la base d'apprentissage.

#### VI.4.6. Performance d'un modèle de réseau de neurones

La performance d'un modèle de réseaux de neurones artificiels peut être évaluée en utilisant différentes expressions, notamment:

- L'erreur quadratique moyenne (MSE) :

$$MSE = \left( \sum_{i=1}^N (O_i - P_i)^2 \right) / N \quad (\text{Eq. VI. 4})$$

- La racine carrée de l'erreur quadratique moyenne (RMSE) :

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (O_i - P_i)^2}{N}} \quad (\text{Eq. VI. 5})$$

- La valeur moyenne des erreurs (MAE) :

$$MAE = \left( \sum_{i=1}^N |O_i - P_i| \right) / N \quad (\text{Eq. VI. 6})$$

- Le coefficient de détermination ( $R$ ) :

$$R = \frac{\sum_{i=1}^N (O_i - M_i)(P_i - N_i)}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (O_i - M_i)^2 \sum_{i=1}^N (P_i - N_i)^2}} \quad (\text{Eq. VI. 7})$$

Avec:

$O_i$  : est la variable désirée,

$P_i$  : est la variable calculée par le modèle (profondeur de carbonatation estimée),

$N$  : est le nombre de données d'entrée.

La RMSE donne une indication quantitative sur l'erreur de simulation obtenue pendant la phase de modélisation. Le coefficient de détermination ( $R$ ) représente la proportion de variation de la valeur de sortie qui est expliquée par le modèle. La performance du modèle proposé dans cette étude peut être déterminée en calculant l'erreur quadratique moyenne MSE de l'équation (Eq. VI.4) et le coefficient de détermination ( $R$ ) de l'équation (Eq. VI.7).

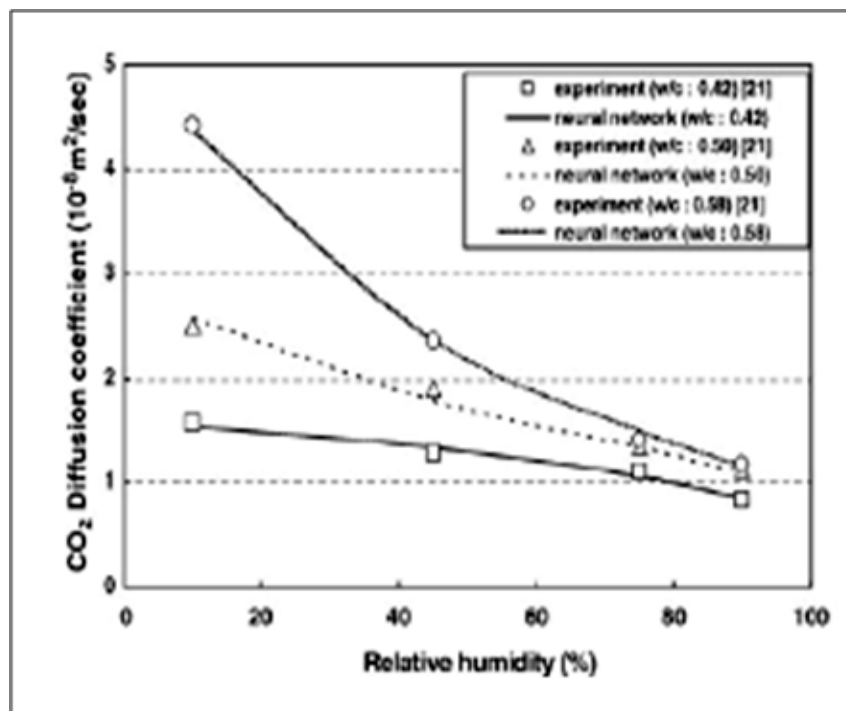
Pour une meilleure performance du modèle, il devrait avoir une MSE inférieure (sans erreur) et un  $R$  supérieur (meilleure estimation).

### VI.4.7. Prédiction de la profondeur de carbonatation des matériaux cimentaires par l'approche neuronale (RNA)

La prédiction de la durée de vie des structures en béton, en élaborant des modèles de carbonatation par les réseaux de neurones, a connu un intérêt depuis peu de temps.

#### ➤ **Modèle de Kwon et Song [294]**

Dans l'étude de Kwon et Song [294], ils ont estimé le coefficient de diffusion du CO<sub>2</sub> en fonction de quatre paramètres d'entrée (inputs), y compris la composition du béton, tels que la quantité du ciment, le rapport E/C, le volume des agrégats ainsi que l'humidité relative. La formation de l'apprentissage du réseau de neurone est effectuée par l'algorithme de rétro-propagation. Les auteurs ont constaté que le coefficient de diffusion du CO<sub>2</sub> obtenu par les réseaux de neurones est en corrélation avec les données expérimentales, avec une différence maximale de 6,3% entre les données expérimentales et les valeurs estimées sous l'effet de plusieurs paramètres, tels que le rapport E/C (0.42, 0.50 et 0.58) et l'humidité relative HR (10%, 45%, 75% et 90%) (cf. Figure VI.5).



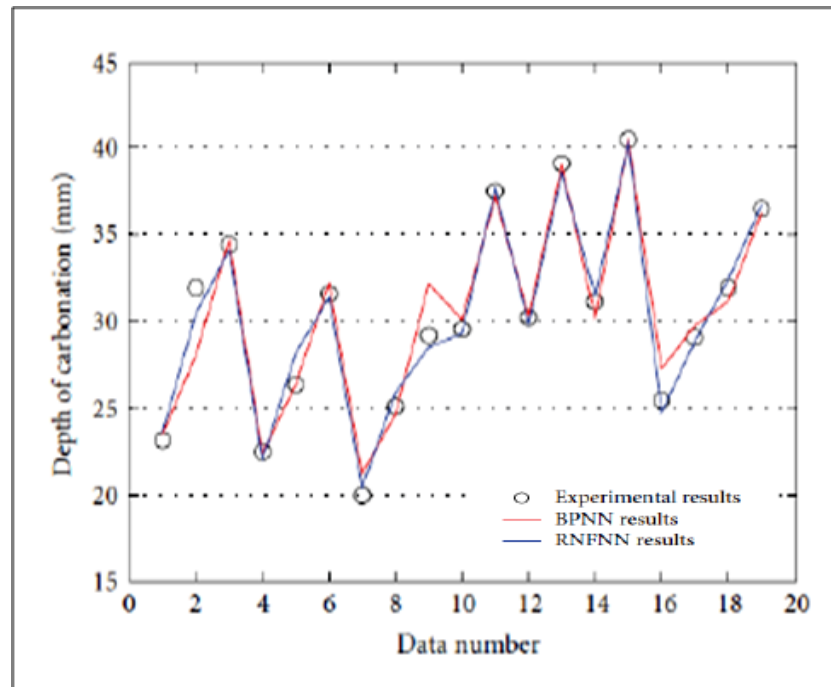
**Figure VI.5.** Résultats de l'expérimentation et des réseaux de neurones avec différents rapports E/C [294].

#### ✓ **Modèle de Lu et Liu [295]**

Basé sur des résultats expérimentaux de la carbonatation accélérée de béton précontraint, Lu et Liu [295] ont observé que les deux types de réseaux de neurones (RBFNN : Radial Basis Function Neural Network et BPNN : Back-Propagation Neural Network) ont une bonne prédiction de la profondeur de carbonatation.

**Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)**

Le RBFNN a donné une bonne précision de prédiction, par rapport au BPNN (cf. Figure VI.6). Les mêmes résultats ont été conclus par Yan *et al.* [296]. Ils ont observé que le RBFNN est plus fiable pour la prédiction de la profondeur de carbonatation des bétons.



**Figure VI.6.** Comparaison entre la rétro-propagation et la fonction radiale pour la prédiction de la profondeur de carbonatation [295].

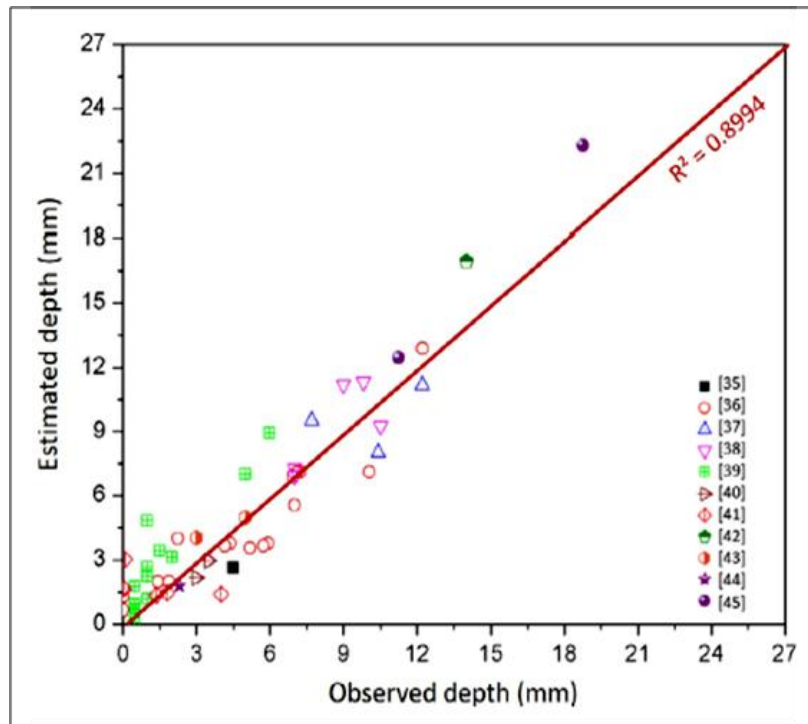
✓ **Modèle de Paul *et al.* [297]**

Les auteurs ont conçu un modèle empirique à l'aide de réseau de neurones pour étudier l'influence de la composition du béton, et le temps d'exposition au CO<sub>2</sub> sur la profondeur de carbonatation. Ils ont indiqué que la profondeur de la carbonatation peut être contrôlée en choisissant la bonne composition du béton. Ils ont observé que le modèle proposé est plus fiable pour la prédiction de la profondeur de carbonatation.

✓ **Modèle de Felix *et al.* [298]**

Très récemment, Felix *et al.* [298] ont établi une analyse paramétrique basée sur un modèle RNA pour la prévision de la profondeur de carbonatation des structures en béton à base des cendres volantes dans des conditions contrôlées. Leurs résultats ont montré que l'HR, la concentration en CO<sub>2</sub> ainsi que la teneur en ciment et en cendres volantes, avaient les plus fortes influences sur la profondeur de carbonatation. Ils ont conclu qu'un réseau neuronal avec deux couches cachées peut générer un modèle avec  $R^2$  supérieur à 0,8 (cf. Figure VI.7). Ces auteurs ont montré une bonne corrélation entre les résultats mesurés et les résultats prédits par le modèle développé, qui peut être utilisé pour prédire l'évolution de la profondeur de carbonatation avec le temps.

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*



**Figure VI.7.** Relation entre les profondeurs de carbonatation estimées à l'aide du modèle développé (RNA) et les profondeurs mesurées expérimentalement [298].

Il est important de noter que toutes ces études s'accordent sur le fait que les réseaux de neurones sont une méthode fiable qui permet d'économiser de l'énergie, du temps et des coûts. Cependant, en raison de la complexité des facteurs qui influencent la carbonatation et bien qu'elle soit un phénomène très long, la plupart des modèles développés ont été basés sur des tests accélérés, où leurs résultats de prédiction indiquent des erreurs relativement élevées par rapport aux mesures in-situ.

Bien que divers modèles ont été utilisés pour prédire la profondeur de carbonatation des bétons à base d'ajouts minéraux, on dispose de très peu d'informations sur la modélisation de la profondeur de carbonatation dans les matériaux cimentaires contenant du métakaolin (MK), de la poudre de brique (PB) ou des sédiments calcinés (VC). La documentation sur la modélisation de la profondeur de carbonatation des matériaux à base de MK, PB et VC est quasiment introuvable, bien que ces ajouts ont été intégrées dans de nombreux liants au cours de ces dernières années et utilisés dans des importants projets de construction dans certains pays, tels que le port de Rotterdam, Palm Island à Dubaï et le théâtre national de Londres [299].

## VI.5. Modélisation de la profondeur de carbonatation

Cette partie de recherche a été menée sur l'utilisation de réseau de neurones artificiel, pour prédire la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés avec différentes additions minérales (ajoutées par substitution partielle du ciment).

La base des données utilisées pour cette modélisation a été basée sur les résultats expérimentaux obtenus de la profondeur de carbonatation, mesurée pour différents mortiers à base du MK, de la VC et de la PB en conditions accélérées et naturelles. Les résultats de la profondeur de carbonatation, estimés par le modèle prédictif développé, ont été comparés aux résultats expérimentaux, et les paramètres de la performance du modèle ont été déterminés. De plus, une évaluation de la performance du modèle a été réalisée à l'aide des nouvelles données d'autres études de recherche scientifiques (collectées de la littérature) pour évaluer ses capacités prédictives.

### VI.5.1. Base de données

Les données concernant les profondeurs de la carbonatation des mortiers avec du métakaolin (MK), de la vase calcinée (VC) et de la poudre de brique (PB) sont présentées dans le Tableau VI.1. Pour élaborer notre modèle et vérifier sa fiabilité par la suite, nous avons basé sur les résultats expérimentaux de deux séries d'échantillons du mortier avec deux différents âges (de 28 et de 90 jours). Comme il était mentionné dans le chapitre III, la carbonatation des matériaux cimentaires à base des ajouts minéraux est influencée par plusieurs paramètres; des paramètres liés à la composition du matériau et des paramètres liés aux conditions environnementales. Par conséquent, nous avons focalisé notre intérêt sur les facteurs qui ont la plus grande influence sur le phénomène de la carbonatation et qui peuvent être considérés comme des paramètres d'entrées dans la modélisation; tels que la quantité de l'ajout ( $M_A$  (g)), la quantité du ciment ( $C$  (g)), l'âge du mortier ( $C_T$  (jours)), la concentration du  $CO_2$  ( $C_{CO_2}$  (%)), l'humidité relative ( $HR$  (%)), la température ( $T$  (°C)) et le temps d'exposition au  $CO_2$  ( $E_T$  (jours)). Comme paramètre de sortie:  $C_D$  est la profondeur de la carbonatation (mm). La profondeur de carbonatation a été mesurée après 7, 14 et 28 jours d'exposition à la carbonatation accélérée, et après 90, 180 et 365 jours d'exposition à la carbonatation naturelle. Les données expérimentales recueillies à partir de ces essais sont avec un total de 192 mesures de la profondeur de carbonatation.

**Tableau VI.1.** Base de données pour la modélisation.

N°	Ajout ( $M_A$ )	Input								Output
		$M_A$ (%)	$M_A$ (g)	$C$ (g)	$C_T$ (jours)	$C_{CO_2}$ (%)	$HR$ (%)	$T$ (°C)	$E_T$ (jours)	$C_D$ (mm)
<b>Carbonatation accélérée</b>										
1	MK	0 (MC)	0	450.0	28	50	66	20	7	0
2		10	45	405.0	28	50	66	20	7	0
3		15	67.5	382.5	28	50	66	20	7	1
4		20	90	360	28	50	66	20	7	1
5		25	112.5	337.5	28	50	66	20	7	1.5
6		30	135	315	28	50	66	20	7	1.5

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

7		10	45	405	28	50	66	20	7	0
8		15	67.5	382.5	28	50	66	20	7	1
9		20	90	360	28	50	66	20	7	1
10	PB	25	112.5	337.5	28	50	66	20	7	1
11		30	135	315	28	50	66	20	7	1.5
12		10	45	405	28	50	66	20	7	1
13		15	67.5	382.5	28	50	66	20	7	1
14		20	90	360	28	50	66	20	7	1
15	VC	25	112.5	337.5	28	50	66	20	7	1
16		30	135	315	28	50	66	20	7	1.2
17		0 (MC)	0	450.0	28	50	66	20	14	1.8
18		10	45	405.0	28	50	66	20	14	2
19		15	67.5	382.5	28	50	66	20	14	2.1
20	MK	20	90	360	28	50	66	20	14	2.8
21		25	112.5	337.5	28	50	66	20	14	2.8
22		30	135	315	28	50	66	20	14	3.0
23		10	45	405	28	50	66	20	14	1.8
24		15	67.5	382.5	28	50	66	20	14	2
25	PB	20	90	360	28	50	66	20	14	2.4
26		25	112.5	337.5	28	50	66	20	14	2.4
27		30	135	315	28	50	66	20	14	2.8
28		10	45	405	28	50	66	20	14	2
29		15	67.5	382.5	28	50	66	20	14	2.2
30	VC	20	90	360	28	50	66	20	14	2.5
31		25	112.5	337.5	28	50	66	20	14	2.5
32		30	135	315	28	50	66	20	14	2.9
33	0 (MC)	0	450.0	28	50	66	20	28	6.1	
34		10	45	405.0	28	50	66	20	28	8.2
35		15	67.5	382.5	28	50	66	20	28	8.7
36	MK	20	90	360	28	50	66	20	28	9.5
37		25	112.5	337.5	28	50	66	20	28	10.2
38		30	135	315	28	50	66	20	28	10.5
39		10	45	405	28	50	66	20	28	7.7
40		15	67.5	382.5	28	50	66	20	28	8.5
41	PB	20	90	360	28	50	66	20	28	9.8
42		25	112.5	337.5	28	50	66	20	28	9.8
43		30	135	315	28	50	66	20	28	10.0
44		10	45	405	28	50	66	20	28	7.0
45		15	67.5	382.5	28	50	66	20	28	7.4
46	VC	20	90	360	28	50	66	20	28	8.5
47		25	112.5	337.5	28	50	66	20	28	9.4
48		30	135	315	28	50	66	20	28	10.2
49	0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	50	66	20	7	0	
50		10	45	405.0	<b>90</b>	50	66	20	7	0
51		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	7	0
52	MK	20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	7	0
53		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	7	1
54		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	7	1
55		10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	7	0
56	PB	15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	7	0
57		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	7	1
58		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	7	1

