

Quatorzième édition des Journées scientifiques  
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton  
(RF)<sup>2</sup>B

---

Sherbrooke, Québec, Canada  
22-23 août 2013

## UTILISATION DE METAKAOLIN FLASH POUR LA FORMULATION DE BETONS AUTOPLACANTS

P. Diederich<sup>A</sup>, R. Bucher<sup>A</sup>, M. Mouret<sup>A</sup>, M. Cyr<sup>A</sup>, G. Escadeillas<sup>A</sup>

A Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, INSA - Université Paul Sabatier, Toulouse, France

**RÉSUMÉ** : Les additions minérales sont souvent utilisées en substitution du ciment car elles permettent de réduire les coûts financiers et environnementaux du béton les contenant. Néanmoins, par leurs caractéristiques physico-chimiques variées, toutes les additions minérales ne sont pas adaptées à l'ensemble des applications. Cet article traite de l'utilisation d'un métakaolin dans des applications de bétons autoplaçants. La grande demande en eau de ce type d'addition peut gêner son incorporation dans ce type de béton. Cette étude a consisté à adapter une méthode de formulation existante pour qu'elle soit utilisable avec un métakaolin comme seule addition minérale. Cette méthode consiste en une approche diphasique d'optimisation de la quantité d'eau des granulats et dans la pâte. Ces travaux ont permis de montrer qu'il est possible de formuler des bétons autoplaçants contenant différents pourcentages de métakaolin avec des quantités de liants relativement faibles et répondant aux critères de la norme européenne EN 206-9.

### 1. INTRODUCTION

Les bétons autoplaçants (BAP) sont développés depuis les années 80 [1] afin de réduire les difficultés de mise en œuvre du béton. Ils permettent en effet de s'affranchir de toute vibration réduisant ainsi le bruit et les efforts physiques. Les BAP nécessitent une quantité de pâte plus importante que les bétons vibrés afin que cette pâte écarte les grains composant le squelette granulaire. L'écartement des grains les uns des autres évite les frictions qui entravent l'écoulement du béton [2]. Pour des raisons de coûts économique et environnemental, mais aussi pour des raisons d'échauffement trop important lors de l'hydratation, la quantité de liant supplémentaire est apportée par des additions minérales telles que les cendres volantes, les fillers ou encore les laitiers de hauts fourneaux. Le métakaolin est rarement utilisé comme seule addition dans la formulation de BAP, principalement à cause de sa grande surface spécifique qui entraîne généralement des demandes importantes en eau [3] et en superplastifiant [4] pour maintenir un étalement correct. La substitution de ciment par du métakaolin entraîne des modifications rhéologiques telles que des augmentations du seuil de cisaillement [3], [5]; cette augmentation est d'autant plus marquée après un temps de repos. La viscosité du mélange est aussi augmentée avec cette substitution de ciment par du métakaolin [6].

Si l'augmentation du seuil est néfaste pour l'écoulement (il peut d'ailleurs être réduit par l'utilisation de superplastifiant), la hausse de la viscosité peut s'avérer intéressante car elle permet de stabiliser la matrice et ainsi diminuer les problèmes liés à la ségrégation des granulats. L'utilisation de métakaolin permet en outre d'augmenter, grâce à sa réactivité pouzzolanique, les propriétés à long terme des bétons telles que la résistance mécanique, la diffusion des chlorures etc. [7]

Dans le but d'utiliser le métakaolin de manière rationnelle et efficace, cette étude s'est appuyée sur une méthode de formulation de BAP avec des fillers calcaires comme unique addition minérale. Cette méthode de formulation constitue une base pour la mise en place de BAP contenant du métakaolin.

## 2. METHODE DE FORMULATION

La méthode de formulation utilisée [8] repose sur une approche diphasique dans laquelle le béton ne sera pas uniquement étudié dans sa globalité. L'approche repose sur une étude de la rhéologie de la pâte seule d'une part et sur la compacité et l'eau absorbée/adsorbée par le squelette granulaire d'autre part (figure 1).