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

59		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	7	1
60	<b>VC</b>	10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	7	0
61		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	7	0
62		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	7	0
63		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	7	0
64		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	7	1
65	0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	50	66	20	14	1.3	
66	<b>MK</b>	10	45	405.0	<b>90</b>	50	66	20	14	1.8
67		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	14	2
68		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	14	2.1
69		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	14	2
70		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	14	2.1
71	<b>PB</b>	10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	14	1.5
72		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	14	1.8
73		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	14	2
74		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	14	2.1
75		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	14	2.1
76	<b>VC</b>	10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	14	1.8
77		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	14	1.8
78		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	14	2.0
79		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	14	2.1
80		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	14	2.3
81	0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	50	66	20	28	5.7	
82	<b>MK</b>	10	45	405.0	<b>90</b>	50	66	20	28	7.7
83		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	28	8
84		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	28	8.5
85		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	28	9.5
86		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	28	9.7
87	<b>PB</b>	10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	28	6.2
88		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	28	7
89		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	28	7.5
90		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	28	8
91		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	28	9.5
92	<b>VC</b>	10	45	405	<b>90</b>	50	66	20	28	6.4
93		15	67.5	382.5	<b>90</b>	50	66	20	28	6.8
94		20	90	360	<b>90</b>	50	66	20	28	7.2
95		25	112.5	337.5	<b>90</b>	50	66	20	28	8.5
96		30	135	315	<b>90</b>	50	66	20	28	9.0
<b>Carbonatation naturelle</b>										
97	0 (MC)	0	450.0	28	0.04	73	10	90	3.0	
89	<b>MK</b>	10	45	405.0	28	0.04	73	10	90	2.7
99		15	67.5	382.5	28	0.04	73	10	90	3.8
100		20	90	360	28	0.04	73	10	90	3.8
101		25	112.5	337.5	28	0.04	73	10	90	4.0
102		30	135	315	28	0.04	73	10	90	4.2
103	<b>PB</b>	10	45	405	28	0.04	73	10	90	3.1
104		15	67.5	382.5	28	0.04	73	10	90	4.4
105		20	90	360	28	0.04	73	10	90	4.8
106		25	112.5	337.5	28	0.04	73	10	90	5.2
107		30	135	315	28	0.04	73	10	90	5.2
108	<b>VC</b>	10	45	405	28	0.04	73	10	90	2.5



*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

109		15	67.5	382.5	28	0.04	73	10	90	3.2
110		20	90	360	28	0.04	73	10	90	3.2
111		25	112.5	337.5	28	0.04	73	10	90	3.7
112		30	135	315	28	0.04	73	10	90	4.8
113		0 (MC)	0	450.0	28	0.04	67	15	180	4.5
114		10	45	405.0	28	0.04	67	15	180	4.7
115		15	67.5	382.5	28	0.04	67	15	180	4.7
116	<b>MK</b>	20	90	360	28	0.04	67	15	180	5.5
117		25	112.5	337.5	28	0.04	67	15	180	6.4
118		30	135	315	28	0.04	67	15	180	6.2
119		10	45	405	28	0.04	67	15	180	5.5
120		15	67.5	382.5	28	0.04	67	15	180	5.5
121	<b>PB</b>	20	90	360	28	0.04	67	15	180	5.8
122		25	112.5	337.5	28	0.04	67	15	180	6.2
123		30	135	315	28	0.04	67	15	180	6.0
124		10	45	405	28	0.04	67	15	180	5.4
125		15	67.5	382.5	28	0.04	67	15	180	5.7
126	<b>VC</b>	20	90	360	28	0.04	67	15	180	6.2
127		25	112.5	337.5	28	0.04	67	15	180	6.2
128		30	135	315	28	0.04	67	15	180	6.8
129		0 (MC)	0	450.0	28	0.04	68	23	365	11.2
130		10	45	405.0	28	0.04	68	23	365	12.8
131		15	67.5	382.5	28	0.04	68	23	365	13.2
132	<b>MK</b>	20	90	360	28	0.04	68	23	365	13.7
133		25	112.5	337.5	28	0.04	68	23	365	14.5
134		30	135	315	28	0.04	68	23	365	15.0
135		10	45	405	28	0.04	68	23	365	12.7
136		15	67.5	382.5	28	0.04	68	23	365	13.8
137	<b>PB</b>	20	90	360	28	0.04	68	23	365	13.8
138		25	112.5	337.5	28	0.04	68	23	365	14.0
139		30	135	315	28	0.04	68	23	365	14.2
140		10	45	405	28	0.04	68	23	365	12.8
141		15	67.5	382.5	28	0.04	68	23	365	12.8
142		20	90	360	28	0.04	68	23	365	13.4
143	<b>VC</b>	25	112.5	337.5	28	0.04	68	23	365	13.8
144		30	135	315	28	0.04	68	23	365	14.5
145		0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.8
146		10	45	405.0	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.2
147		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.4
148	<b>MK</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	70	14	90	3.1
149		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	3.5
150		30	135	315	<b>90</b>	0.04	70	14	90	3.5
151		10	45	405	<b>90</b>	0.04	70	14	90	1.8
152		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.5
153	<b>PB</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	70	14	90	3.2
154		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	4.0
155		30	135	315	<b>90</b>	0.04	70	14	90	4.2
156		10	45	405	<b>90</b>	0.04	70	14	90	1.8
157		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	1.8
158	<b>VC</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.0
159		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	70	14	90	2.5
160		30	135	315	<b>90</b>	0.04	70	14	90	3.2

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

161		0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	0.04	59	25	180	3.5
162		10	45	405.0	<b>90</b>	0.04	59	25	180	3.7
163		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.2
164	<b>MK</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.7
165		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	5
166		30	135	315	<b>90</b>	0.04	59	25	180	5.5
167		10	45	405	<b>90</b>	0.04	59	25	180	2.5
168		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	3.2
169	<b>PB</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.5
170		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.5
171		30	135	315	<b>90</b>	0.04	59	25	180	5.2
172		10	45	405	<b>90</b>	0.04	59	25	180	2.5
173		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	3.4
174	<b>VC</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	59	25	180	3.8
175		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.5
176		30	135	315	<b>90</b>	0.04	59	25	180	4.8
177		0 (MC)	0	450.0	<b>90</b>	0.04	75	11	365	10.5
178		10	45	405.0	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.0
179		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.5
180	<b>MK</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	75	11	365	12.2
181		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	12.5
182		30	135	315	<b>90</b>	0.04	75	11	365	13.7
183		10	45	405	<b>90</b>	0.04	75	11	365	10.0
184		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	10.2
185	<b>PB</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.0
186		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.8
187		30	135	315	<b>90</b>	0.04	75	11	365	13.5
188		10	45	405	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.0
189		15	67.5	382.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	11.4
190	<b>VC</b>	20	90	360	<b>90</b>	0.04	75	11	365	12.8
191		25	112.5	337.5	<b>90</b>	0.04	75	11	365	12.8
192		30	135	315	<b>90</b>	0.04	75	11	365	13.0

### VI.5.2. Analyse statistique de base de données

Le traitement et l'analyse des données est l'étape la plus essentielle pour réussir le développement d'un modèle de prédiction. Un traitement des données de la profondeur de la carbonatation a été déterminé principalement par une analyse statistique, comme le montre le Tableau VI.2. Les valeurs recueillies dans ce Tableau peuvent fournir une idée générale d'informations typiques pour les paramètres mesurés, pris en compte dans cette étude ( $M_A$ ,  $C$ ,  $C_T$ ,  $C_{CO_2}$ ,  $HR$ ,  $T$ ,  $E_T$  et  $C_D$ ). Il ressort clairement que la profondeur de la carbonatation ( $C_D$ ) varie de 0 à 15 mm, ce qui indique que les mesures de la profondeur de carbonatation des différents mortiers à base du MK, de la VC et de la PB sont importantes.

Le Tableau VI.3 montre les coefficients de corrélation des paramètres étudiés, permettant d'avoir une idée sur le comportement de chaque paramètre ( $M_A$ ,  $C$ ,  $C_T$ ,  $C_{CO_2}$ ,  $HR$ ,  $T$ ,  $E_T$ ) en fonction de la profondeur de la carbonatation ( $C_D$ ). De plus, pour mieux estimer la profondeur de la carbonatation ( $C_D$ ), une analyse de régression de la  $C_D$  par rapport aux différents paramètres indiqués dans le Tableau VI.1 ( $M_A$ ,  $C$ ,  $C_T$ ,  $C_{CO_2}$ ,  $HR$ ,  $T$ ,  $E_T$ ) a été effectuée, comme le montre le Tableau VI.4.

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

Le coefficient de corrélation ( $R$ ) est calculé pour le modèle linéaire et quadratique. Il semble que le modèle quadratique donne la meilleure analyse de régression des données, et l'estimation du coefficient de corrélation ( $R$ ) est la plus appropriée entre la profondeur de carbonatation ( $C_D$ ) et le temps d'exposition au  $CO_2$  ( $E_T$ ). Il est d'environ 57% pour le modèle linéaire et 62% pour le modèle quadratique, mais le coefficient de corrélation ( $R$ ) pour les deux modèles est inférieur au coefficient d'analyse statistique ( $R^2 < 70\%$ ) [300].

**Tableau VI.2.** Analyse statistique des données.

	N°	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
C (g)	192	315.00	450.00	365.6250	37.83230
M <sub>A</sub> (g)	192	0.00	135.00	84.3750	37.83230
C <sub>T</sub> (jours)	192	28.00	90.00	59.0000	31.08105
C <sub>CO2</sub> (%)	192	0.04	50.00	25.0200	25.04531
HR (%)	192	59.00	75.00	67.3333	3.86870
T (°C)	192	10.00	25.00	18.1667	4.44316
E <sub>T</sub> (jours)	192	7.00	365.00	113.1667	125.68644
C <sub>D</sub> (mm)	192	0.00	15.00	5.3370	4.20344

**Tableau VI.3.** Corrélation entre les variables.

	C (g)	M <sub>A</sub> (g)	C <sub>T</sub> (jours)	C <sub>CO2</sub> (%)	HR (%)	T (°C)	E <sub>T</sub> (jours)	C <sub>D</sub> (mm)
C (g)	1	-1.000**	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.154*
M <sub>A</sub> (g)	-1.000**	1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.154*
C <sub>T</sub> (jours)	0.000	0.000	1	0.000	-0.086	0.038	0.000	-0.128
C <sub>CO2</sub> (%)	0.000	0.000	0.000	1	-0.346**	0.414**	-0.772**	-0.388**
HR (%)	0.000	0.000	-0.086	-0.346**	1	-0.876**	0.355**	0.325**
T (°C)	0.000	0.000	0.038	0.414**	-0.876**	1	-0.167*	-0.051
E <sub>T</sub> (jours)	0.000	0.000	0.000	-0.772**	0.355**	-0.167*	1	0.757**
C <sub>D</sub> (mm)	-0.154*	0.154*	-0.128	-0.388**	0.325**	-0.051	0.757**	1

\* La corrélation est significative au niveau 0,05 (bilatéral).

\*\* La corrélation est significative au niveau 0,01 (bilatéral).

**Tableau VI.4.** Coefficient de corrélation ( $R$ ) pour le modèle linéaire et quadratique.

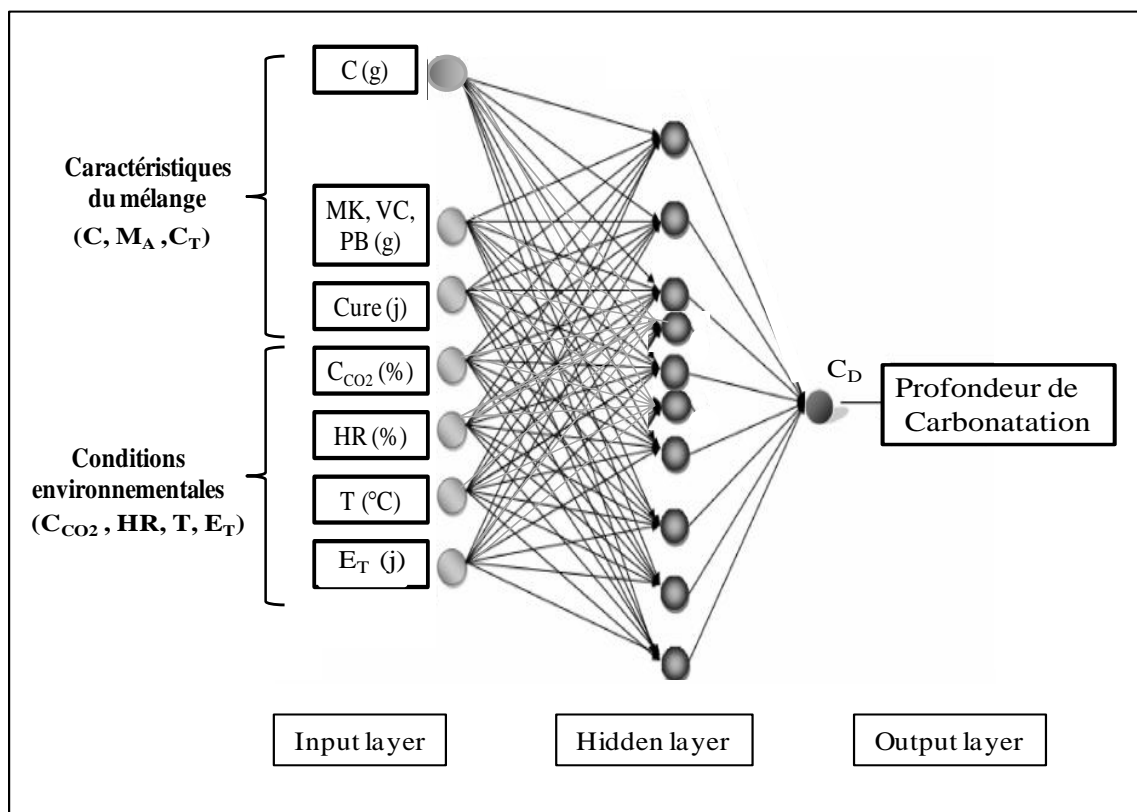
Equations	$R^2$						
	C (g)	M <sub>A</sub> (g)	C <sub>T</sub> (jours)	C <sub>CO2</sub> (%)	HR (%)	T (°C)	E <sub>T</sub> (jours)
<b>Linéaire</b>	0.020	0.020	0.016	0.147	0.106	0.003	0.573
<b>Quadratique</b>	0.021	0.021	0.018	0.0151	0.131	0.078	0.6

### VI.5.3. Architecture du réseau neuronal

192 mesures expérimentales de la profondeur de la carbonatation ont été utilisées pour la modélisation. L'architecture du réseau neuronal pour le modèle de prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers avec différents dosages en MK, VC et en PB est illustrée dans la Figure VI.8.

**Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)**

L'architecture du modèle proposé (RNA) contient sept (7) paramètres d'entrées (inputs), dix (10) neurones dans la couche cachée sélectionnés par essais et erreurs, et un paramètre de sortie (output) qui est la profondeur de la carbonatation ( $C_D$ ), comme l'illustre la Figure VI.8. Les sept ensembles de données d'entrées comprennent des paramètres liés à la composition du mortier ( $M_A$ ,  $C$  et  $C_T$ ) et des paramètres liés aux conditions environnementales ( $C_{CO_2}$ ,  $HR$ ,  $T$  et  $E_T$ ).



**Figure VI.8.** Architecture du réseau RNA.

Afin de fournir au modèle (RNA) une bonne performance, la base de données a été divisée en trois parties : (i) 70% pour l'apprentissage, (ii) 15% pour la validation (pour valider le modèle développé) et (iii) 15% pour le test (pour tester et vérifier la capacité du modèle). L'algorithme de Levenberg–Marquardt (LM) a une plus grande précision que les autres algorithmes, du point de vue de la vitesse d'apprentissage et l'erreur quadratique moyenne MSE [301]. Donc, cet algorithme a été sélectionné pour la modélisation de la profondeur de la carbonatation des mortiers à base du MK, de la VC et de la PB.