### Formulation du BAP

$$V_{\text{béton}} = V_{\text{pâte}} + \underbrace{V_{\text{granulats}} + V_{\text{eau retenue}}}_{\text{par les granulats}} + V_{\text{air}}$$

\* fixé  
# A déterminer

	①	②	③
① Pâte		<p>Volume de pâte*: Lié directement au dosage de liant dans le béton (en kg /m<sup>3</sup>), celui-ci est fixé par la classe de résistance du béton</p> <p>Teneur en addition minérale*: Dépend des caractéristiques de l'addition minérale et des propriétés souhaitées du béton (états frais et durci)</p> <p>Teneur en superplastifiant*: Dépend des propriétés rhéologiques souhaitées</p> <p><b>Teneur en eau#</b>: Eau nécessaire à remplir les vides entre les particules (<math>V_{EC}</math>) + un volume supplémentaire pour fluidifier la pâte (<math>V_{EE}</math>)</p>	
② Granulats		<p><b>Courbe granulaire#</b>: Optimisation basée sur la mesure de la compacité maximale du squelette granulaire</p> <p><b>Demande en eau#</b>: Déterminée par un test d'eau retenue sous vide</p>	
③ Air			<p>Volume d'air*: Lié à la teneur en pâte et dépend essentiellement de la présence d'adjuvant</p>

Figure1 : Présentation de la méthode

### 2.1 La pâte

La quantité de pâte est directement liée à la quantité de ciment que l'on désire introduire dans le béton en fonction des directives normatives. Après avoir fixé la masse de ciment par mètre cube de béton, il faut fixer le pourcentage de substitution de métakaolin au ciment. Ce pourcentage doit être décidé en fonction de critères rhéologiques (exemple la stabilité) mais aussi en fonction des attentes quant à la durabilité du matériau. Enfin il faut fixer la quantité de superplastifiant en suivant les recommandations du fabricant tout en veillant à être en-deçà du seuil de saturation.

Ayant défini ces trois paramètres, le but est maintenant de connaître la quantité d'eau nécessaire à l'écoulement d'une pâte stable. Pour cela et pour faciliter la mise en place d'un critère rhéologique Diederich [8] a décidé de découpler le rôle de l'eau en étudiant tout d'abord l'eau compacte et ensuite l'eau en excès.

#### 2.1.1 L'eau compacte

L'eau compacte correspond à l'eau minimale nécessaire pour remplir les vides entre les grains de liant ayant une compacité maximale [9]. Pour quantifier cette eau compacte il est nécessaire de procéder à un

essai de compacité humide. Cet essai consiste à remplir, sous vibration, un récipient dont le volume est connu et cela avec une composition préétablie de ciment, métakaolin, superplastifiant et eau. Après la pesée de ce récipient il est possible de déduire un ratio des vides connaissant les proportions volumiques ainsi que les densités de chaque composant (équations 1 et 2). Le but est de partir d'une composition avec une quantité d'eau très faible et de l'augmenter à chaque mesure afin de procéder à une pesée à chaque rajout d'eau pour déduire le ratio des vides minimum ( $R_{Vmin}$ ) (figure 2). Ce ratio des vides nous permettra d'obtenir l'eau compacte ( $V_{EC}$ ) de notre mélange.

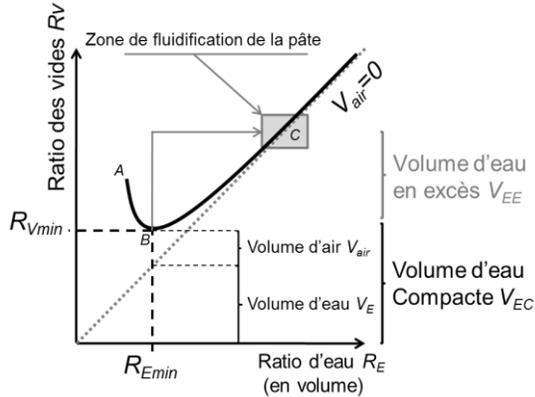


Figure 2 : Définition des différents volumes d'eau de la pâte

Après avoir effectué les mesures de compacité avec un volume d'eau croissant, il est possible de tracer la courbe s'apparentant à la courbe théorique de la figure 2. En s'aidant de cette courbe il est possible de distinguer différents états de la pâte; au niveau du point A, la quantité d'eau n'est pas assez importante pour lubrifier les grains et le mélange s'apparente à une poudre humide, c'est pourquoi elle ne peut pas se compacter sous la vibration et sa teneur en air reste donc importante. Entre les points A et B la quantité d'eau augmente permettant de lier les grains les uns aux autres et ainsi de réduire les vides jusqu'à B, le point où la quantité de vide est la plus faible. Ensuite entre les points B et C la quantité d'eau augmente encore écartant les grains les uns des autres, entraînant ainsi une réduction de la quantité d'air jusqu'au point C, point où la pâte devient fluide et le volume d'air est égal à zéro.

Ensuite pour évaluer l'eau compacte il s'agit de prendre le point bas de la courbe qui correspond au ratio des vides minimum ( $R_{Vmin}$ ). Ce dernier représente le volume de vide minimum qu'il peut exister entre les grains, que l'on appellera volume d'eau compacte (équation 3). Il correspond à un volume d'eau ajouté à un volume d'air.

$$R_V = \frac{V_{\text{récipient}} - \sum_i^{\text{poudre}} V_i}{\sum_i^{\text{poudre}} V_i} \quad \text{équation 1}$$

$$\sum_i^{\text{poudre}} V_i = \frac{M_{\text{pâte}}}{\rho_{\text{eau}} R_{\text{eau}} + \sum_i^{\text{poudre}} \rho_i R_i} \quad \text{équation 2}$$

$$V_{EC} = R_{Vmin} \cdot \sum_i^{\text{poudre}} V_i \quad \text{équation 3}$$

Avec :

$R_V$	Ratio des vides	$\rho_{\text{eau}}$	Masse volumique de l'eau
$R_{Vmin}$	Ratio des vides minimum	$R_{\text{eau}}$	Ratio volumique d'eau
$V_{\text{récipient}}$	Volume du récipient	$\rho_i$	Masse volumique des particules solides
$\sum_i^{\text{poudre}} V_i$	Somme des particules solides (ciment et métakaolin) dans la pâte	$R_i$	Ratio volumique de métakaolin ou de ciment par rapport à la somme totale de poudre
$M_{\text{pâte}}$	Masse de la pâte	$V_{EC}$	Volume d'eau compacte

### 2.1.2 L'eau en excès

Avec une pâte contenant uniquement l'eau compacte, les contacts entre les grains sont trop grands et la pâte n'est pas assez fluide pour s'écouler. Il est nécessaire de rajouter une certaine quantité d'eau en excès pour permettre à la pâte de s'écouler. En effet avec ce volume d'eau en excès chaque grain de liant peut être recouvert d'une fine pellicule d'eau réduisant les frictions entre eux. Il est possible d'estimer cette épaisseur d'eau en excès par le biais de la surface spécifique des grains. En effet en posant l'hypothèse que tous les grains sont séparés et connaissant la masse de poudre ainsi que la surface spécifique de ces grains, on peut, en divisant le volume d'eau en excès par la surface spécifique, estimer une épaisseur d'eau en excès (équations 4 et 5).

Afin de connaître la valeur optimale de l'épaisseur d'eau en excès, il faut fixer un critère rhéologique. Pour cela, il faut connaître la viscosité de la pâte lui permettant de s'écouler sans que le béton ne soit ségrégué. La méthode développée à base de filler préconisait une viscosité de 1 Pa.s.

$$V_{EE} = E_{ep} \cdot \sum_i^{solide} M_i \cdot S_i^{BET} \quad \text{équation 4}$$

$$E_{ep} = \frac{V_{EE}}{\sum_i^{solide} M_i \cdot S_i^{BET}} = \frac{V_{ET} - V_{EC}}{\sum_i^{solide} M_i \cdot S_i^{BET}} = \frac{V_{ET} - R_{V\min} \cdot \sum_i V_i}{\sum_i^{solide} M_i \cdot S_i^{BET}} \quad \text{équation 5}$$

Avec :

$V_{EE}$	Volume d'eau en excès	$M_i$	Masse des particules solides
$E_{ep}$	Épaisseur d'eau en excès	$V_{ET}$	Volume total d'eau
$S_i^{BET}$	Surface spécifique BET des particules solides	$V_{EC}$	Volume d'eau compacte

## 2.2 Le squelette granulaire

Le volume de granulat est calculé (équation 6) après avoir déterminé le volume de pâte, d'air et d'eau retenue par les granulats. Ensuite, il faudra connaître le rapport massique gravillon/sable qui correspond à la compacité maximale (équation 7). Ainsi, on utilisera un squelette dans lequel les vides sont réduits, ce qui permet de monopoliser une plus grande partie de pâte nécessaire à la réduction des frictions granulaires, conformément à la théorie classique de la pâte en excès [10]. Après avoir défini le squelette granulaire le plus compact du sable et du gravillon à utiliser, il est nécessaire de mesurer l'eau que ce squelette retient afin de ne pas dénaturer les propriétés d'écoulement de la pâte et assurer l'écoulement du béton.

$$V_G = \frac{1 - (V_P - V_{air})}{1 + w_{retenue}} \quad \text{équation 6}$$

$$\phi_{exp} = \frac{\rho_a}{\rho} \quad \text{équation 7}$$

Avec :

$V_G$	Volume des granulats (sable + gravillon)	$w_{retenue}$	fraction volumique d'eau retenue par le squelette granulaire
$V_P$	Volume de pâte	$\rho_a, \rho$	respectivement masse volumique apparente et réelle du squelette granulaire
$V_{air}$	Volume d'air occlus		