La performance du modèle développé a été évaluée à l'aide de deux paramètres statistiques : l'erreur quadratique moyenne (MSE) (cf. Eq. VI.4) et le coefficient de détermination ( $R$ ) (cf. Eq. VI.7). Ces deux paramètres ont été évalués aux étapes de l'apprentissage, la validation et le test. La fonction d'activation choisie dans les couches cachées est une fonction tangente hyperbolique Eq. VI.8 :

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

$$(\text{Output})_j = (e^{\alpha(\text{net})_j} - e^{-\alpha(\text{net})_j}) / (e^{\alpha(\text{net})_j} + e^{-\alpha(\text{net})_j}) \quad (\text{Eq. VI. 8})$$

Où :  $\alpha$  est une constante utilisée pour contrôler la pente de la région semi-linéaire et la sortie (profondeur de carbonatation ( $C_D$ )). Cette fonction offre une infinité de valeurs possibles comprises dans l'intervalle  $[-\infty; +\infty]$  to  $[-1; +1]$ .

**VI.5.4. Analyse de la modélisation (RNA)**

Après la procédure de sélection des paramètres pour la modélisation, et l'apprentissage appliqué suivant l'algorithme de rétro-propagation développé avec le logiciel MATLAB, le modèle développé (RNA) pour la prévision de la profondeur de la carbonatation des différents mortiers (à base du MK, de la VC et de la PB) est décrit dans les équations suivantes : de Eq.VI.9 à Eq.VI.13.

$$\text{Output} = b_2 + LW \cdot \tanh(b_1 + IW \cdot X) \quad (\text{Eq. VI. 9})$$

Où, X est la valeur d'entrée (input).

$$b_1 =$$

$$\begin{pmatrix} 1.9231 \\ 1.3851 \\ -1.3748 \\ -0.6456 \\ 0.3266 \\ -0.9835 \\ 0.6766 \\ -0.8097 \\ 2.1589 \\ 2.1402 \end{pmatrix} \quad (\text{Eq. VI. 10})$$

$$b_2 = (0.2843) \quad (\text{Eq. VI. 11})$$

$$IW =$$

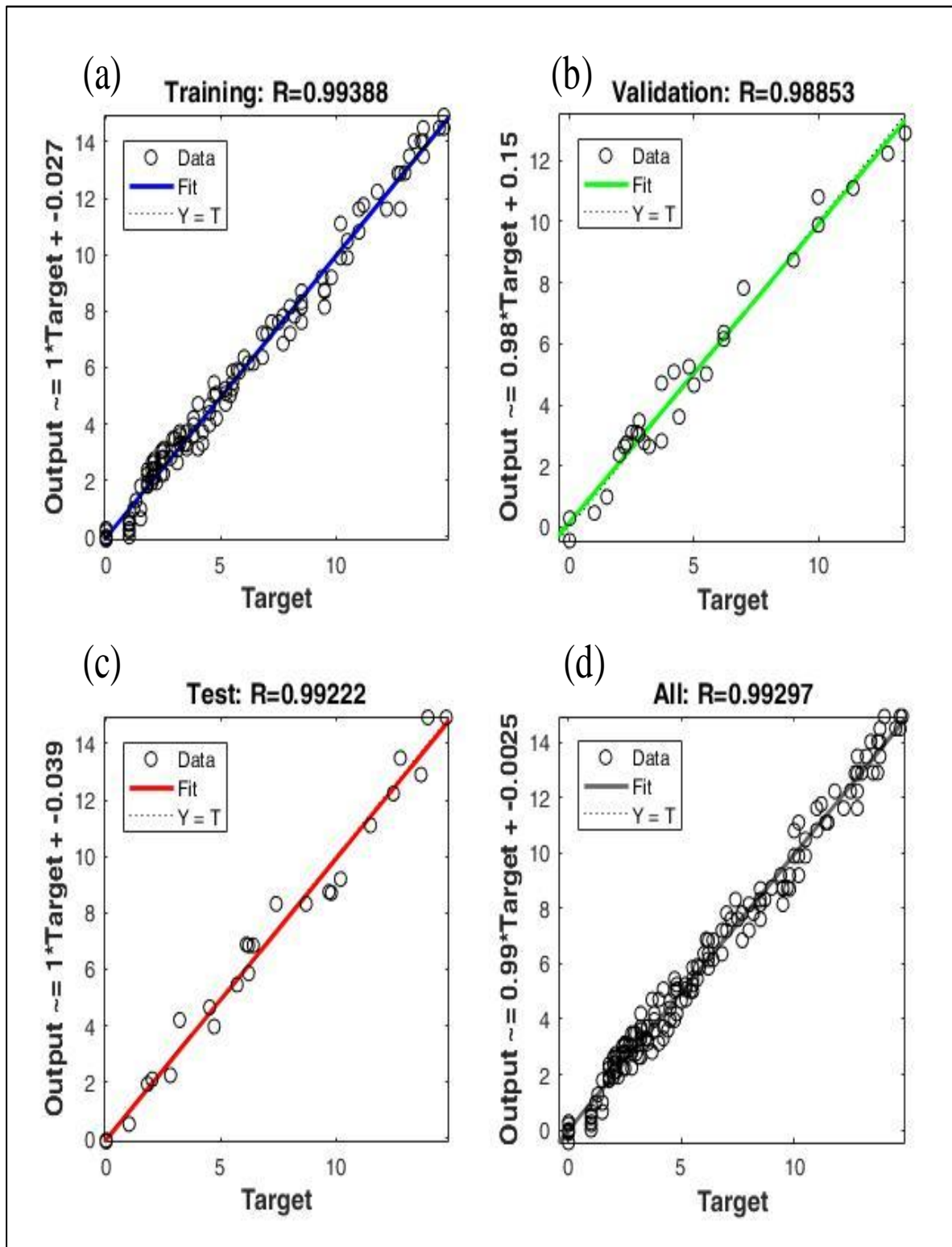
$$\begin{pmatrix} -1.2938 & -0.1804 & -0.8967 & 0.5488 & 0.5359 & 0.6628 & -0.7724 \\ -1.2672 & -0.3052 & -0.4325 & 0.8353 & 1.0967 & -1.1958 & 0.0032 \\ 0.9253 & 0.7671 & 0.4840 & -0.3854 & -0.2355 & -0.0033 & 1.0804 \\ 0.9501 & 0.6971 & -0.8177 & 0.1910 & 0.9164 & -0.3744 & -0.8427 \\ -0.9267 & 0.5775 & -0.5720 & -0.7410 & -0.8212 & -0.3324 & 0.8948 \\ -0.1347 & -0.2255 & -0.0188 & -0.0589 & -1.6110 & -1.1081 & -1.2732 \\ 0.2268 & 1.2929 & -0.6574 & 0.8500 & -0.3585 & 0.1099 & 0.8212 \\ -0.7348 & -0.5864 & -0.0315 & 2.9250 & -0.6549 & -0.5308 & 2.9954 \\ 0.6674 & 0.1626 & 0.0805 & -0.2736 & -0.3197 & -0.9404 & 1.1867 \\ 0.3457 & 0.8677 & -0.1809 & -0.5284 & -0.5017 & -1.0338 & -0.8867 \end{pmatrix} \quad (\text{Eq. VI. 12})$$

$$LW =$$

$$(-01985 \quad -0.2028 \quad -0.7029 \quad 0.0341 \quad 0.1130 \quad -1.5147 \quad 0.0786 \quad 3.1110 \quad 0.8835 \quad 0.5827) \quad (\text{Eq. VI. 13})$$

*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

La Figure VI.9 représente la régression des mesures de la profondeur de la carbonatation prévues par rapport aux mesures expérimentales pour les ensembles de données.



**Figure VI.9.** Apprentissage (a), validation (b), test (c) et toutes les données (d) correspondant à l'ensemble de données.

**Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurons Artificiel (RNA)**

---

On peut constater, à partir des résultats obtenus, que le modèle développé (RNA) a de bonnes performances vis-à-vis de la corrélation entre les valeurs observées et les valeurs prédites par le modèle, que cela soit pour les données d'apprentissage, la validation ou pour le test.

La Figure VI.9 (d) illustre la corrélation entre les résultats expérimentaux (192 mesures) et les valeurs prédites générées par le modèle de réseau de neurones artificiel (RNA) pour la profondeur de carbonatation des mortiers. Le coefficient de détermination ( $R$ ) est proche de 1, ce qui atteste la fiabilité du modèle élaboré pour estimer et prédire les profondeurs de la carbonatation avec une grande précision.

De plus, les deux paramètres statistiques de la performance du modèle : le coefficient de détermination ( $R$ ) et l'erreur quadratique moyenne (MSE) obtenus pour l'apprentissage, la validation et le test sont présentés au Tableau VI.5. À partir de ce Tableau (Tableau VI.5), les coefficients de détermination obtenus sont de 99.3 % pour la l'apprentissage, 98.8 % pour la validation et 99.2 % pour le test. Les valeurs statistiques de l'erreur quadratique moyenne (MSE) sont de 0,214, 0,301 et 0,350, respectivement pour l'apprentissage, la validation et le test. On remarque clairement que le modèle neuronal (RNA) a donné des erreurs quadratiques moyennes (MSE) faibles et des coefficients de détermination ( $R$ ) élevés, ce qui indique une corrélation parfaite entre les mesures expérimentales et les valeurs prédites de la profondeur de carbonatation des mortiers utilisés à base du MK, de la VC et de la PB.

**Tableau VI.5.** Performance du modèle RNA.

	Profondeur de carbonatation		
	Apprentissage	Validation	Test
<b>Nombre</b>	134	29	29
<b>MSE</b>	0.214	0.301	0.350
<b><math>R</math></b>	0.993	0.988	0.992

Le taux d'erreur de la profondeur de carbonatation, obtenus à partir de l'apprentissage, la validation et le test, est indiqué dans la Figure VI.10. Les erreurs entre les valeurs expérimentales et les valeurs estimées numériquement par le modèle prédictif développé, se situent entre -0,952 et 1,294. À partir de ces résultats présentés ci-dessus, ce modèle, basée sur les RNA, montre une meilleure performance pour prédire la profondeur de la carbonatation du mortier à base des différents teneurs en MK, VC et en PB.

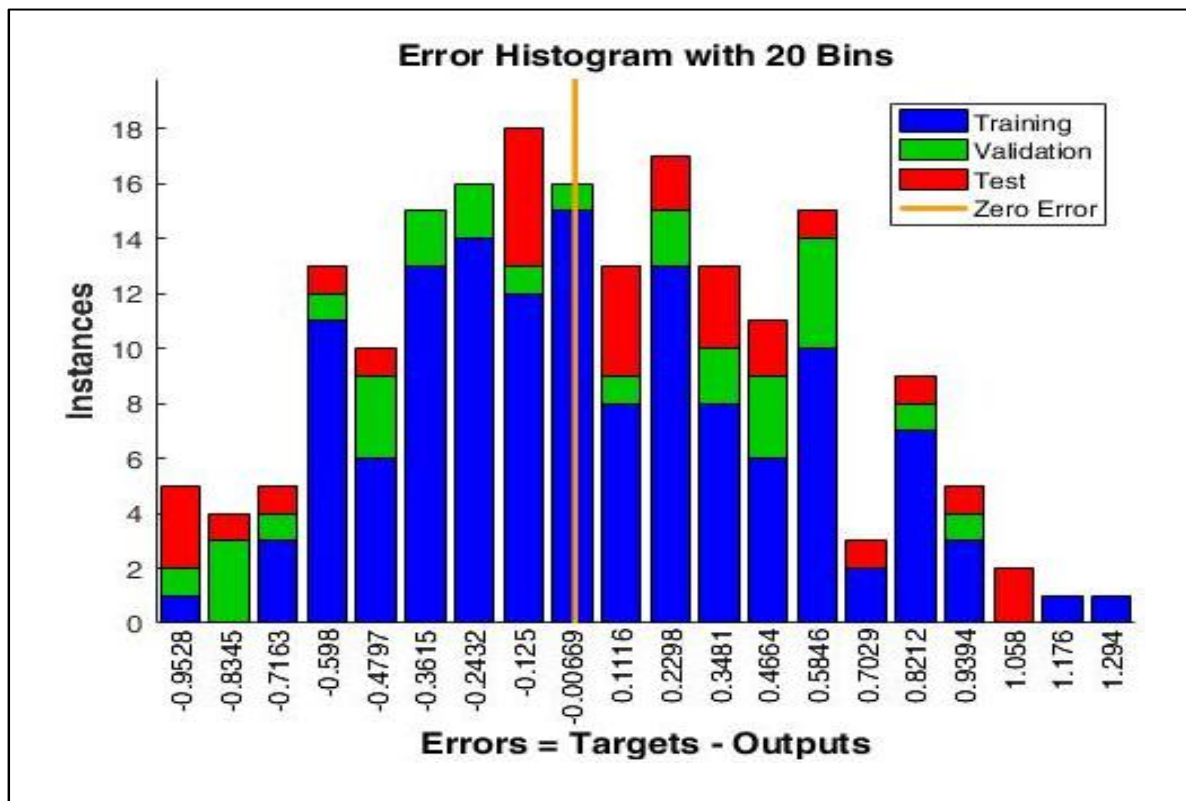


Figure VI.10. Erreurs entre les valeurs expérimentales et prédites de la profondeur de carbonatation.

### VI.5.5. Validation du modèle développé

Aucun modèle comparable n'a été trouvé pour la prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB.

Afin de tester la fiabilité de notre modèle développé (à l'aide de RNA), et pour valider sa précision et sa capacité de prédire la profondeur de la carbonatation dans le cas des différents mortiers étudiés, de nouvelles données expérimentales, collectées d'autres études de recherche [29,31,118], ont été utilisées comme une base de données pour notre modèle développé. Ces données expérimentales issues de la littérature (exposés séparément dans la littérature, pour des matériaux cimentaires modifiés par le métakaolin, la vase calcinée et la poudre de brique, par plusieurs chercheurs) sont résumées dans le Tableau VI.6. Dont,  $M_A$ ,  $C$ ,  $C_T$ ,  $C_{CO_2}$ ,  $HR$ ,  $T$ ,  $E_T$  et  $C_D$ , indiquent respectivement la quantité de l'ajout, la quantité du ciment, l'âge du mortier, la concentration en  $CO_2$ , l'humidité relative, la température, la durée d'exposition au  $CO_2$  et la profondeur de la carbonatation.

La Figure VI.11 illustre la corrélation entre les valeurs de la profondeur de la carbonatation obtenues à partir du modèle (RNA) proposé et les résultats expérimentaux collectés. Les résultats révèlent une corrélation notable, presque parfaite, entre les profondeurs de carbonatation prévues (estimées numériquement à l'aide du modèle) et celles expérimentalement mesurées ( $R$  élevé), avec seulement quelques points qui présentent des écarts mineurs.



*Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)*

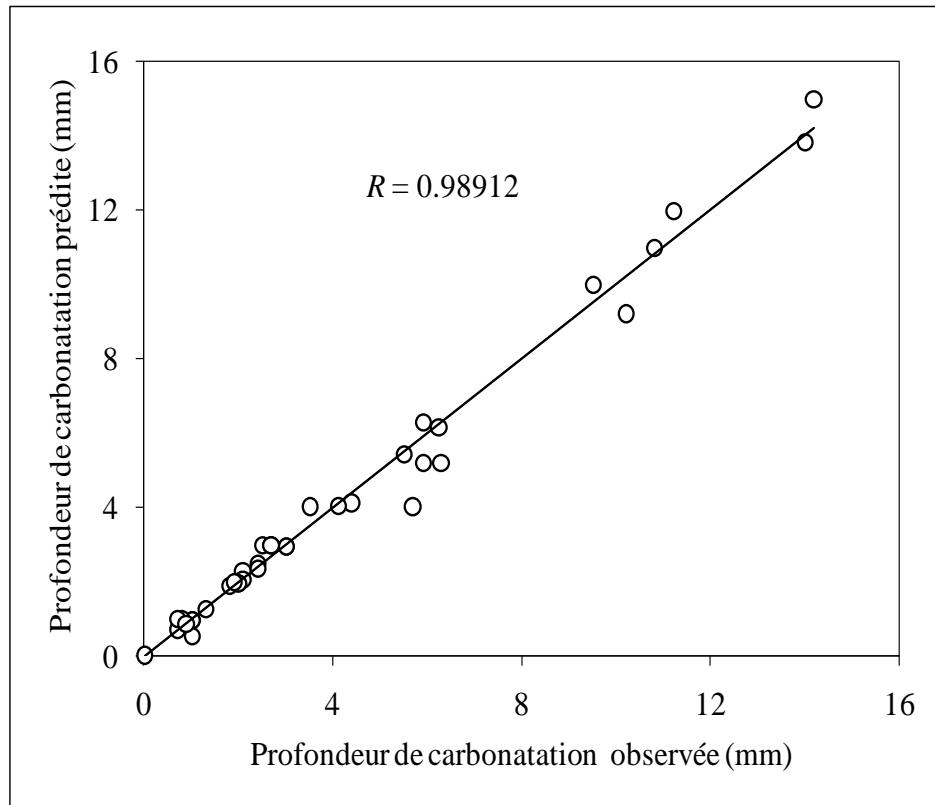
Le modèle de réseau de neurones proposé montre alors une performance exceptionnelle pour prédire la profondeur de la carbonatation atteinte dans des mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB, et à n'importe quel âge donné, sans avoir besoin des tests supplémentaires. Ces résultats soulignent l'utilité pratique de notre modèle RNA développé, en tant qu'un outil robuste pour déterminer la profondeur de la carbonatation dans les mortiers modifiés par des additions minérales d'origine argileuse.