### **3. MATERIAUX ET METHODES**

#### **3.1 Matériaux**

Le métakaolin utilisé dans cette étude est calciné suivant une méthode flash, c'est-à-dire que les particules de kaolinite passent quelques dixièmes de seconde dans une chambre de calcination dont la température est d'environ 700-800°C. Ce procédé permet une fabrication plus rapide et moins gourmande en énergie qu'une méthode classique de calcination en lit fixe. La surface spécifique du métakaolin flash utilisé dans cette étude est inférieure à celle des métakaolins que l'on peut rencontrer habituellement, cette caractéristique étant imputable à un taux d'impureté d'environ 50% (principalement du quartz) A l'inverse la granulométrie de ce métakaolin ( $D_{50} = 20 \mu\text{m}$ ) est plus élevée que celles rencontrées couramment [7]. Pour étudier la faisabilité autoplacante, ce métakaolin a été combiné avec un ciment commercialisé en France (CEM I 52.5 N,  $D_{50}=8\mu\text{m}$ ). Le superplastifiant est un produit commercialisé en France de type polycarboxylate. Enfin, le squelette granulaire se décompose en deux coupures, un sable 0/4 mm et un gravier 4/14 mm, roulés et de nature siliceuse.

#### **3.2 Méthodes**

##### **3.2.1 Compacité sur pâte**

Cet essai consiste à déterminer la composition du mélange (poudre (ciment+métakaolin) + superplastifiant + eau) présentant le volume minimum de vides. Les mélanges sont préparés suivant un protocole précis et la masse volumique est déterminée sous vibration

##### **3.2.2 Essais rhéologiques sur pâte**

Les essais rhéologiques sont réalisés avec un rhéomètre à cylindres coaxiaux sablés pour éviter le glissement, sous une température contrôlée de 20°C. Le seuil statique est mesuré ainsi que les viscosités apparentes. Une viscosité de 1 Pa.s doit être visée pour obtenir une pâte stable et fluide, à condition que le seuil de cisaillement soit suffisamment diminué par l'emploi d'un superplastifiant pour qu'il ne dépende plus de l'ajustement de la quantité d'eau en excès [8].

Par la suite pour faciliter les essais, les mesures de viscosité seront reliées à des temps d'écoulement au cône de Marsh.

##### **3.2.3 Compacité granulaire**

Pour optimiser la compacité granulaire, il a été choisi d'utiliser l'essai de compacité expérimentale des fractions granulaires [10] qui consiste à mesurer le rapport massique gravillon/sable G/S réduisant au maximum les vides entre les grains. Pour cela, il faut déposer dans un récipient de volume connu une quantité de matériaux pesée préalablement que l'on soumet à une charge sous vibration.

##### **3.2.4 Mesure d'eau retenue par les granulats**

Connaissant le G/S, il s'agit d'immerger un échantillon de granulats dans un volume connu d'eau pendant 24h. Ensuite l'ensemble eau+granulats est soumis à une aspiration sous vide. La dépression générée dans le squelette humide entraîne un drainage de l'eau qui passe d'abord par une phase de filtration, puis par une destruction des ménisques entre les grains ; enfin la quantité d'eau retenue par les granulats peut être déduite [12].

##### **3.2.5 Essais sur béton**

Les essais réalisés sur bétons sont ceux préconisés par la norme EN 206-9, à savoir l'étalement au cône (capacité d'écoulement), la boîte en L (capacité de passage) et l'essai au tamis (stabilité statique).

## 4. RESULTATS ET DISCUSSION

La méthode de formulation décrite dans les paragraphes précédents a été adaptée pour un béton contenant du métakaolin. Les étapes suivantes ont été conduites :

- Étude sur pâte : 1/ Détermination du volume de vide minimum permettant de calculer le volume d'eau compacte (équation 3). 2/ Détermination du volume d'eau en excès permettant d'obtenir les propriétés rhéologiques ciblées.
- Étude sur granulats : 1/ Détermination du ratio G/S conduisant à la compacité maximale du squelette granulaire afin de réduire les vides entre les grains. 2/ Mesure de l'eau retenue par le squelette granulaire précédemment déterminé.
- Étude sur béton: Enfin la dernière étape consiste, en s'appuyant sur les deux parties précédentes, à la validation des critères de formulation proposés.

### 4.1 Essais sur pâte

#### 4.1.1 Volume d'eau compacte

Cet essai permet de connaître l'effet de l'interaction entre le métakaolin et le ciment substitué. Il sera ici possible de voir si le métakaolin entraîne ou non une augmentation de la demande en eau du mélange. Pour cela quatre différents mélanges ont été étudiés (tableau 1) avec des substitutions massiques de 13%, 20% et 26% de ciment par du métakaolin.