**Tableau VI.6.** Base de données collectés [29,118,31].

N°	Inputs									Output
	M <sub>A</sub>	M <sub>A</sub> (%)	M <sub>A</sub> (g)	C (g)	C <sub>T</sub> (jours)	C <sub>CO2</sub> (%)	HR (%)	T (°C)	E <sub>T</sub> (jours)	C <sub>D</sub> (mm)
<b>Shi et al. [31]</b>										
1		0	0	450.0	91	1	57	20	7	0
2		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	7	1
3		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	7	1
4		0	0	450.0	91	1	57	20	14	0.7
5		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	14	2.1
6		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	14	1.8
7		0	0	450.0	91	1	57	20	21	1
8		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	21	2.5
9		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	21	2.1
10	<b>MK</b>	0	0	450.0	91	1	57	20	28	0.8
11		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	28	3
12		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	28	2.7
13		0	0	450.0	91	1	57	20	56	1.3
14		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	56	4.4
15		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	56	4.1
16		0	0	450.0	91	1	57	20	91	2
17		25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	91	5.9
18		31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	91	5.5
19		0	0	450.0	91	1	57	20	280	2.4
20	25.5	114.75	335.25	91	1	57	20	280	10.2	
21	31.9	143.55	306.45	91	1	57	20	280	10.8	
<b>Schackow et al. [29]</b>										
22		0	0	394	28	0.035	65	23	28	5.7
23		10	38	344	28	0.035	65	23	28	5.9
24		25	90	272	28	0.035	65	23	28	6.25
25		40	136	205	28	0.035	65	23	28	6.3
26	<b>PB</b>	0	0	394	90	0.035	65	23	90	14
27		10	38	344	90	0.035	65	23	90	9.5
28		25	90	272	90	0.035	65	23	90	11.2
29		40	136	205	90	0.035	65	23	90	14.2
<b>Benzerzour et al. [118]</b>										
30		0	0	450	28	1	65	20	14	2.4
31		10	45	405	28	1	65	20	14	0.7
32	<b>VC</b>	20	90	360	28	1	65	20	14	0.9

**Prédiction de la profondeur de carbonatation des mortiers modifiés à l'aide d'un modèle numérique basé sur le Réseau de Neurones Artificiel (RNA)**

33	30	135	315	28	1	65	20	14	2
34	0	0	450	28	1	65	20	28	2.7
35	10	45	405	28	1	65	20	28	1.9
36	20	90	360	28	1	65	20	28	3
37	30	135	315	28	1	65	20	28	3.5



**Figure VI.11.** Valeurs de la carbonatation prédites par RNA en fonction des valeurs observées (donnés collectés [29,31,118]).

## VI.6. Conclusion

Les modèles prédictifs existants dans la littérature pour la prévision de la profondeur de la carbonatation des matériaux cimentaires, malgré leur diversité, peuvent être classés en trois catégories: des modèles empiriques basés sur la loi de Fick, des modèles semi-empiriques ou physico-chimiques et des modèles numériques utilisant les nouvelles techniques de l'intelligence artificielle telles que les réseaux de neurones artificiels. Les modèles empiriques malgré leur simplicité restent limités, parce qu'ils sont issus pour des paramètres bien spécifiés où leur marge de variation est très petite. Les modèles physico-chimiques sont plus approfondis en introduisant un grand nombre de paramètres influençant sur le phénomène de carbonatation, mais leur application s'avère très difficile vue de leur complexité. L'intelligence artificielle, telles que les réseaux de neurones (RNA), ont été récemment élaborés pour la prédiction de la carbonatation des bétons.

Ces techniques ont prouvé leur performance. Cependant, en raison de la complexité des facteurs qui influent sur le phénomène de la carbonatation, la plupart des modèles développés ont été basés sur des tests accélérés, où leurs résultats de prédiction indiquent des erreurs relativement élevées par rapport aux mesures effectuées in-situ. Par conséquent, l'intégration d'essais de carbonatation en différentes conditions (accélérées et naturelles) dans la même simulation (RNA) peut être avantageuse et très utile pour une prédiction plus précise de la profondeur de la carbonatation des matériaux cimentaires.

Les résultats de la modélisation réalisée dans ce chapitre, montrent que le modèle développé (RNA) a présenté une meilleure performance pour prédire la profondeur de la carbonatation des mortiers modifiés par différents teneurs en MK, VC ou en PB. Le modèle neuronal (RNA) élaboré a donné des erreurs quadratiques moyennes (MSE) faibles et a permis d'avoir des coefficients de détermination ( $R$ ) élevés, ce qui indique une bonne corrélation entre les profondeurs de la carbonatation mesurées expérimentalement et celles prédites par le modèle numérique élaboré (RNA). Les résultats de la validation du modèle neuronal sont très suffisants, par rapport au grand nombre de facteurs qui influent sur le phénomène complexe de la carbonatation.

# Conclusion générale et perspectives

---

À l'heure actuelle, la protection de l'environnement est l'une des préoccupations majeures des chercheurs dans les différents coins du monde. Afin de réduire les problèmes liés à la protection de l'environnement, telles que les émissions de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère, dues en grande partie par l'industrie cimentaire, et les déchets de construction/démolition délaissés dans la nature, des efforts importants sont alloués actuellement dans la recherche scientifique dans le but d'innover de nouveaux matériaux de construction, soit par le recyclage de certains déchets ou des sous-produit industriels, soit par l'utilisation de différents matériaux naturels ou des biomasses. Pour le secteur de la construction, l'utilisation de ressources locales est une des facettes importantes du développement durable. Plusieurs types de sous-produits sont aujourd'hui à l'étude, pour une utilisation dans le béton en tant qu'addition cimentaire alternative, dans le but de développer des liants basés sur des ressources alternatives.

Dans ce contexte, ce travail de thèse a été mené dans le but d'élaborer et d'innover de nouvelles pouzzolanes artificielles (utilisées pour la fabrication des matériaux cimentaires) par une valorisation de nouveaux matériaux à base de la kaolinite (matériaux d'origine argileuse), qui sont : un métakaolin (un kaolin naturel traité thermiquement), une vase calcinée (des sédiments issus de dragage d'un barrage hydraulique, calcinés avant l'utilisation) et une poudre de brique (obtenue par broyage des déchets de brique). Plus particulièrement, ce travail était pour objectif de comprendre l'influence de ces additions minérales sélectionnées sur le comportement physique, mécanique et sur certaines propriétés de transfert contrôlant la durabilité du mortier ordinaire testé.

L'originalité de cette étude provient de comparer l'influence des trois ajouts utilisés (le métakaolin (MK), la vase calcinée (VC) et la poudre de brique (PB)) sur les différentes propriétés du mortier indiquées ci-dessus. À cet effet, un programme expérimental a été mis en place, incluant différents essais effectués sur des mortiers modifiés par différentes additions minérales et sur le mortier à base de ciment seul (mortier témoin). Ce programme expérimental effectué a ciblé quatre parties :

- ✓ Une caractérisation physico-chimique et minéralogique du ciment et des trois ajouts minéraux utilisés : le MK, la VC et la PB. La Diffraction par des Rayons X (DRX) a été utilisée dans cette partie.
- ✓ Une étude expérimentale de l'influence des différents dosages en métakaolin (MK), en vase calcinée (VC) et en poudre de brique (PB), sur le comportement physique et mécanique des mortiers, ainsi que sur des propriétés de transfert du mortier, telles que, la porosité, l'absorption capillaire, la perméabilité à l'eau liquide et la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE), ainsi que la carbonatation en conditions accélérées et naturelles. La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) a été utilisée pour l'observation de la microtexture et de la microstructure des mortiers.
- ✓ Une étude de l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transfert des mortiers avec différents dosages en MK, en VC et en PB, notamment sur la porosité ouverte du mortier, sa sorptivité et sa perméabilité à la vapeur d'eau (PTVE). Une caractérisation microstructurale à l'aide d'analyse Thermo-Gravimétrique (ATG) a été adoptée dans le but de quantifier les phases de Ca(OH)<sub>2</sub> et de CaCO<sub>3</sub> ainsi que du C-S-H.

# Conclusion générale et perspectives

---

- ✓ Une modélisation de la profondeur de la carbonatation, à l'aide de l'intelligence artificielle, pour les différents mortiers à base de différents dosages en additions minérales testées.

Les résultats expérimentaux sont présentés dans le cinquième et le sixième chapitre. Nous avons pu aboutir aux conclusions suivantes :

- A l'état frais, les mortiers à base du MK, de la VC et de la PB présentent une faible ouvrabilité, ce qui nécessite un ajustement de la teneur en eau et/ou de l'adjuvantation, pour permettre une meilleure dispersion des particules. Plus les tailles des particules des ajouts diminuent, plus sa surface spécifique augmente, ce qui réduit la maniabilité (la fluidité) du mélange cimentaire.
- L'utilisation des ajouts minéraux d'origine argileuse peut réduire l'air occlus. Plus le dosage en MK, en VC ou en PB dans le mélange de mortier est élevé, plus la quantité de l'air occlus dans le mortier à l'état frais est faible.
- Au jeune âge (à 7 jours), la résistance à la flexion de tous les mortiers (avec MK, VC ou PB) est inférieure à celle du mortier témoin. Cette tendance s'inverse à des âges plus avancés (à 28 et à 90 jours), en raison de l'effet de l'activité pouzzolanique du MK, de la VC et de la PB, conduisant à une modification de la structure poreuse du matériau à long terme
- L'incorporation du MK, de la VC ou de la PB comme additions minérales améliore la résistance à la compression du mortier, et ce depuis le jeune âge (à 7 jours) pour les mortiers à base du métakaolin. Les teneurs optimales en MK, en VC et en PB, pour obtenir la meilleure résistance mécanique, sont respectivement 25%, 20% et 15%. Au-delà de ces pourcentages, la résistance mécanique diminue. Cette diminution est particulièrement visible à long terme.
- Le MK, la VC et la PB ont un effet positif sur les propriétés de transfert du mortier. Plus la substitution du ciment par le MK, la VC ou la PB augmente, plus la sorptivité, la porosité ouverte, la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau (PTVE) et la perméabilité à l'eau liquide des mortiers diminuent. Cela est attribué au fait que les produits pouzzolaniques formés (C-S-H supplémentaire) et les particules fines des ajouts, peuvent remplir considérablement les pores capillaires, ce qui implique que le mortier devient plus dense et moins perméable.
- En comparaison entre les trois ajouts, l'utilisation du MK dans un mortier permet d'obtenir les valeurs les plus élevées en termes de résistance mécanique et les valeurs les plus faibles en termes de porosité, de sorptivité et de perméabilité. Cela est due principalement à cause de la grande finesse et la forte réactivité pouzzolanique du MK, par rapport à celles de la vase (VC) et de la poudre de brique (PB). Les analyses d'ATG révèlent une quantité plus élevée des phases de C-S-H dans le mortier modifié par le MK, par rapport à celles estimées dans le cas du mortier à base de la VC ou de la PB.
- La substitution partielle du ciment par le MK, la VC ou la PB conduit à une diminution significative de la résistance à la carbonatation du mortier. La profondeur de la carbonatation augmente quand la teneur du mortier en MK, en VC ou en PB est plus

# Conclusion générale et perspectives

---

importante. Ceci est dû à la consommation de la Portlandite par les réactions pouzzolaniques des ajouts. Les analyses d'ATG révèlent une diminution importante des phases totales de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de C-S-H, avec une augmentation de la phase des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) dans le cas des différents mortiers carbonatés.

Concernant, les résultats relatifs à l'impact de la carbonatation sur les propriétés de transferts, notamment sur la porosité accessible à l'eau, l'absorption capillaire et la perméabilité à la vapeur d'eau (PTVE), les principales conclusions que nous pouvons tirer sont les suivantes :

- ✓ Suite à une carbonatation accélérée, en raison du colmatage des pores par les carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), les coefficients de la sorptivité, la porosité et de la perméabilité (PTVE) du mortier témoin (sans ajout) diminuent.
- ✓ En raison du retrait de carbonatation, dû à la décalcification d'une quantité importante des C-S-H qui se produit dans les mortiers à base du MK, de la VC ou de la PB, des microfissures apparaîtront, et par conséquent, le transfert hydrique (sous forme gazeuse ou liquide) à travers le mortier devient facile. Donc, la perméabilité par transmission de la vapeur d'eau, la sorptivité et la porosité ouverte des mortiers augmentent significativement après la carbonatation.
- ✓ L'effet de la carbonatation sur les propriétés de transfert dépend de la composition minéralogique initiale du matériau, telles que la Portlandite et la calcite.

Dans la dernière partie de ce travail, un modèle de réseau neurones artificiels (RNA) a été élaboré pour la prédiction de la profondeur de la carbonatation des mortiers modifiés par l'incorporation d'additions minérales (MK, VC et PB). Nous avons commencé, en premier lieu, par le choix des paramètres d'entrées, nécessaires et influençant dans la modélisation, puis les paramètres d'apprentissage et les combinaisons qui donnent les meilleures performances.

- ✓ À partir des résultats observés, l'algorithme de Levenberg–Marquardt (LM) a donné une bonne précision pour la prédiction de la profondeur de la carbonatation. Un réseau neuronal avec dix couches cachées peut générer un modèle avec  $R^2$  supérieur à 0,9.
- ✓ Le modèle développé montre une meilleure performance pour la prédiction de la profondeur de la carbonatation des mortiers à base de différents teneurs en MK, en VC et en PB, et à deux différents âges (à l'âge de 28 et de 90 jours). Le modèle RNA a donné des erreurs quadratiques moyennes (MSE) faibles et des coefficients de détermination ( $R$ ) élevés. Ce qui indique une corrélation parfaite entre les mesures expérimentales et les valeurs prédites de la profondeur de la carbonatation dans l'ensemble des différents mortiers étudiés.
- ✓ D'autre part, nous avons pu valider notre modèle développé par des RNA pour d'autres résultats expérimentaux, obtenus dans trois études de recherche issues de la littérature (non inclus dans notre base de données). Le résultat révèle une corrélation presque parfaite entre les profondeurs de la carbonatation estimées numériquement par notre modèle développé et les valeurs expérimentalement obtenues, avec un coefficient de détermination ( $R$ ) élevé. Compte tenu du grand nombre de facteurs influençant le phénomène complexe de la carbonatation, le modèle développé est jugé de très fiable pour

# Conclusion générale et perspectives

---

la prédiction de la carbonatation des mortiers à base des additions minérales utilisées (ajouts d'origine argileuse).

## Perspectives

L'utilisation des argiles calcinées comme des ajouts minéraux pour la fabrication des bétons et des mortiers peut être considérée comme une pratique respectueuse de l'environnement, car elle permet de réduire la quantité de ciment nécessaire pour la production des matériaux cimentaires. La valorisation de l'argile riche en kaolinite, de la vase des barrages, ainsi que des déchets de brique rouge (à l'origine une argile cuite), semble, donc, très prometteuse pour la fabrication de nouveaux matériaux cimentaires avec de très bonnes performances de durabilité.

- Toutefois, des recherches plus approfondies à long terme, ainsi que des études sur les caractéristiques microscopiques telles que la porosimétrie à intrusion de mercure (PIM), sont encore nécessaires pour mieux comprendre l'influence de ces additions minérales sur l'évolution de la microstructure et les changements qui se produisent dans le matériau cimentaire au cours de son durcissement, notamment dans le cas d'un béton. Il est également essentiel d'étudier l'impact de la carbonatation sur d'autres propriétés de transfert, telles que la perméabilité au gaz et la pénétration des ions chlorures. Ces recherches permettront de mettre en évidence les modifications provoquées par le MK, la VC et la PB, ainsi que l'effet de la carbonatation sur la matrice cimentaire du matériau.
- Il est également très important de tester l'influence de ces additions pouzzolaniques sur d'autres paramètres physico-mécaniques des bétons, tels que les modules d'élasticité statique et dynamique et de la durabilité des bétons par déterminer les courbes d'adsorption – désorption ou des essais de perméabilité au gaz...
- La finesse de l'addition minérale utilisée comme ajout dans le matériau cimentaire (mortier ou béton) est un paramètre très important par lequel la porosité et plusieurs propriétés de transfert (comme la perméabilité), peuvent être influencées. Le temps de broyage et la finesse de l'ajout utilisé (sa surface spécifique Blaine), peuvent aussi être des facteurs très influençant sur les performances de durabilité d'un matériau cimentaire (béton ou mortier). Une étude en faisant varier ces facteurs sera donc de très grand intérêt.
- Le modèle développé a montré de bonnes performances pour prédire la profondeur de la carbonatation des mortiers à faible teneur en clinker. Cependant, la carbonatation est un phénomène très complexe, en particulier pour les matériaux cimentaires à base d'additions minérales. Car elle dépend de plusieurs facteurs qui peuvent limiter l'efficacité du modèle développé. À cet égard, le modèle RNA peut encore être amélioré dans de futurs travaux en y intégrant davantage de paramètres. Il serait pertinent de prendre en compte la composition chimique ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) des ajouts, les propriétés physiques comme la finesse et l'activité pouzzolanique des additions utilisées, ainsi que la quantité de phases de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de C-S-H dans le matériau. Ces éléments sont nécessaires pour mieux comprendre leur impact sur l'évolution de la microstructure, ainsi que le pH de la solution

## Conclusion générale et perspectives

---

interstitielle, qui influe de manière significative sur le taux de la carbonatation. Ces améliorations permettraient d'obtenir une plus grande fiabilité et précision du modèle. L'intégration d'autres méthodes d'intelligence artificielle ou d'autres techniques de modélisation, comme la combinaison des réseaux de neurones avec les algorithmes génétiques, serait d'un grand avantage pour augmenter la performance du modèle élaboré.