La figure 3a illustre l'évolution des quantités de vide des mélanges en fonction de la quantité d'eau pour les quatre pâtes testées. Sur la figure 3b est reportée la quantité de vide minimum présente dans les différentes pâtes testées (mélanges 1-4). Les premiers résultats, ressortant de ces deux figures, sont les suivants :

- quelle que soit la substitution de ciment par du métakaolin, la courbe expérimentale dessine une allure similaire à la courbe théorique;
- plus la quantité de métakaolin augmente plus le dosage en eau, nécessaire à obtenir un minimum de vide, est lui aussi croissant; cela démontre que l'ajout de métakaolin jusqu'à 26% entraîne une augmentation de la demande en eau;
- le ratio minimum des vides augmente avec la substitution de ciment par du métakaolin en passant de 0,62 pour un témoin à 0,70 avec 26% de métakaolin; cela montre que, à l'encontre de la bibliographie [13] le métakaolin utilisé dans cette étude ne joue pas un rôle de filler et augmente la porosité du mélange.

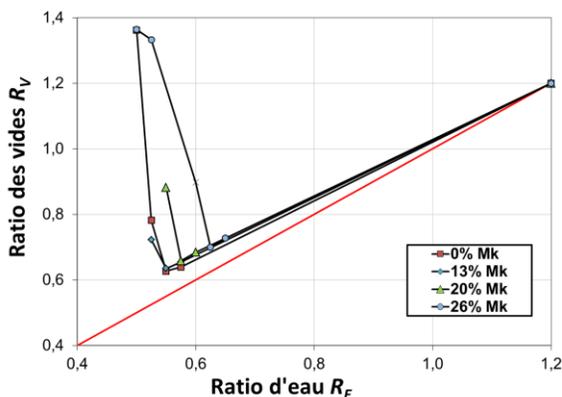


Figure 3a : Ratio des vides de pâte de CEMI + différents taux de substitution de métakaolin.

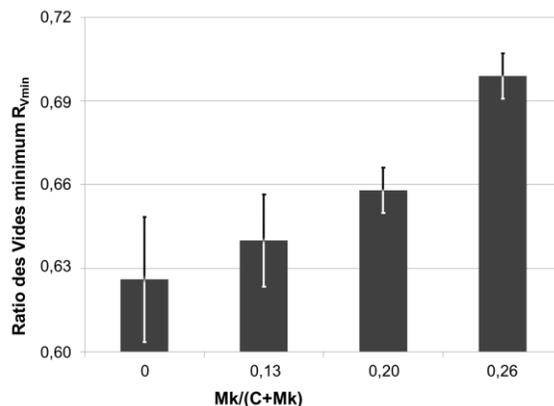


Figure 3b : Ratio des vides minimum des différentes pâtes

Il est possible d'imputer cette augmentation du minimum des vides à deux principales causes :

- la première tient à la morphologie des grains de métakaolin, en effet ces derniers sont composés de plaquettes créant ainsi une surface spécifique élevée qui est principalement une surface

interne; c'est pourquoi une grande partie de l'eau peut alors être intégrée à l'intérieur du grain et ainsi augmenter le volume des vides minimum;

- la deuxième cause probable serait due à la taille des grains de métakaolin, plus grande que celle des grains de ciment; alors l'optimisation granulaire est moins bonne ce qui laisse un vide entre les grains plus important, augmentant ainsi le ratio minimum des vides.

Mélanges	Composition			Eau	
	Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	Mk / (C + Mk)	sp / (C + Mk)	$R_{Vmin}$	$V_{EC}$ (kg/m <sup>3</sup> )
Mélange 1	320	0	1,5%	0,626	64
Mélange 2	320	0,13	1,5%	0,635	77
Mélange 3	320	0,20	1,5%	0,658	89
Mélange 4	320	0,26	1,5%	0,699	103

Tableau 1 : Volume d'eau compacte des différents mélanges utilisés

#### 4.1.2 Volume d'eau en excès

L'eau en excès est ajoutée à l'eau compacte pour obtenir une pâte ayant des propriétés (écoulement et stabilité) en adéquation avec une application autoplacante.