# Références bibliographiques

---

- [1] L. Zhu, Z. Zhu, Reuse of clay brick waste in mortar and concrete. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2020(1) (2020): 6326178.
- [2] F. Belaïd, How does concrete and cement industry transformation contribute to mitigating climate change challenges?. *Resources, Conservation and Recycling Advances*, 15 (2022): 200084.
- [3] UNCC, Climate plans remain insufficient: more ambitious action needed now. United Nations climate change, 2022 [Accessed 1 May 2024] Available at: <https://unfccc.int/news/climate-plans-remain-insufficient-more-ambitious-action-needed-now>.
- [4] M. Schneider, The cement industry on the way to a low-carbon future. *Cement and Concrete Research*, 124 (2019): 1057924.
- [5] M. R. Andrew, Global CO<sub>2</sub> emissions from cement production. *Earth System Science Data*, 10(1) (2018): 195-217.
- [6] E. Benhelal, E. Shamsaei, E. M.I. Rashid, Challenges against CO<sub>2</sub> abatement strategies in cement industry: A review. *Journal of Environmental Sciences*, 104 (2021): 84-101.
- [7] A. Chatterjee, T. Sui. Alternative fuels—effects on clinker process and properties, *Cement and Concrete Research*, 123 (2019): 105777.
- [8] J. Wang, Y. Dai, L. Gao. Exergy analyses and parametric optimizations for different cogeneration power plants in cement industry. *Applied Energy*, 86(6) (2019): 941-948.
- [9] B. Bakhtyar, T. Kacemi, M.A. Nawaz, A review on carbon emissions in Malaysian cement industry. *International Journal of Energy Economics and Policy*, 7(3) (2017) 282-286.
- [10] N. Sahoo, A. Kumar, S. Samsher. Review on energy conservation and emission reduction approaches for cement industry. *Environmental Development*, 44 (2022): 100767.
- [11] G. Jiang, Z. Rong, W. Sun. Effects of métakaolin on mechanical properties, pore structure and hydration heat of mortars at 0.17 w/b ratio, *Construction and Building Materials*, 93 (2015): 564-572.
- [12] M. Si-Ahmed, S. Kenai. Behavior of self-compacting mortars based on waste brick powder. *Current Materials Science: Formerly: Recent Patents on Materials Science*, 13(1) (2020): 39-44.
- [13] Business opportunities in waste management in Algeria, 2018.
- [14] O. Safer. Optimisation de la formulation d'un éco-béton à base de sédiments de dragage et étude de sa résistance aux attaques chimiques, Thèse de doctorat, Université de Mostaganem, 2017.
- [15] R. Harbi, R. Derabla, Z. Nafa. Improvement of the properties of a mortar with 5% of kaolin fillers in sand combined with metakaolin, brick waste and glass powder in cement. *Construction and Building Materials*, 152 (2017): 632-641.
- [16] A. Nadeem, S.A. Memon, T.Y. Lo. Mechanical performance, durability, qualitative and quantitative analysis of microstructure of fly ash and Metakaolin mortar at elevated temperatures. *Construction and Building Materials*, 38 (2013): 338-347.
- [17] J.M. Khatib, E.M. Negim, E. Gjonbalaj. High volume métakaolin as cement replacement in mortar, *World J Chem*, 7(1) (2012): 7-10.
- [18] Y. Ouldkaoua, B. Benabed, R. Abousnina, E.H. Kadri, J. Khatib. Effect of using metakaolin as supplementary cementitious material and recycled CRT funnel glass as fine aggregate on the durability of green self-compacting concrete. *Construction and Building Materials*, 235 (2020): 117802.
- [19] E. Güneyisi, M. Gesoğlu, K. Mermerdaş. Improving strength, drying shrinkage, and pore structure of concrete using metakaolin. *Materials and structures*, 41(5) (2008): 937-949.
- [20] M. Frías, M.S. de Rojas. Influence of the metakaolin on porous structure of matrixes based in mk/cement. *Materiales de Construcción*, 50(259) (2000): 57-67.

# Références bibliographiques

---

- [21] R.H. Sadok, N. Belas, M. Tahlaiti, R. Mazouzi. Reusing calcined sediments from Chorfa II dam as partial replacement of cement for sustainable mortar production. *Journal of Building Engineering*, 40 (2021): 102273.
- [22] A. Grellier, D. Bulteel, M.E.K. Bouarroudj, S. Rémond, Z. Zhao, L. Courard. Alternative hydraulic binder development based on brick fines: Influence of particle size and substitution rate. *Journal of Building Engineering*, 39 (2021): 102263.
- [23] Q. Tang, Z. Ma, H. Wu, W. Wang, The utilization of eco-friendly recycled powder from concrete and brick waste in new concrete: A critical review. *Cement and Concrete Composites*, 114 (2020): 103807.
- [24] D. Yang, M. Liu, Z. Ma. Properties of the foam concrete containing waste brick powder derived from construction and demolition waste. *Journal of Building Engineering*, 32 (2020): 101509.
- [25] J.M. Ortega, V. Letelier, C. Solas, G. Moriconi, M.A. Climent, I. Sánchez. Long-term effects of waste brick powder addition in the microstructure and service properties of mortars. *Construction and Building Materials*, 182 (2018): 691-702.
- [26] Z. Ma, M. Liu, Z. Duan, C. Liang, H. Wu. Effects of active waste powder obtained from C&D waste on the microproperties and water permeability of concrete. *Journal of Cleaner Production*, 257 (2020): 120518.
- [27] P. Duan, Z. Shui, W. Chen, C. Shen. Enhancing microstructure and durability of concrete from ground granulated blast furnace slag and métakaolin as cement replacement materials. *Journal of Materials Research and Technology*, 2(1) (2013): 52-59.
- [28] S.A. Bernal. Effect of the activator dose on the compressive strength and accelerated carbonation resistance of alkali silicate-activated slag/métakaolin blended materials. *Construction and building materials*, 98 (2015): 217-226.
- [29] A. Schackow, D. Stringari, L. Senff, S.L. Correia, A.M. Segadães. Influence of fired clay brick waste additions on the durability of mortars. *Cement and concrete composites*, 62 (2015): 82-89.
- [30] G. Batis. The effect of métakaolin on the corrosion behavior of cement mortars. *Cement and Concrete Composites*, 27(1) (2015): 125–130.
- [31] Z. Shi, B. Lothenbach, M. R. Geiker, J. Kaufmann, A. Leemann, S. Ferreiro, J. Skibsted. Experimental studies and thermodynamic modeling of the carbonation of Portland cement, métakaolin and limestone mortars, *Cement and Concrete Research*, 88 (2016): 60-72.
- [32] A. Bordy. Influence des conditions thermo-hydriques de conservation sur l'hydratation de matériaux cimentaires à base d'une fine recyclée, Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, 2016.
- [33] D. Salas, A. Ramirez, C. Rodríguez, D. Petroche, A. Boero, J. Duque- Rivera. Environmental impacts, life cycle assessment and potential improvement measures for cement production: a literature review, *Journal of Cleaner Production*, 113 (2016): 114–122.
- [34] United Nations, Population Division, Demographic Profile Graphs 1950–2100, Data From 2017 for WORLD Low and Medium Variant, Available at <https://population.un.org/wpp/Graphs/Demographic Profiles/>, (2017) , Accessed date: 12 October 2018.
- [35] U.S. Department of the Interior, U.S. Geological Survey, Minerals Yearbook - Cement Advance Release, (2014).
- [36] A. Younsi. Carbonatation de bétons à forts taux de substitution du ciment par des additions minérales, Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2011.
- [37] T. Boden, B. Andres, G. Marland. Global CO<sub>2</sub> Emissions from Fossil-Fuel Burning, Cement Manufacture, and Gas Flaring: 1751-2014, Carbon Dioxide Information Analysis Center. Oak

# Références bibliographiques

---

- Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, USA. Available: [https://cdiac.ess-dive.lbl.gov/ftp/ndp030/global.1751\\_2014.ems](https://cdiac.ess-dive.lbl.gov/ftp/ndp030/global.1751_2014.ems) . Accessed May 20, 2020.
- [38] Cement roadmap, International energy agency (IEA) and world business council for sustainable development (WBCSD), 2012. Available: [www.iea.org/papers/2009](http://www.iea.org/papers/2009).
- [39] G. Habert, N. Roussel. Comment concevoir un béton ayant un faible impact environnemental In XXVI<sup>e</sup> rencontres universitaires de Génie Civil. 2008.
- [40] P. Fleury. Vitruve et le métier d'ingénieur. Cahiers des études anciennes, (XLVIII) (2011) : 7-34.
- [41] C.A. Hendriks, E. Worrell, D. deJager, K. Block, P. Riemer. Emission reduction of green house gases from the cement industry, International Energy Agency, California, 1998.
- [42] SFIC, Info Ciments, Mars 2023. Available: <https://www.infociments.fr/>.
- [43] L. Mosser. Formulation de bétons décarbonés à base de clinker, métakaolin et d'addition calcaire pour une application aux produits préfabriqués, Thèse de doctorat, Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2023.
- [44] D.J.M. Flower, J.G. Sanjayan. Green house gas emissions due to concrete manufacture. The International Journal of Life Cycle Assessment, 12(5) (2007): 282–288.
- [45] R. Rosković, D. Bjegović. Role of mineral additions in reducing CO<sub>2</sub> emission, Cement and Concrete Research, 35(5) (2005): 974-978.
- [46] F. Collins. Inclusion of Carbonation during the Life Cycle of Built and Recycled Concrete: Influence on their Carbon Footprint, International Journal of Life Cycle Assessment, 15(6) (2010): 549-556.
- [47] S.P. Chandar, S. Raganathan, R. Ramachandran. CO<sub>2</sub> emission analysis of métakaolin and alccofine replaced cement in M40 grade concrete, Environmental Science and Pollution Research, 30(47) (2023): 104408-104414.
- [48] I. Allahyari. Approche performantielle des bétons : vers une meilleure caractérisation des indicateurs de durabilité, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2016.
- [49] U.N. Environment, K. L. Scrivener, V.M. John, E.M. Gartner. Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO<sub>2</sub> cement-based materials industry, Cement and concrete Research, 114 (2018): 2-26.
- [50] P. Mikhailenko, F. Cassagnabère, A. Emam, M. Lachemi. Influence of physico-chemical characteristics on the carbonation of cement paste at high replacement rates of métakaolin. Construction and building materials, 158 (2018): 164-172.
- [51] E. Garcia-Diaz. Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : Corrélations avec les caractéristiques minéralo-gitologiques des kaolinites. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1995.
- [52] M. Said-Mansour, E.H. Kadri, S. Kenai, M. Ghrici, R. Bennaceur. Influence of calcined kaolin on mortar properties. Construction and building Materials, 25(5) (2011) : 2275-2282.
- [53] C. Perlot, P. Rougeau. Intérêt des métakaolins dans les bétons. Monographie du Centre d'Études et de Recherches de l'Industrie du Béton, 65, 2007.
- [54] B. Nadjoua. Granulats recyclés de substitution pour bétons hydrauliques, Thèse de doctorat en sciences, Université des frères metouri Constantine, 2017.
- [55] M. Benasla, M. Hadjel, L. Benamara, K. Ouhba. Characterization of sediment dam of Oued Fodda and valorization as an artificial addition in the cement, Matériaux et Techniques, 104(3) (2016).
- [56] ANBT, Agence nationale des barrages et des transferts, Algérie, 2011.
- [57] S. Bailly. Valoriser les boues rouges. Pour la Science, 557(3) (2024) : 9a-9a.
- [58] N. Belas, O. Belaribi, A. Mebrouki, N. Bouhamou. Valorisation des sédiments de dragage dans les bétons. INVA CO<sub>2</sub> : Séminaire International, Rabat – Maroc / 23-25, n° 1P-173, Novembre 2011.

# Références bibliographiques

---

- [59] F. K. Aoual-Benslafa, D. Kerdal, M. Ameer, B. Mekerta, A. Semcha. Durability of mortars made with dredged sediments, *Procedia Engineering* 118 (2015): 240-250.
- [60] B. Khaled. Elaboration et caractérisation thermomécanique des mortiers à base d'ajouts de déchets de briques réfractaires, 2015.
- [61] Y. Zhao, J. Gao, C. Liu, X. Chen, Z. Xu. The particle-size effect of waste clay brick powder on its pozzolanic activity and properties of blended cement, *Journal of cleaner production*, 242 (2020): 118521.
- [62] I. Irki, F. Debieb, S. Ouzadid, H.L. Dilmi, C. Settari, D. Boukhelkhel. Effect of Blaine fineness of recycling brick powder replacing cementitious materials in self compacting mortar, *Journal of adhesion science and Technology*, 32(9) (2018): 963-975.
- [63] Z. He, A. Shen, H. Wu, W. Wang, L. Wang, C. Yao, J. Wu. Research progress on recycled clay brick waste as an alternative to cement for sustainable construction materials, *Construction and Building Materials*, 274 (2021): 122113.
- [64] L.G. Li, Z.H. Lin, G.M. Chen, A.K.H. Kwan. Reutilizing clay brick dust as paste substitution to produce environment-friendly durable mortar, *Journal of Cleaner Production*, 274 (2020): 122787.
- [65] H. Wu, J. Xiao, C. Liang, Z. Ma. Properties of cementitious materials with recycled aggregate and powder both from clay brick waste, *Buildings*, 11(3) (2021): 119.
- [66] R. Cherif. Etude de l'effet de la composition de la solution interstitielle des matériaux cimentaires sur les interactions multi-espèces lors des transferts de chlorures, Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2018.
- [67] J. Baron, R. Sautery. Le béton hydraulique: connaissance et pratique, Presses de l'école nationale des Ponts et chaussées, Paris, France, 560, 1995.
- [68] M. Auroy. Impact de la carbonatation sur les propriétés de transport d'eau des matériaux cimentaires, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2014.
- [69] V. Baroghel-Bouny. Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances, Thèse de Doctorat. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994.
- [70] S. Husson. Etude physico-chimique et mécanique des interactions ciment-fillers. Application aux mortiers. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1991.
- [71] J.P. Ollivier, A. Vichot. La durabilité des bétons. Bases scientifiques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement, 2008.
- [72] F.Z. Dakhmouche Chabil. Carbonatation de bétons adjuvantés à base de ressources locales algériennes, Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2009.
- [73] T-Q. Nguyen. Modélisations physico-chimiques de la pénétration des ions chlorure dans les matériaux cimentaires, Thèse de doctorat, École nationale des ponts et chaussées, Paris, France, 2007.
- [74] M. Regourd, H. Hornain. Applications de la microscopie électronique à balayage, *Revue Des Matériaux de Construction*, 1975: 73–87.
- [75] E. Guillon. Durabilité des matériaux cimentaires - Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles, Thèse de Doctorat. ENS Cachan, 2004.
- [76] E. Breval. C<sub>3</sub>A Hydratation, *Cement and Concrete Research*, 6 (1976): 129–137.
- [77] ANDRA. Référence matériaux, Tome 3 : Les matériaux cimentaires, France 2001.
- [78] X. Brunetaud. Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton, Thèse de doctorat en Physique-chimie des Matériaux, Ecole Centrale des Arts et Manufactures – Ecole Centrale de Paris, 2005.

# Références bibliographiques

---

- [79] D. Wang, C. Shi, N. Farzadnia, Z. Shi, H. Jia et Z. Ou. A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures, *Construction and Building Materials*, 181 (2018): 659-672.
- [80] G. De Schutter. Effect of limestone filler as mineral addition in self-compacting concrete, In *36th Conference on our World in Concrete & Structures: Recent Advances in the Technology of Fresh Concrete (OWIC'S 2011)*: 49-54. Ghent University, Department of Structural engineering.
- [81] E. Berodier, K. Scrivener. Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H, *Journal of the American Ceramic Society*, 97(12) (2014): 3764-3773.
- [82] I. Odler. *Hydration, Setting and Hardening of Portland Cement*, Elsevier, 1998.
- [83] D.P. Bentz. Three-Dimensional Computer Simulation of Portland Cement Hydration and Microstructure Development, *Journal of the American Ceramic Society*, 80(1) (1997): 3–21.
- [84] T. Slamecka, F. Skvara. The effect of water ratio on microstructure and composition of the hydration products of Portland cement pastes. *Ceramics-Silikaty*, 46(4) (2002): 152–158.
- [85] B. Lothenbach, F. Winnefeld, C. Alder, E. Wieland, P. Lunk. Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 37 (2007): 483–491.
- [86] C.C. Castellano, V.L. Bonavetti, H.A. Donza, E.F. Irassar. The effect of w/b and temperature on the hydration and strength of blast furnace slag cements, *Construction and Building Materials*, 111 (2016): 679–688.
- [87] O.M. Jensen, P.F. Hansen, E.E. Lachowski, F.P. Glasser. Clinker mineral hydration at reduced relative humidities, *Cement and Concrete Research*, 29 (1999): 1505–1512.
- [88] C.F. Ferraris. Concrete mixing methods and concrete mixers: State of the art. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 106(2) (2001): 391.
- [89] B.H. Zaribaf, B. Uzal et K. Kurtis. Compatibility of Superplasticizers with Limestone-Métakaolin Blended Cementitious System, In *Calcined Clays for Sustainable Concrete: Proceedings of the 1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015: 427-434. Springer Netherlands.
- [90] B.B. Sabir, S. Wild, J. Bai. Métakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review, *Cement and Concrete Composites*, 23(6) (2001): 441-454.
- [91] R. Siddique, J. Klaus. Influence of métakaolin on the properties of mortar and concrete: a review, *Applied Clay Science*, 43(3) (2009): 392-400.
- [92] M. Antoni, L. Baquerizo, T. Matschei. Investigation of Ternary Mixes Made of Clinker Limestone and Slag or Métakaolin: Importance of Reactive Alumina and Silica Content, In *Calcined Clays for Sustainable Concrete: Proceedings of the 1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015: 545-553. Springer Netherlands.
- [93] P.A.M. Basheer, C.C. McCabe, A.E. Long. The influence of métakaolin on properties of fresh and hardened concrete, *Infrastructure and rehabilitation*, International Conference, Sheffield Academic press, Sheffield, 28 (1999): 199-211.
- [94] L. Courard, A. Darimont, M. Schouterden, F. Ferauche, X. Willem, R. Degeimbre. Durability of mortars modified with métakaolin, *Cement and Concrete Research*, 33 (2003): 1473-1479.
- [95] F. Cassagnabère, P. Diederich, M. Mouret, G. Escadeillas, M. Lachemi. Impact of métakaolin characteristics on the rheological properties of mortar in the fresh state, *Cement and Concrete Composites*, 37 (2013): 95-107.
- [96] A. Chatterjee. Pozzolanicity of Calcined Clay. 1<sup>st</sup> International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete, 2015.
- [97] A. Alujas, R. Almenares, S. Betancourt, C. Leyva. Pozzolanic reactivity of low grade kaolinitic clays: Influence of calcination temperature and impact of calcination products on OPC hydration, *Applied Clay Science*, 108 (2015): 94-101.

# Références bibliographiques

---

- [98] R. Pierkes, S. E. Schulze, J. Rockert. Optimization of Cements with Calcined Clays as Supplementary Cementitious Materials, In *Calcined Clays for Sustainable Concrete: Proceedings of the 1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete*, 2015: 59-66. Springer Netherlands.
- [99] S. Hollanders, R. Adriaens, J. Skibsted, Ö. Cizer, J. Elsen. Pozzolanic reactivity of pure calcined clays, *Applied Clay Science*, 1 (2016): 552-560.
- [100] S. Wild, J.M. Khatib, A. Jones. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticized métakaolin concrete, *Cement and Concrete Research*, 26 (1996): 1537-1544.
- [101] F. Cassagnabère, M. Mouret, E. Escadeillas. Early hydration of clinker-slag-métakaolin combination in steam curing conditions, relation with mechanical properties, *Cement and Concrete Research*, 39 (2001): 1164-1173.
- [102] W. Sha, G.B. Pereira. Differential scanning calorimetry study of ordinary Portland cement paste containing métakaolins and theoretical approach of métakaolins activity, *Cement and Concrete Research*, 23 (2001): 455-461.
- [103] R. Bucher, P. Diederich, G. Escadeillas, M. Cyr. Service life of métakaolin-based concrete exposed to carbonation - Comparison with blended cement containing fly ash, blast furnace slag and limestone filler, *Cement and Concrete Research*, 99 (2017): 18-28.
- [104] F. Cassagnabère, M. Mouret, G. Escadeillas, P. Broilliard, A. Bertrand. Métakaolin, a solution for the precast industry to limit the clinker content in concrete: Mechanical aspects, *Construction and Building Materials*, 24 (2010): 1109-1118.
- [105] W. Kunther, Z. Dai, J. Skibsted. Thermodynamic modeling of hydrated white Portland cement-métakaolin-limestone blends utilizing hydration kinetics from <sup>29</sup>Si MAS NMR spectroscopy, *Cement and Concrete Research*, 86 (2016): 29-41.
- [106] M. Gbozee, K. Zheng, F. He, X. Zeng. The influence of aluminum from métakaolin on chemical binding of chloride ions in hydrated cement pastes, *Applied Clay Science*, 158 (2018): 186-194.
- [107] M. F. Rojas, M. S. de Rojas. The effect of high curing temperature on the reaction kinetics in MK/lime and MK-blended cement matrices at 60 °C, *Cement and Concrete Research*, 33 (2003): 643-649.
- [108] P. Rougeau, B. Borys. Réaliser des produits en béton a très hautes performances ou fibres a ultra hautes performances avec des ultrafines autre que la fumée de silice rapport CERIB, DDP 114, 2004.
- [109] M. Belaidi, M. Hamiane, K. Bouzetine, A. Brahmi. Effect of métakaolin on the properties of aerial lime-based mortars, *Journal of Materials and Engineering Structures*, 8(2) (2021): 209-222.
- [110] C. Poon, S. Kou, L. Lam. Compressive strength, chloride diffusivity and pore structure of high performance métakaolin and silica fume concrete, *Construction and Building Materials*, 20 (2006): 858-865.
- [111] S. Cornac, C. Oms-Multon, G. Escadeillas, P. de Caro. Influence d'éco-produits réducteurs de retrait sur les caractéristiques des mortiers, 24ème Rencontres Universitaires de Génie Civil, La Grande Motte, Juin 2006.
- [112] P. J. Tumidajski. Effect of slag, silica fume, and finishing on the sorptivities of field concrete, *Canadian Journal of Civil Engineering*, 33 (8) (2006): 1022-1026.
- [113] G.L. Alvarez, A. Nazari, A. Bagheri, J.G. Sanjayan, C. De Lange. Microstructure, electrical and mechanical properties of steel fibres reinforced cement mortars with partial métakaolin and limestone addition, *Construction and Building Materials*, 135 (2017): 8-20.
- [114] R. San Nicolas, M. Cyr, G. Escadeillas. Performance-based approach to durability of concrete containing flash-calcined métakaolin as cement replacement, *Construction and Building Materials*, 55 (2014): 313-322.

# Références bibliographiques

---

- [115] S.B. Singh, M. Murugan. Effect of métakaolin on the properties of pervious concrete. *Construction and Building Materials*, 346 (2022): 128476.
- [116] D.D. Vu, P. Stroeven, V.B. Bui. Strength and durability aspects of calcined kaolin-blended Portland cement mortar and concrete, *Cement and Concrete Composites*, 23 (2001): 471-478.
- [117] K. Belguesmia. Optimization of an Eco-BAP Based on Dredged Sediment of Fresh, Hardened and Durability, Thèse de doctorat, Abdelhamid Ibn Badis University of Mostaganem, 2018.
- [118] M. Benzerzour, W. Maherzi, M.A. Amar, N.-E. Abriak, D. Damidot. Formulation of mortars based on thermally treated sediments, *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 20 (2018): 592-603.
- [119] M.A. Chikouche, E. Ghorbel, M. Bibi. The possibility of using dredging sludge in manufacturing cements: optimization of heat treatment cycle and ratio replacement, *Construction and Building Materials*, 106 (2016): 330-341.
- [120] M. Bouhmid. Élaboration d'un éco-ciment pouzzolanique à base de vase de barrage hydrolique traitée et déchet de brique de construction, Thèse de doctorat, Université Mohamed Boudiaf des sciences et de la technologie, 2011.
- [121] A. Benkabouche, M. Amar, M. Benzerzour, N.E. Abriak, M. T'kint, M. Mouli. The Influence of external sulfate attack on the durability of reinforced mortars in the presence of calcined river sediments, *Materials*, 16(20) (2023): 6684.
- [122] H. Rahmani, A.A. Ramzaniyanpour. Effect of silica fume and natural pozzolanas on sulfuric acid resistance of dense concretes, *Asian journal of civil engineering*, 9(3) (2008): 303-319.
- [123] M. Ghrici, S. Kenai, M. Said-Mansour. Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements, *Cement and Concrete Composites*, 29 (2007): 542-549.
- [124] J. Limeira, M. Etxeberria, L. Agulló, D. Molina. Mechanical and durability properties of concrete made with dredged marine sand, *Construction and Building Materials*, 25(11) (2011): 4165-4174.
- [125] A. Zri, N.E. Abriak, M. Benzerzour. Valorisation des sédiments dans le béton de sable à base du sable de dragage, In 1st international Conference on Sustainable Built Environment Infrastructure in Developing Countries, (2009) : 343-350.
- [126] J. Baron, R. Gagne, J.P. Ollivier. Chapitre 11 – Viser la durabilité, dans ATILH, sous la direction de J. Baron et J.-P. Ollivier, *Les Bétons, Bases et données pour leur formulation*, Ed. Eyrolles, Chapitre 11, 1996: 307-363.
- [127] K. Ouhba, L. Benamara, A. Hadj Hamou, I.A. HAMWI, M.D. Loye Pilot. Conception of a synthesis pozzolan from sediment dams calcined (Case: Gargar dams), *MATEC Web of Conferences* 11( 2014) :01023.
- [128] F. M. Khalaf. Using crushed clay brick as coarse aggregate in concrete, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 18(4) (2006): 518-526.
- [129] S. Zhang, L. Zong. Properties of concrete made with recycled coarse aggregate from waste brick, *Environmental Progress and Sustainable Energy*, 33(4) (2013): 1283-1289.
- [130] Z.H. Duan, S.D. Hou, J.Z. Xiao, B. Li. Study on the essential properties of recycled powders from construction and demolition waste, *Journal of Cleaner Production*, 253 (2020): 119865.
- [131] L. Zheng. Properties of Concrete with Recycled Clay-Brick-Powder, Master Thesis, Shandong University, China, 2012.
- [132] Z. Ge, Y. Wang, R. Sun, X. Wu, Y. Guan. Influence of ground waste clay brick on properties of fresh and hardened concrete, *Construction and Building Materials*, 98 (2015): 128-136.
- [133] M. Zeghad, J. Mitterpach, B. Safi, B. Amrane, M. Saidi. Reuse of refractory brick wastes (RBW) as a supplementary cementitious material in a concrete, *Periodica Polytechnica Civil Engineering*, 61(1) (2017): 75-80.
- [134] A. Naceri, M.C. Hamina. Use of waste brick as a partial replacement of cement in mortar, *Waste Manage*, 29(8) (2009): 2378-2384.

# Références bibliographiques

---

- [135] K.L. Lin, B.Y. Chen, C.S. Chiou, A. Cheng. Waste brick's potential for use as a pozzolan in blended Portland cement, *Waste Management and Research*, 28(7) (2010): 647-65.
- [136] J. Shao, J. Gao, Y. Zhao, X. Chen. Study on the pozzolanic reaction of clay brick powder in blended cement pastes, *Construction and Building Materials*, 213 (2019): 209–215.
- [137] S. Liu, R. Dai, K. Cao, Z. Gao, The role of sintered clay brick powder during the hydration process of cement pastes, *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Civil Engineering*, 41(2017) : 159–165.
- [138] D. Dimitri, *La physico-chimie des sols traités (LCP)*. Paris, 2008.
- [139] Z.M. Ma, Q. Tang, H.X. Wu, J.G. Xu, C.F. Liang. Mechanical properties and water absorption of cement composites with various fineness and contents of waste brick powder from C&D waste, *Cement Concrete Composite*, 114 (2020): 103758.
- [140] Z. Abib, H.G. Abib, F. Kharchi. Effect of Clay Fines on the Behavior of Self- Compacting Concrete, *Engineering Scientific Research*, 5 (2013): 213-218.
- [141] M.U. Rani, J.M. Jenifer. Mechanical properties of concrete with partial replacement of Portland cement by clay brick powder, *Intentional Journal of Engineering Research and Technology*, 5 (2016) 2278-0181.
- [142] M.S. Kirgiz. Fresh and hardened properties of green binder concrete containing marble powder and brick powder, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 20(sup1) (2016): s64-s10.
- [143] R.D. Toledo-Filho, J.P. Gonçalves, B.B. Americano, E.M.R. Fairbairn. Potential for use of crushed waste calcined-clay brick as a supplementary cementitious material in Brazil, *Cement and Concrete Research*, 37(9) (2007): 1357-1365.
- [144] O.M. Olofinnade, A.N. Ede, J.M. Ndambuki, G.O. Bamigboye. Structural properties of concrete containing ground waste clay brick powder as partial substitute for cement, *Materials Science Forum*, 866 (2016): 63-67.
- [145] M. Heikel, K.M. Zohdy, M. Abdelkreem. Mechanical, microstructure and rheological characteristics of high performance self-compacting cement pastes and concrete containing ground clay bricks, *Construction and Building Materials*, 38 (2013): 101–109.
- [146] B. Safi, Y. Ghernouti, B. Rabehi, D. Aboutaleb. Effect of the Heat Curing on Strength Development of Self-compacting Mortars Containing Calcined Silt of Dams and Ground Brick Waste, *Materials Research*, 16(5) (2013): 1058-1064.
- [147] Sous la direction de J-P. Ollivier, *Les résultats des essais croisés AFREM pour la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau des bétons, Compte rendu des journées techniques AFPC-AFREM, Durabilité des bétons, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité*, Toulouse (1997): 59-64.
- [148] E. Drouet. Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires – prise en compte des transferts hydriques, *Thèse de Doctorat. ENS Cachan*, 2010.
- [149] M.M.Y. Delmi. Etude de l'hydratation et du couplage carbonatation-échanges hydriques dans les mortiers et betons, *These de Doctorat, l'Universite de La Rochelle*, 2004.
- [150] F. Benboudjema. Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales: Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs de centrales nucléaires, *Thèse de doctorat, l'Université de Marne La Vallée*, 2002.
- [151] A. Aït Mokhtar, O. Amiri, S. Sammartino. Analytic modeling and experimental study of the porosity and permeability of a porous medium - application to cement mortars and granitic rock, *Magazine of Concrete Research*, 51(6) (1999): 391-396.
- [152] Z.P. Bazant, L.J. Najjar. Non linear water diffusion in non saturated concrete, *Matériaux et Construction*, 25(5) (1972): 3-20.
- [153] P. Atkins, J. de Paula. *Atkin's physical chemistry (8th edition)*, Oxford University Press. 457, Oxford - United Kingdom, 1097, 2000.



# Références bibliographiques

---

- [154] T. Ishida, K. Maekawa T. Kishi. Enhanced modeling of moisture equilibrium and transport in cementitious materials under arbitrary temperature and relative humidity history, *Cement and Concrete Research*, 37(4) (2007): 565-578.
- [155] S.J. Gregg, K.S.W. Sing. Adsorption, surface area and porosity, 2nd edition, Academic Press, London, United Kingdom, 1982.
- [156] R.A. Pierotti, J. Rouquerol, K.S.W. Sing, D.H. Everett, R. A. W. Haul, L. Moscou. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity, *Pure Appl Chem*, 57 (1985): 603–619.
- [157] V. Baroghel-Bouny, M. Mainguy, T. Lassabatère, O. Coussy. Characterization and identification of equilibrium and transfer moisture properties for ordinary and high-performance cementitious materials, *Cement and Concrete Research*, 29 (1999): 1225-1238.
- [158] NF X 50-501, Durée de vie et durabilité des biens – Vocabulaire des activités de rénovation et de reconstruction - États de référence des biens de réemploi – Norme expérimentale, février 1982.
- [159] La durabilité des bétons, Collection Technique Cim béton, Bétons et Ouvrages d'Art, Novembre 2004.
- [160] H. Siad. La durabilité des bétons auto-plaçants à base des additions pouzzolaniques et fillers calcaires, Thèse de doctorat, l'Université des Sciences et de la Technologie, Mohamed Boudiaf d'Oran, 2009.
- [161] C.S. Poon, I. Lam, S.C. Kou, Y.L. Wong, R. Wong. Rate of pozzolanic reaction of métakaolin in high-performance cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 31(9) (2001): 1301-1306.
- [162] J. Ambroise, S. Maximilien, J. Pera. Properties of métakaolin blended cements, *Advanced Cement Based Materials*, 1(4) (1994): 161-168.
- [163] N. Schwarz, H. Cam, N. Neithalath. Influence of a fine glass powder on the durability characteristics of concrete and its comparison to fly ash, *Cement and Concrete Composites*, 30(6) (2008): 486-496.
- [164] J.A. Kostuch, G.V. Walters, T.R. Jones. High performance concrete incorporating métakaolin: a review *Concrete 2000*, University of Dundee, (1993):1799-1811.
- [165] J.M. Khatib, S. Sabir, S. Wild. Some properties of MK paste and mortar. *Concrete for environmental enhancement and Protection*, Ed. Dhir R.K. and Dyer T.D. Spon Press, Londres, 1996.
- [166] M. Frias, J. Abrera. Pore size distribution and degree of hydration of métakaolin-cement paste, *Cement and Concrete Research*, 30(4) (2000) : 561-569.
- [167] F. Cassagnabère. Produits préfabriqués en béton filé : vers l'amélioration des performances du matériau pour mieux gérer le procédé de production, Thèse de doctorat, l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, 2007.
- [168] P. Bready, M. Chabannet, J. Pera. Microstructural and porosity of métakaolins blended cements *Materials, Research Society proceedings*, 137 (1989): 431-436.
- [169] T.A. Dang. Valorisation des sédiments marins bretons comme matériaux de construction. Rennes: Thèse de doctorat, l'Université INSA de rennes, département Génie Civil, 1-216, 2011.
- [170] A.A. Aliabdo, A.E.M. Abd-Elmoaty, H.H. Hassan. Utilization of crushed clay brick in concrete industry, *Alexandria Engineering Journal*, 53(1) (2014): 151–168.
- [171] J.P. Gonçalves, L.M. Tavares, R.D. Toledo Filho, E.M.R. Fairbairn. Performance evaluation of cement mortars modified with métakaolin or ground brick, *Construction and Building Materials*, (23) (2009): 1971–1979.
- [172] J.M. Khatib, R.M. Clay. Absorption characteristics of métakaolin concrete, *Cement and Concrete Research*, 34 (2004): 19-29.
- [173] E. Badogiannis, S. Tsivilis, V.G. Papadakis, E. Chaniotakis. The effects of métakaolin on concrete properties, *Proceedings of Dundee Conference*, (2002): 81-89.