Pour chaque mélange incorporant du métakaolin (mélanges 2 à 4), des tests de viscosité apparente à une vitesse de cisaillement de  $5s^{-1}$  sont effectués avec des volumes d'eau en excès différents. Sur la figure 4 sont comparées les viscosités de pâtes à base de filler d'une part et des trois différents pourcentages de métakaolin d'autre part avec des volumes croissants d'eau en excès. Les viscosités des pâtes à base de métakaolin sont environ trois fois plus élevées que celles des pâtes à base de filler quel que soit le volume d'eau en excès. Maintenant si le raisonnement se fait sur une épaisseur d'eau en excès ( $E_{ep}$ ) moyenne autour de chaque particule plutôt que sur un volume global d'eau en excès, alors les pâtes à base de filler et de métakaolin se trouvent dans un même fuseau. En outre, plus les épaisseurs d'eau en excès sont élevées plus les viscosités décroissent et sont homogènes. Ces résultats permettent d'affirmer que la prise en compte de la surface BET permet d'uniformiser le critère rhéologique pour des pâtes contenant différentes additions minérales. En considérant la viscosité de 1 Pa.s de la pâte pour obtenir un béton répondant aux critères des BAP [8], l'épaisseur correspondante d'eau en excès est d'environ 0,052  $\mu m$ . Nous considérerons donc cette épaisseur pour notre étude. Notons que pour faciliter les manipulations futures, des relations entre les viscosités et des temps d'écoulement au cône de Marsh (ouverture de 8mm) ont été mises en place.

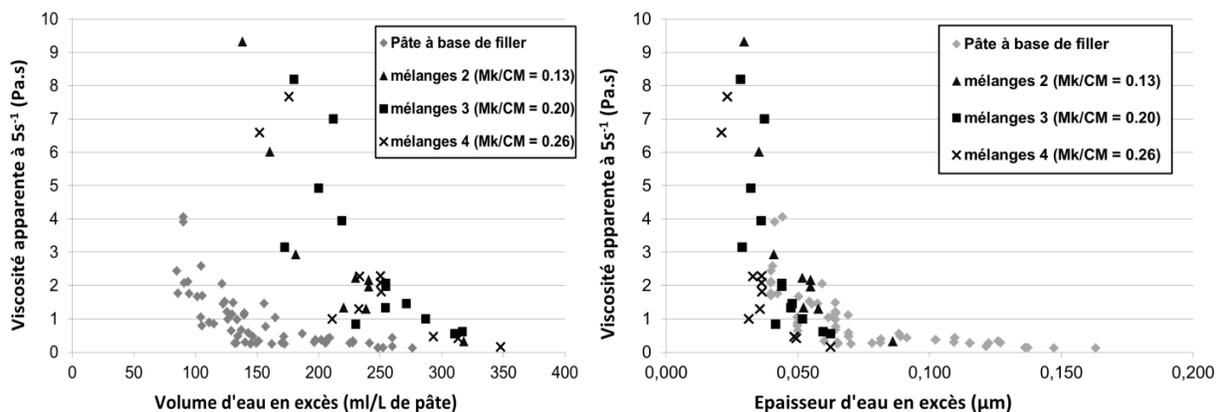


Figure 4 : Viscosités des pâtes de ciment avec filler ou métakaolin en fonction du volume d'eau en excès (à gauche) ou de l'épaisseur d'eau en excès (à droite).

## 4.2 Essais sur squelette granulaire

### 4.2.1 Compacité granulaire

L'optimisation du squelette sable+gravillon s'est faite de manière expérimentale à l'aide de l'essai de compacité granulaire [11]. Dans le contexte expérimental, le rapport granulats/sable obtenu pour un squelette le plus compact est 1,1 (figure 5). C'est ce rapport granulaire qui sera utilisé tout au long de cette étude. Ce rapport G/S se situe dans la plage de données couramment utilisée pour des BAP (0.8-1.3).

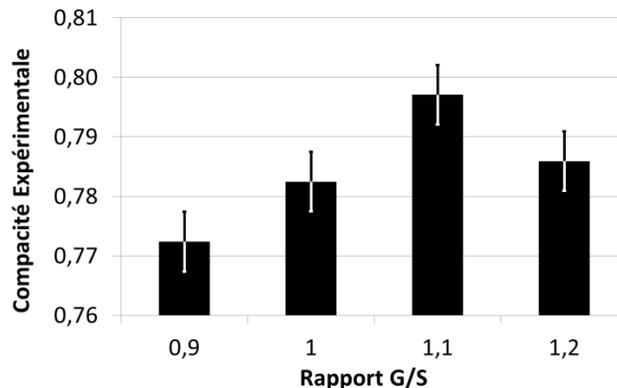


Figure 5 : Compacité granulaire en fonction du G/S

### 4.2.2 Eau retenue

La mesure d'eau retenue a été effectuée suivant l'essai du paragraphe 3.2.4 avec un squelette granulaire de G/S = 1,1. La valeur obtenue d'eau retenue par les granulats est de 13,3% en raisonnant en volume. Cette valeur est à comparer avec la valeur d'eau absorbée que l'on peut trouver sur les fiches techniques des granulats (3,6% en volume). L'essai de l'eau retenue montre que les granulats peuvent capter plus d'eau que ce que les fiches techniques annoncent.

## 4.3 Essais sur béton

En utilisant les résultats des paragraphes précédents il est à présent possible de formuler un BAP à base de métakaolin. Le tableau 2 résume les différentes étapes en donnant des valeurs pour le mélange 3 (substitution de 20% de ciment par du métakaolin).

Au niveau de l'étalement et de l'essai de la boîte en L (qui permet de qualifier le béton par rapport à sa capacité à s'écouler entre des armatures) le béton répond aux critères de l'EN 206-9. A l'inverse le béton ne répond pas aux critères de stabilité au tamis en dépassant les 20%.

Phase	Composants		Volume (L/m <sup>3</sup> )	Masse (kg/m <sup>3</sup> )
1/ Pâte	Ciment *	CEM I	103	320
	Mk *	Mk/CM = 0,20	32	80
	Superplastifiant*	1,5%	5,7	6
	$V_{EC}$ (eq. 3)**	$R_{Vmin} = 0,658$	89	88
	$V_{EE}$ (eq. 5)**	$E_{ep} = 0,052 \mu\text{m}$	84	84
2/ Granulats	Granulats (eq. 9)**		590	1534
	Eau retenue**	$w_{retenue} = 0,133$	78	78
3/ Air*			25	
Etalement (cm)				74
Boîte en L				1
Stabilité au tamis (%)				21,3

\*fixé, \*\*calculé

Tableau 2 : Formulation d'un BAP à partir d'une pâte de viscosité de 1 Pa.s

La viscosité de la pâte apparaît ici trop faible et ne lui permet pas de répondre aux critères inhérents aux BAP. Alors pour éviter une ségrégation des granulats il est nécessaire d'augmenter la viscosité de la pâte et donc de se baser sur un critère rhéologique supérieur à 1 Pa.s. Pour cela, différents bétons (avec les mélange 2, 3, 4) ont été coulés en modifiant les critères de viscosité de la pâte. Les résultats sont résumés dans le tableau 3 et nous permettent de conclure que le critère rhéologique valable pour une pâte à base de métakaolin est de 2 à 3,5 Pa.s (figure 6).

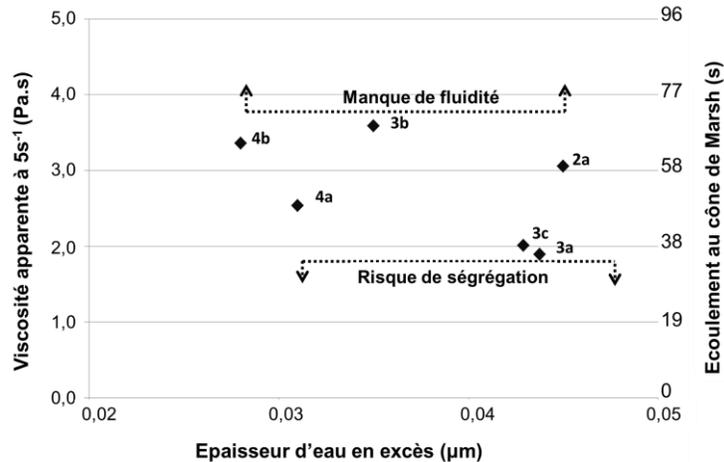


Figure 6: Critère de viscosité apparente pour la formulation de BAP à base de métakaolin.

Les propriétés à l'état frais des différentes formulations ont pu être étudiées et montrent que des bétons avec des substitutions de ciment par du métakaolin dans une gamme de 13% à 26% permettent de répondre aux critères de la norme EN 206-9. Cependant, dans le cas des bétons contenant 13% de métakaolin, le risque de blocage lors du test de la boîte en L est un peu augmenté, en raison d'une quantité de pâte plus faible augmentant les risques de frictions entre les grains. La demande en eau importante du métakaolin peut amener à des bétons à haute teneur en eau comme dans le cas du béton à 26% de métakaolin (mélanges 4), ce qui augmente le risque de ségrégation. Les mélanges incorporant 20% de métakaolin (mélanges 3) présentent les meilleurs comportements avec une bonne robustesse car malgré des variations d'eau de 13 l/m<sup>3</sup>, tous les résultats des mesures d'ouvrabilité entrent dans les critères de la norme.