# Références bibliographiques

- [174] E. Güneyisia, M. Gesoğlua, I. Altana, H. Öznur-Özb. Utilization of cold bonded fly ash lightweight fine aggregates as a partial substitution of natural fine aggregate in self-compacting mortars, *Construction and Building Materials*, 74 (2015): 9–16.
- [175] M. Shekarchi, A. Bonakdar, M. Bakhshi, A. Mirdamadi, B. Mobasher. Transport properties in métakaolin blended concrete, *Construction and Building Materials*, 24(11) (2010): 2217-2223.
- [176] M. Gesoğlu, E. Güneyisi, T. Özturan. Permeability properties of concretes with high reactivity métakaolin and calcined impure kaolin, *Materials Structures*, 47 (2014): 709–728.
- [177] Z.A. Kameche, F. Ghomari, M. Choinska, A. Khelidj. Assessment of liquid water and gas permeabilities of partially saturated ordinary concrete, *Construction and Building Materials*, 65 (2014): 551–565.
- [178] T.H. Wee, A.K. Suryavanshi, S.S. Tin. Evaluation of rapid chloride permeability test (RCPT) results for concrete containing mineral admixtures, *Materials Journal*, 97(2) (2000): 221–232.
- [179] Y.F. Houst. Diffusion de gaz, carbonatation et retrait de la pâte de ciment durcie, Thèse de Doctorat, l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1992.
- [180] M. Thiery. Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires - Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2005.
- [181] S. Masse. Synthèse hydrothermale d'hydrates et silicates tricalciques. Analyse structurale en phase solide. Etude comparative avec les ciments utilisés pour chemiser les puits de pétrole. Thèse de doctorat, l'Université Pierre et Marie Curie.
- [182] G.W. Groves, D.I. Rodway, I.G. Richardson. The carbonation of hardened cement pastes, *Advances in Cement Research*, 3 (1990): 117–125.
- [183] Z. Sauman, V. Lach. Long term carbonation of the phases  $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  and  $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , *Cement and concrete Research*, 2(4) (1972): 453-446.
- [184] D.J. Anstice, C.L. Page, M.M. Page. The pore solution phase of carbonated cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 35 (2005): 377–383.
- [185] L.N. Plummer, T.M.L. Wigley, D.L. Parkhurst. The kinetics of calcite dissolution in  $\text{CO}_2$ -water systems at  $5^\circ$  to  $60^\circ\text{C}$  and 0.0 to 1.0 atm  $\text{CO}_2$ , *American Journal of Science*, 278 (1978): 179–216.
- [186] H. Elfil. Contribution à l'étude des Eaux Géothermales du Sud tunisien : Etude des mécanismes et de la prévention des phénomènes d'entartrage, Thèse de Doctorat, l'Université INSA Toulouse, 1999.
- [187] K. Van-Balen, D. Van-Gemert. Modelling lime mortar carbonation, *Materials and Structures*, 27(7) (1994): 393-398.
- [188] T. Chaussaden. Etat des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé, Septembre, 1999.
- [189] R.M. Dheilily, J. Tudo, Y. Sebai, M. Queneudec. Influence of storage conditions on the carbonation of powdered  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , *Construction and Building Materials*, (16) (2002): 155161.
- [190] W. Wang, C. Lu, Y. Li, G. Yuan, Q. Li. Effects of stress and high temperature on the carbonation resistance of fly ash concrete, *Construction and Building Materials*, 138 (2017): 486–495.
- [191] R. Duval. La durabilité des armatures et du béton d'enrobage, dans *La durabilité des bétons*, Collection de l'ATHIL, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, 492, 1992.
- [192] I.S. Yoon, O. Çopuroğlu, K.B. Park. Effect of global climatic change on carbonation progress of concrete, *Atmospheric Environment*, 41 (2007): 7274–7285.
- [193] N.I. Fattuhi. Concrete carbonation as influenced by curing regime, *Cement and Concrete Research*, 18 (1988): 426–430.

# Références bibliographiques

---

- [194] E. Gruyaert, P. Van den Heede, N. De Belie. Carbonation of slag concrete: Effect of the cement replacement level and curing on the carbonation coefficient - Effect of carbonation on the pore structure, *Cement and Concrete Composites*, 35(1) (2013):39-48.
- [195] J.P. Balayssac, C.H. Detriche, J. Grandet. Effects of curing upon carbonation of concrete, *Construction and Building Materials*, 9 (1995): 91–95.
- [196] Y. Lo, H.M. Lee. Curing effects on carbonation of concrete using a phenolphthalein indicator and Fourier-transform infrared spectroscopy, *Building and Environment*, 37 (2002): 507-514.
- [197] T. Chaussadent, V. Baroghel-Bouny, H. Hornain, N. Rafai, A. Ammouche. Effects of water-cement ratio of cement pastes on microstructural characteristics related to carbonation process. In Malhotra.V, éditeur: 5th C.A.N.M.E.T./A.C.I. International Conference on durability of concrete, (2000): 523-237.
- [198] O. Skjolsvold. Carbonation depths of concrete with and without condensed silica Fume, In: Proceedings of the 2nd International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in concrete, (1986): 1031-1048, Madrid.
- [199] W. Peiming, Z. Yangfang, J.I. Yiki, S. Zhongling. The carbonation property of large fluidity concrete with large dosage of fly ash and slag, *Building Material Transaction*, 4(4) (2001): 305-310.
- [200] Y.F. Houst. Diffusion de gaz, carbonatation et retrait de la pâte de ciment durcie, Thèse de Doctorat, l'Université de Lausanne, 1992.
- [201] K. Ounoughi, V. Baroghel-Bouny, J. Gawsewitch, T. Chaussadent, G. Croquette. Influence du rapport eau/ciment, du type de ciment et de la microstructure sur la carbonatation des bétons, Journées "Durabilité", Bordeaux - CETE du sud-ouest, 2011.
- [202] K. Sisomphon, L. Franke. Carbonation rates of concretes containing high volume of pozzolanic materials, *Cement and Concrete Research*, 37(12) (2007): 1647-1653.
- [203] P. Sulapha, S.F. Wong, T.H. Wee, S. Swaddiwudhipong. Carbonation of Concrete Containing Mineral admixtures, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15(2) (2003): 134-143.
- [204] N. Singh, M. Mithulraj, S. Arya. Utilization of coal bottom ash in recycled concrete aggregates based self compacting concrete blended with métakaolin, *Resources, Conservation and Recycling*, 144 (2019): 240-251.
- [205] M. Saillio. Interactions physiques et chimiques ions-matrice dans les bétons sains et carbonatés. Influence sur le transport ionique. Thèse de doctorat, l'Université Paris-Est-Marne-La-Vallée, 2012.
- [206] J. Bai, J.J. Sabir, J.M. Kinuthia, S. Wild. Métakaolin – Pulverized fuel ash – Portland cement binders and their role in mortar and concrete Proceedings of Dundee, Conference, 2002: 159-173.
- [207] E. Roziere. Etude de la durabilité des bétons par une approche performantielle, Thèse de doctorat, l'Ecole Centrale de Nantes, 2007.
- [208] J.H. Shao. Hydration Performance and Carbonation of Clay Brick Powder-Cement Complex Cementitious Material, Doctoral dissertation, Master Thesis, Southeast University, China, 2019.
- [209] Z. Zhao, A. Grellier, M.E.K. Bouarroudj, F. Michel, D. Bulteel, L. Courard. Substitution of limestone filler by waste brick powder in self-compacting mortars: Properties and durability, *Journal of Building Engineering*, 43 (2021): 102898.
- [210] P. Mounanga. Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retrait, propriétés thermophysiques, Thèse de Doctorat, l'Université de Nantes, 2003.
- [211] G. Villain, M. Thiery, G. Platret. Measurement methods of carbonation profiles in concrete: Thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry. *Cement Concrete Research*, 37(8) (2007): 1182-1192.

# Références bibliographiques

- [212] F. Kaddah, E. Roziere, H. Ranaivomanana, O. Amiri. Complementary use of thermogravimetric analysis and oven to assess the composition and bound CO<sub>2</sub> content of recycled concrete aggregates, *Developments in the Built Environment*, 15 (2023): 100184.
- [213] R. Gabrovšek, T. Vuk, V.Kaučič. Evaluation of the hydration of Portland cement containing various carbonates by means of thermal analysis, *Acta Chim Slov*, 53(2) (2006): 159-165.
- [214] K. Svinning, A. Høskuldsson, H. Justnes. Prediction of compressive strength up to 28 days from microstructure of Portland cement, *Cement Concrete Composites*, 30(2) (2008): 138-151.
- [215] N. Hyvert. Application de l'approche probabiliste à la durabilité des produits préfabriqués en béton, Thèse de Doctorat, l'Université de Toulouse, 2009.
- [216] S. Valls, E. Vàsquez. Accelerated carbonation of sewage sludge-cement- sand mortars and its environmental impact, *Cement and Concrete Research*, 31(9) (2001): 1271-1276.
- [217] O.O. Metalssi, A. Aït-Mokhtar, P. Turcry, B. Ruot. Consequences of carbonation on microstructure and drying shrinkage of a mortar with cellulose ether, *Construction and Building Materials*, 34 (2012): 218-225.
- [218] O.O. Metalssi. Étude des couplages hydratation-échanges hydriques carbonatation dans les mortiers modifiés polymères, Thèse de Doctorat, l'Université de La Rochelle, 2006.
- [219] L. De Ceukelaire, D. Van Nieuwenburg. Accelerated carbonation of a blast-furnace cement concrete, *Cement and Concrete Research*, 23(2) (1993): 442-452.
- [220] Y.F. Houst, F.H. Wittmann. Retrait de carbonatation, in: *Durabilities of Structures IABSE*, Lisbonne, 1989: 255-260.
- [221] T.C. Powers. A Hypothesis on Carbonation Shrinkage, *Journal of the Portland Cement Association Research and Development Laboratories*, (1962): 146.
- [222] C.M. Hunt, L.A. Tomes. Reaction of blended Portland cement paste with carbon dioxide, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 66A (1962): 473-481.
- [223] R.F. MORO. Approche de performance pour la durabilité des bétons exposés à la carbonatation, Thèse de doctorat, l'Université de Tlemcen, 2012.
- [224] G.W. Groves. The carbonation of hardened cement pastes, *Advances in Cement Research*, 3(11) (1990): 117-125.
- [225] M.M.Y. Delmi, A. Aït-Mokhtar, P. Dumargue. Experimental quantification of the products of carbonation of cement-based materials, 10th DBMC International conference on Durability of Building Materials and Components, Lyon, 17- 20 April 2005.
- [226] O.O. Metalssi, A. Aït-Mokhtar. A proposed methodology for a quantitative investigation of carbonation in polymer-modified mortars, *Experimental Techniques*, 33(6) (2009): 59-65.
- [227] Y.F. Houst, F.H. Witmann. Influence of porosity and water content on the diffusivity of CO<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> through hydrated cement paste, *Cement and Concrete Research*, 24 (1994): 1165-1176.
- [228] H. Ranaivomanana. Transfert dans le milieu poreux réactif non saturés : Application à la cicatrisation des fissures dans les matériaux cimentaires par carbonatation, Thèse de doctorat, l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, 2010.
- [229] V.T. Ngala, C.L. Pag. Effects of carbonation on pore structure and diffusional properties of hydrated cement pastes, *Cement and concrete research*, 27 (1997): 995-1007.
- [230] D.J. Anstice, C.L. Page, M.M. Page. The pore solution phase of carbonated cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 35(2) (2005): 377- 383.
- [231] T.A. Bier. Influence of the type of cement and curing on carbonation progress and pore structure of hydrated cement pastes, *Materials Research Society Symposium Proceedings*, (1987): 85-123.
- [232] M. Thiéry, V. Baroghel-Bouny, A. Morandeau, P. Dangla. Impact of carbonation on the microstructure and transfer properties of cement-based materials, *Transfert*, Lille, 2012.

# Références bibliographiques

---

- [233] G. Villain, M. Thiery. Impact of carbonation on microstructure and transport properties of concrete, in: Lyon, France, 2005.
- [234] M. Daimon, T. Akiba, R. Kondo. Through pore size distribution and kinetics of the carbonation reaction of Portland cement mortars, *Journal of The American Ceramic Society*, 54(9) (1971): 423-428.
- [235] S. M'jahad. Impact de la fissuration sur les propriétés de rétention d'eau et de transport de gaz des géomatériaux: Application au stockage géologique des déchets radioactifs, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2012.
- [236] B.G. Kutchko, B.R. Strazisar, G.V. Lowry, D.A. Dzombak, N. Thaulow. Rate of CO<sub>2</sub> Attack on Hydrated Class H Well Cement under Geologic Sequestration Conditions, *Environmental Science and Technology*, 42 (2008): 6237–6242.
- [237] A. Morandeu. Carbonatation atmosphérique des systèmes cimentaires à faible teneur en portlandite, Thèse de Doctorat, l'Université Paris-Est, 2013.
- [238] EN 197-1: Standard Cement – Part 1- Composition, specifications and conformity criteria for common cements, 2011.
- [239] A. Bouanani, K. Baba-Hamed, W. Fandi. Production et transport des sédiments en suspension dans l'oued Sikkak (Tafna – nord-ouest Algérie), *Revue des sciences de l'eau*, 26(2) (2013) : 119- 132.
- [240] A. Rojo, A. Phelipot-Mardelé, C. Lanos, L. Molez. Procédé d'activation des sols argileux, In *Rencontres Universitaires de Génie Civil*, 2015.
- [241] American Society for Testing and Materials, ASTM C 618-Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete. West Conshohocken: ASTM , 2012.
- [242] ASTM C311: Standard test methods of sampling and testing fly-ash or natural pozzolans for use in Portland-cement concrete, 2011.
- [243] European Committee for Standardization, EN 196-1: Methods of testing cement–part 1: determination of mechanical strengths, 2006.
- [244] AFNOR, NF P15-437: Hydraulic binders. Testing technics. Characterization of cements by fluidity measurement under mortar vibration, 1987.
- [245] AFNOR, NF EN 413-2: Masonry cement - Part 2: test methods, 2017.
- [246] S. Chatterji. Freezing of air-entrained cement-based materials and specific actions of air-entraining agents, *Cement and Concrete Composite*, 25(7) (2003): 759–765.
- [247] AFNOR, NF EN 1015-11: Methods of Test for Mortar for Masonry—Part 11: Determination of Flexural and Compressive Strength of Hardened Mortar, 2019.
- [248] A.F.P.C.-A.F.R.E.M, Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau. In : Ollivier, J. P., éditeur : Durabilité des bétons, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, pages 121-124. Laboratoire des Matériaux et Durabilité des Constructions (L.M.D.C.), 1997.
- [249] ASTM Committee C-16. ASTM E96 – 00, Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials, Washington 2000.
- [250] R. Cherif, A. E. A. Hamami, A. Aït-Mokhtar, W. Bosschaerts. Thermodynamic equilibrium-based modelling of reactive chloride transport in blended cementitious materials, *Cement and Concrete Research*, 156 (2022): 106770.
- [251] N. Issaadi, A. Nouviaire, R. Belarbi, A. Aït-Mokhtar. Moisture characterization of cementitious material properties: assessment of water vapor sorption isotherm and permeability variation with ages, *Construction and Building Materials*, 83 (2015): 237–247.
- [252] A. Younsi, R. Cherif, A. Trabelsi, A. E. A. Hamami, R. Belarbi, A. Aït-Mokhtar. Hydration-drying interactions in a high-volume ground granulated blast-furnace slag mortar, *Construction and Building Materials*, 279 (2021): 122427.

# Références bibliographiques

---

- [253] V. Baroghel-Bouny, T. Chaussadent, G. Croquette, L. Divet, J. Gawsewitch, J. Godin. Méthode d'essai n°58 : Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons, Laboratoire Centrale des Ponts et Chaussées, 2002.
- [254] G. Sergi, S.W. Yu, C.L. Page. Diffusion of chloride and hydroxyl ions in cementitious materials exposed to a saline environment, Magazine of Concrete Research, 44(158) (1992): 63-69.
- [255] T. Chen, M. Bai, X. Gao. Carbonation curing of cement mortars incorporating carbonated fly ash for performance improvement and CO<sub>2</sub> sequestration, Journal of CO<sub>2</sub> Utilization, 51 (2021): 101633.
- [256] S. M'jahad. Impact de la fissuration sur les propriétés de rétention d'eau et de transport de gaz des géomatériaux: Application au stockage géologique des déchets radioactifs, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2012.
- [257] J. Han, W. Sun, G. Pan. Analysis of different contents of blast-furnace slag effect on carbonation properties of hardened binder paste using micro-xct technique, in: Amsterdam, The Netherlands, 2012.
- [258] S. S. Mansoor, S. M. Hama, D. N. Hamdullah. Effectiveness of replacing cement partially with waste brick powder in mortar, Journal of King Saud University-Engineering Sciences, 36(7) (2024): 524-532.
- [259] M. C. Juenger, R. Siddique. Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete, Cement and Concrete Research, 78 (2015): 71-80.
- [260] P. Dinakar, P. K. Sahoo, G. Sriram, Effect of métakaolin content on the properties of high strength concrete, International Journal of Concrete Structures and Materials, 7 (2013): 215-223.
- [261] H.A. Razak, H. Wong. Strength estimation model for high-strength concrete incorporating métakaolin and silica fume, Cement and Concrete Research, 35(4) (2005): 688-695.
- [262] S. Assié. Durabilité des bétons autoplaçants, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, 2004.
- [263] Z. Shi, B. Lothenbach, M.R. Geiker, J. Kaufmann, S. Ferreira, J. Skibsted. Carbonation of Portland Cement Mortars Including Métakaolin and Limestone, In 14th Int. Congr. Chem. Cem., Beijing, China, 2015.
- [264] A. Morandea, M. Thiery, P. Dangla. Investigation of the carbonation mechanism of CH and CSH in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties, Cement and Concrete Research, 56 (2014): 153-170.
- [265] M. Boumaaza, Ph.Turcry, B.Huet, A. Aït-Mokhtar. Influence of carbonation on the microstructure and the gas diffusivity of hardened cement pastes, Construction and Building Materials, 253 (2020): 119-227.
- [266] O.O. Metalssi, A. Aït-Mokhtar, B. Ruot. Influence of cellulose ether on hydration and carbonation kinetics of mortars, Cement and Concrete Composites, 49 (2014): 20-25.
- [267] V. Shah, K. Scrivener, B. Bhattacharjee, S. Bishnoi. Changes in microstructure characteristics of cement paste on carbonation, Cement and Concrete Research, 109 (2018): 184-197.
- [268] T. Tracz, T. Zdeb. Effect of hydration and carbonation progress on the porosity and permeability of cement pastes, Materials, 12(1) (2019): 192.
- [269] E. Guneyisi, M. Gesoglu, S. Karaoglu, K. Mermerdas. Strength, permeability and shrinkage cracking of silica fume and métakaolin concretes, Construction and Building Materials, 34 (2012): 120-130.
- [270] J.J. Chen, J.J. Thomas, H.M. Jennings. Decalcification shrinkage of cement paste, Cement and Concrete Research, 36(5) (2006): 801-809.
- [271] S.M.A. MAMOUNE. Caractérisation et modélisation des argiles de la région de Tlemcen en utilisant les réseaux de neurones, Thèse de doctorat, l'Université Abou Bekr Belkaïd Tlemcen, 2009.

# Références bibliographiques

---

- [272] J.J.O. Andrade, D.C. Dal Molin. Considerations on the models employed in service life prediction of reinforced concrete structures: depassivation by chloride ions, *Engenharia Civil*, 3(18) (2003), 31-44.
- [273] K. Van Balen, D. Van Gemert. Modelling lime mortar carbonation, *Materials and Structures*, 27 (1994): 393-398.
- [274] V.G. Papadakis, C.G. Vayenas, M.N. Fardis. Fundamental modelling and experimental investigation of concrete carbonation, *Materials Journal*, 88 (1991): 363-373.
- [275] R. Esselami, B. Boukhatem, M. Ghrici. Prediction of Efficiency Factor of Natural Pozzolan by the Use of an Artificial Neural Network, *Civil and Environmental Research, Special Issue for International Congress on Materials & Structural Stability*, Rabat, Morocco, 2013.
- [276] R. Rebouh, B. Boukhatem, M. Ghrici, A. Tagnit-Hamou. A practical hybrid NNGA system for predicting the compressive strength of concrete containing natural pozzolan using an evolutionary structure, *Construction and Building Materials*, 149 (2017): 778–789.
- [277] O. Belalia Douma, B. Boukhatem, M. Ghrici, A. Tagnit-Hamou. Prediction of properties of self-compacting concrete containing fly ash using artificial neural network, *Neural Computing and Applications*, 28 (2017): 707-718.
- [278] K. Balen, D. Gemert. Modelling lime mortar carbonation, *Materials and Structures*, 27(7) (1994): 393–398.
- [279] R. Tsukayama, H. Abe, S. Nagataki. Long-term experiments on the neutralization of concrete mixed with fly ash and the corrosion of reinforcement, *7e Congrès international de la chimie des ciments*, Paris, 3(4) (1980): 30-35.
- [280] L.J. Parrott. A review of carbonation in reinforced concrete, *Cement and Concrete Association*, 1987.
- [281] P. Sulapha, S.F. Wong, T.H. Wee, S. Swaddiwudhipong. Carbonation of concrete containing mineral admixtures, *Journal of materials in civil engineering*, 15(2) (2003): 134-43.
- [282] Y. Kellouche. Prédiction de la durée de vie des ouvrages en béton à base d'ajouts cimentaires, Thèse de doctorat, l'Université de Mohamed GHRICI, 2018.
- [283] V.G. Papadakis, C.G. Vayenas, M.N. Fardis. A reaction engineering approach to the problem of concrete carbonation, *Journal of the American Institute of Chemical Engineers*, 1(11) (1989): 110-122.
- [284] A.V. Saetta, B.A. Schrefler, R.V. Vitaliani. The carbonation of concrete and the mechanism of moisture, heat and carbon dioxide flow through porous materials, *Cement and Concrete Research*, 23(4) (1993): 761-772.
- [285] V.G. Papadakis. Effect of supplementary cementing materials on concrete resistance against carbonation and chloride ingress, *Cement and Concrete Research*, 30(2) (2000): 291-299.
- [286] R. Miragliotta. Modélisation des processus physico-chimiques de la carbonatation des bétons préfabriqués – Prise en compte des effets de paroi, Thèse de Doctorat, l'Université de La Rochelle, 2000.
- [287] V. L. Ta, S. Bonnet, T. Senga Kiese, A. Ventura. A new meta-model to calculate carbonation front depth within concrete structures, *Construction and Building Materials*, 129 (2016): 172–181.
- [288] G. Dreyfus, J.M. Martinez, M. Samuelides, B.G. Mirta, F. Badran, S. Thiri, L. Hérault. Réseau de neurones-Méthodologie et application, Ed. Eyrolles, 2002: 386.
- [289] D.E. Rumelhart, G.E. Hinton, J.L. McClelland. A general framework for parallel distributed processing. *Parallel distributed processing: Explorations in the microstructure of cognition*, 1(26) (1986): 45-76.
- [290] C. Bishop. *Neural Networks for Pattern Recognition*, Oxford University Press, 1995.
- [291] D. Rumelhart, G. Hinton, R. Williams. Learning internal representations by error propagation, *Parallel Distributed Processing*, 1 (1986): 318-362.

# Références bibliographiques

---

- [292] M.Y. AMMAR. Mise en œuvre de réseaux de neurones pour la modélisation de cinétiques réactionnelles en vue de la transposition batch/continu, Thèse de doctorat, 2007.
- [293] I.S. Kim, J.H. Lee, D.S. Yang, S.K. Park. A Prediction on Mix Proportion Factor and Strength of Concrete Using Neural Network, *Journal of the Korea Concrete Institute*, 14(4) (202): 457-466.
- [294] S.J. Kwon, H.W. Song. Analysis of carbonation behavior in concrete using neural network algorithm and carbonation modeling, *Cement and Concrete Research*, 40 (2010): 119–127.
- [295] C. Lu, R. Liu. Predicting Carbonation Depth of Prestressed Concrete under Different Stress States Using Artificial Neural Network, *Advances in Artificial Neural Systems*, 2009.
- [296] L. Yan, S. Zhao, C. Yi. The Forecast of Carbonation Depth of Concrete Based on RBF Neural Network, *Intelligent Information Technology Application*, 3 (2008): 544 – 548.
- [297] S.C. Paul, B. Panda, Y. Huang, A. Garg, X. Peng. An empirical model design for evaluation and estimation of carbonation depth in concrete, *Measurement*, 124 (2018): 205-210.
- [298] E.F. Felix, R. Carrazedo, E. Possan. Carbonation model for fly ash concrete based on artificial neural network: Development and parametric analysis, *Constr. Build. Mater.* 266 (2021): 121050.
- [299] F. Agostini, F. Skoczylas, Z. Lafhaj, About a possible valorisation in cementitious materials of polluted sediments after treatment, *Cement and Concrete Composites*, 29(4) (2007): 270-278.
- [300] J.R. Benjamin, C.A. Cornell. *Probability, Statistics and Decision for Civil Engineers*, Mcgraw-Hill Book Company, New York, USA. 684. ISBN 07004549-6. 1970.
- [301] M.J. Moradi, M. Khaleghi, J. Salimi, V. Farhangi, A.M. Ramezani pour. Predicting the compressive strength of concrete containing métakaolin with different properties using ANN, *Measurement*, 183 (2021): 109790.



## Annexes




### *Annexe 1.*

#### *Fiche technique de ciment utilisé dans la formulation des mortiers*

<b>Norme</b>	NA 442 : 2013	
<b>Désignation normalisée</b>	CIMENT PORTLAND RESISTANT SULFATES	
<b>Identification</b>	CEMI 42.5 N-LH/SR5	
<b>Composition du ciment</b>	Clinker	95 à 100%
	Constituants secondaires	0 à 5%
<b>Caractéristiques Mécaniques</b>	Resistances minimales garanties à 02 jours	Resistances minimales garanties à 28 jours
	10 MPa	40 MPa
<b>Caractéristiques Physico-chimiques</b>	C3a	≤ 5%
	Perte au feu	≤ 5%
	MgO	≤ 5%
	SO3	≤ 3%
	Chlorures	≤ 0.1%
	stabilité	≤ 10 mm
	Temps de début de prise	≤ 60 min
<b>Dosage</b>	A respecter en fonction du béton à confectionner (armé, non armé, précontraint) et de l'environnement existant (sec, humide, faible ou fortement agressif, ...)	
<b>Principales utilisations</b>	Travaux pour des milieux Fortement agressifs (terrains gypseux, eaux à haute teneur en sulfates, eaux industrielles, eaux séléniteuses, ...)	
<b>Conditionnement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sacs de 50 Kg en papier Kraft</li> <li>• Vrac (camions cocottes)</li> </ul>	

## Annexe 2. Fiche technique de l'adjuvant utilisé dans la formulation des mortiers

FICHE TECHNIQUE

**CHRYSO**  
SOLUTIONS  
BETON

### CHRYSO®Fluid Premia 180

Superplastifiant Haut réducteur d'eau

---

### DESRIPTIF

CHRYSO®Fluid Premia 180 est un superplastifiant – haut réducteur d'eau de nouvelle génération, à base de polycarboxylate modifié. CHRYSO®Fluid Premia 180 est particulièrement recommandé pour les bétons demandant des résistances élevées à court et long terme tout en ayant un maître-mètre de rhéologie.

CHRYSO®Fluid Premia 180 permet de réaliser des bétons avec des rapports E/C très faibles. CHRYSO®Fluid Premia 180 permet la réalisation des bétons auto-plaçants.

#### DOMAINES D'APPLICATION

- Tous types de ciments
- Bétons auto-plaçants
- BE-P - BTHP
- Bétons de consistance supérieure à 50 mm au cône
- Bétons précontraints
- Préfabrication lourde

#### MODE D'EMPLOI

- Ce produit peut être incorporé dans l'eau de gâchage ou en dilué sur le béton.
- Dans le cas d'un ajout dilué sur béton frais, dans un camion toupie, il est nécessaire de malaxer à grande vitesse puis à vitesse lente (avec un minimum de 3 minutes, pour chaque régime).

**Dosage :**  
0,3 à 3,0 kg pour 100 kg de ciment.

#### INFORMATIONS INDICATIVES

Nature du produit	liquide
Couleur	Gris vert opalescent
Durée de vie	12 mois

#### PRÉCAUTIONS

- Stocker à l'abri du gel.
- Eviter l'exposition prolongée à de fortes chaleurs.
- En cas de gel, ce produit conserve ses propriétés. Après dégel, une agitation efficace est nécessaire jusqu'à l'obtention d'un produit totalement homogène.

#### SPÉCIFICATIONS

Extrait sec halogène	21,50 % ± 1,00
Teneur en ions Cl <sup>-</sup>	0,100 %
Teneur en $Na_2O$ équivalent	1,50 %
Densité (20°C)	1,050 ± 0,010
pH (20°C)	8,00 ± 2,00
Extrait sec (EN 480-8)	21,50 % ± 1,000

#### RÉFÉRENCES CHANTIER


Edifice de Metrovacos à Madrid, Espagne. INEA de Rome, Italie : formulation de 3 types de BAP pour les éléments préfabriqués de l'ossature du bâtiment.  
Métro de Toulouse, ligne B, France : béton de consistance ferme pour la réalisation de voûtes.

#### INFORMATIONS NORMATIVES ET RÉGLEMENTAIRES


- Ce produit satisfait aux exigences réglementaires de marquage CE. La déclaration correspondante est disponible sur notre site Internet.
- Ce produit est conforme au référentiel de certification NF DBS dont les spécifications techniques sont celles de la partie non harmonisée de la norme

#### SÉCURITÉ

Avant toute utilisation, consulter la fiche de données de sécurité.



Tous les renseignements contenus dans la présente fiche technique sont l'expression de nos connaissances et de nos efforts effectués dans un souci constant d'amélioration. Ils ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérés comme apportant une garantie ou comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse ou d'utilisation de nos produits en dehors de l'application de principe "Application" de la fiche technique. Des essais préalables à chaque utilisation doivent être effectués par les utilisateurs et permettre ainsi de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application demandent satisfaction. Consulter le dernier le plus récent de la fiche technique, disponible sur [www.chryso.fr](http://www.chryso.fr)  
CHRYSO 18 place de la Recherche - 32445 CIZY LES MOULINAEUX France Tél. +33 (0) 41 17 18 18 Fax +33 (0) 41 17 18 90 e-mail: [contact@chryso.com](mailto:contact@chryso.com)




F.1/2

# Annexes

## Annexe 3.

### Fiche technique du métakaolin utilisé dans la formulation des mortiers



## LES PRODUITS DU COMPLEXE DES KAOLINS D'ALGERIE

		KAOLINS		
		KT2	KT3	
<b>ANALYSE CHIMIQUE</b>	% en poids	SiO <sub>2</sub>	49.30	48.50
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	33.0	33.90
		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.25-2.50	2.25-2.50
		TiO <sub>2</sub>	0.24	0.21
		CaO	0.08	0.08
		MgO	0.40	0.39
		K <sub>2</sub> O	2.75-3.10	2.75-3.10
		Na <sub>2</sub> O	0.09	0.08
		Perte au feu	10.5	10.80-11.00
<b>COMPOSITION MINERALOGIQUE</b>	% en poids	Kaolinite	62-65	65-70
		Matières micacées Dont argile	16-22	15-22
		quartz	10	10
		Feldspath	8-11	6-10
		Feldspath	3-4	3-4
<b>ANALYSE GRANULOMETRIQUE</b>	% en poids	> 40µm	0.03	0.02
		<15 µm	98±1	99 ± 1
		< 10µm	88±3	95± 3
		< 5µm	65±3	74±3
		< 2 µm	43±3	47±3
<b>COHESION EN CRU</b>	Séché à 110°C	KGF/CM2	24.3	24.7
		PSI	-	-
<b>PROPRIETE DE COULAGE</b>	Concentration de coulage	% P/Solide	47.4	44.9
	% en poids de PSI	poises 5	0.50	0.55
	Vitesse de cuisson	Mm2/min	1.1	0.90
<b>PROPRIETE DE CUISSON</b>	% absorption	1180 °C	7.4	7.3
		1280°C	2.2	1.7
		1410°C	0.0	1.7
	% blancheur	1180°C	0.0	0.0
		1280 °C	75.0	76.4
		1410 °C	83.5	84.1
	% retrait	1180°C	-	-
		1280°C	5.8	6.0
1410 °C		8.3	8.5	
<b>PROPRIETES PHYSIQUES</b>	Densité réelle		9.2	9.5
	Densité apparente		2.6	2.6
	Surface spécifique		1	1
			25	25