Composants		2a	3a	3b	3c	4a	4b
Paramètres	Ciment	Nature CEM I					
	Metakaolin	Mk/(Mk+C)					
	Superplastifiant	%					
	Eau	$R_{vmin}$					
	Granulats	$E_{ep}$ (µm)					
	Air	$w_R$ (%)					
Formulation	Ciment	kg/m <sup>3</sup>					
	Mk	kg/m <sup>3</sup>					
	Sp	kg/m <sup>3</sup>					
	Granulats	kg/m <sup>3</sup>					
	Eau totale	kg/m <sup>3</sup>					
	Etat frais	Etalement	cm				
Boîte en L		%					
Stabilité au tamis		%					

Tableau 3 : Formulations des bétons avec des pâtes de viscosités de 2,5 à 3 Pa.s

## 5. CONCLUSION

Des BAP à base de métakaolin comme unique addition minérale ont pu être développés lors de cette étude avec des tests simples et relativement rapides. On retiendra les conclusions qui suivent.

- Il est possible de formuler des bétons autoplaçants répondant à tous les critères de la norme en vigueur (EN 206-9) en utilisant du métakaolin comme seule addition minérale et ce pour des ratios allant de 13% à 26%.
- Compte tenu d'une taille des grains de métakaolin supérieure à celle du ciment et de par leur géométrie en feuillet, une diminution de la compacité du mélange eau+superplastifiant+liant est observée. Cette compacité est d'autant plus faible que le taux de substitution de ciment par du métakaolin est grand.
- Il a été confirmé ici que la surface spécifique BET du mélange de poudre est un élément essentiel à la réalisation de la formulation.
- Le critère rhéologique de 1 Pa.s décrit dans l'étude sur les fillers calcaires n'est qu'apparent et dépend de l'addition minérale.

## 6. REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier l'entreprise Argeco développement pour son soutien financier.

## 7. REFERENCES

- [1] Ozawa, K. Maekawa, K. Kunishima, M. Okamura, H. (1989) Development of High Performance Concrete Based on the Durability Design of Concrete Structures, *Proceedings of the second East-Asia and Pacific Conference on Structural Engineering and Construction (EASEC-2)*, 1: 445-450.
- [2] Su, N. Hsu K.-C. Chai, H.-W. (2001) A simple mix design for self-compacting concrete, *Cement and concrete research*, 31: 1799-1807.
- [3] Cyr, M. Mouret, M. (2003) Rheological Characterization of Superplasticized Cement Pastes Containing Mineral Admixtures: Consequences on Self-Compacting Concrete Design, *Seventh Canmet/ACI International Conference on superplasticizers and other chemical admixtures in concrete*, Berlin, Germany, 241-255.
- [4] Melo, K.A. Carneiro, A.M.P. (2010) Effect of Metakaolin's finesses and content in self-consolidating concrete, *Construction and Building Materials*, 24: 1529-1535.
- [5] Hassan, A.A.A. Lachemi, M. Hossain, K.M.A. (2010) Effect of metakaolin on the rheology of self-compacting concrete, *6th International RILEM Symposium on SCC*, Montreal, Canada, 1: 103-112.
- [6] Vejmelková, E. Keppert, M. Grzeszczyk, S. Skaliński, B. Černý, R. (2011), Properties of self-compacting concrete mixtures containing metakaolin and blast furnace slag, *Construction and Building Materials*, 25: 1325-1331.
- [7] San Nicolas, R. (2011) Performance-based approach for concrete containing metakaolin obtained by flash calcination, *Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse*.
- [8] Diederich, P. Mouret, M. Ponchon, F. (2010) Design of self-compacting concrete according to the nature of the limestone filler, *6th International RILEM Symposium on SCC*, Montreal, Canada, 2: 137-147.
- [9] Wong, H.H.C. et Kwan, A.K.H. (2008) Packing density of cementitious materials: part 1— measurement using a wet packing method, *Materials and Structures*, 41: 689–701.
- [10] Kennedy, C.T. (1940) The design of concrete mixes, *Proceedings of the American Concrete Institute*, 36, 373-400.
- [11] De Larrard, F. (2000) Structure granulaires et formulation des bétons, *Presse de l'Ecole nationale des Ponts et Chaussées*
- [12] Barrioulet, M. Legrand, C. (1977) Influence of the interstitial paste on the flow ability of fresh concrete. The importance of water retained by the aggregates, *Materials and Structures*, 10: 365-373.
- [13] Isaia, G.C. Gastaldini, A.L.G. Moraes, R. (2003) Physical and pozzolanic action of mineral additions on the mechanical strength of high-performance concrete, *Cement and Concrete Composites*, 1: 69-76.