
Application du concept de performance équivalente aux bétons additionnés de fillers calcaires

Frédéric Michel¹ — Julie Piérard² — Luc Courard¹

¹ *Laboratoire des Matériaux de Construction, Secteur GeMMe, Université de Liège, Chemin des chevreuils 1, B-4000 Liège, Belgique*
Frederic.Michel@ulg.ac.be; Luc.Courard@ulg.ac.be

² *Laboratoire de Technologie du Béton, Centre Scientifique et Technique de la Construction (CSTC), Avenue P. Holoffe 21, B-1342 Limelette, Belgique*
julie.pierard@bbri.be

RÉSUMÉ. La norme européenne EN 206-1 intègre le concept du coefficient k qui permet de prendre en compte les additions à caractère hydraulique ou pouzzolanique pour le respect des exigences liées à la formulation des bétons pour l'environnement choisi. Certains documents d'application nationaux étendent ce concept à d'autres types d'additions minérales telles que les fillers calcaires. En Belgique, ce principe n'est pas encore d'application. Dans le cadre de l'étude en cours, des fillers calcaires issus de différents secteurs d'activité en Région wallonne (production de granulats, de chaux ou de pierres ornementales) ont été sélectionnés. Leur influence sur la consistance du béton, ses propriétés mécaniques et son comportement à long terme (porosité à l'eau, perméabilité à l'air et résistance à la carbonatation) a été évaluée.

ABSTRACT. The European standard EN 206-1 integrates the concept of the k-coefficient that allows to take into account the addition of pozzolanic and hydraulic fine materials in order to respect the requirements concerning the formulation of concrete for the chosen environment. Some national application documents extend this concept to other types of mineral additives such as limestone fillers. In Belgium this principle is not applied yet. Within the scope of the current study, limestone fillers coming from different activity sectors in the Walloon Region (production of aggregates, lime or ornamental stones) were selected. Their influence on the consistency of concrete, its mechanical properties and its long-term behaviour (water porosity, air permeability and carbonation resistance) was evaluated.

MOIS-CLÉS : béton, addition calcaire, coefficient k, résistance en compression, perméabilité, carbonatation.

KEY WORDS: concrete, limestone filler, k-coefficient, compressive strength, permeability, carbonation.

1. Introduction

Les additions minérales sont de plus en plus souvent utilisées par les producteurs de bétons. Puisqu'il s'agit généralement de sous-produits industriels, leur prise en compte dans la formulation des bétons pour le respect du dosage minimum en ciment revêt un intérêt particulier sur le plan économique (réduction du coût des matières premières) et écologique (réduction des émissions de CO₂ et de la consommation de ressources non renouvelables). Cette prise en compte est autorisée par la norme européenne EN 206-1:2000 [cen 00] pour certaines additions à caractère pouzzolanique et/ou hydraulique latent (type II) par l'intermédiaire d'un coefficient k affecté à l'addition. Les exigences normatives qui imposent, en fonction du lieu d'utilisation, un rapport eau/ciment maximum et un dosage en ciment minimum sont dans ce cas remplacées en considérant un rapport « eau/liant équivalent » maximum et un dosage en liant équivalent minimum. Le liant équivalent (L_{eq}) est alors défini comme la somme d'une quantité de ciment (C) et d'une quantité d'addition (A) pondérée de son coefficient k ($L_{eq}=C+k.A$).

Certains documents d'application nationaux étendent le concept du coefficient k à d'autres additions minérales, même de type I. C'est le cas notamment de la norme française NF EN 206-1 qui attribue un coefficient k de 0,25 aux fillers calcaires conformes à la norme NF P 18-508 et qui présentent un indice d'activité à 28 jours supérieur à 0,71. En Belgique, les fillers calcaires sont encore considérés comme parfaitement inertes. Dans ce contexte, une étude qui vise à accroître l'utilisation des fillers calcaires par l'évaluation de leur aptitude à l'emploi dans les bétons a été introduite en Région Wallonne. Ce projet, portant l'acronyme FILLTECH, est actuellement mené conjointement par l'Université de Liège (ULg), le Centre Scientifique et Technique de la Construction (CSTC) et le Centre international de la Terre et de la Pierre (CTP).

2. Etude expérimentale

2.1. Matériaux de l'étude

Les six fillers calcaires étudiés (F1 à F6) ont été sélectionnés au terme d'une phase préalable de caractérisation d'un grand nombre de fillers et constituent un panel représentatif de la production régionale wallonne. Il s'agit de sous-produits générés lors de l'exploitation de roches calcaires en carrière pour la production de granulats, de chaux ou de pierres ornementales. Selon la filière d'exploitation et/ou le procédé industriel utilisé lors de leur production (Tableau 1), les échantillons ont été récupérés à l'état sec ou à l'état humide. Dans la perspective d'un transfert en centrale à béton où les additions minérales sont plus facilement stockées à sec en trémie, les échantillons récupérés en voie humide ont été préalablement séchés. Pour éviter toute modification de leurs caractéristiques physiques, les fillers ont été

désagglomérés dans un broyeur à boulet discontinu, après séchage en étuve ventilée à 80°C (mee 07).

Tableau 1. Procédés de production et secteurs d'activité des fillers calcaires sélectionnés.

Filler calcaire	Procédé de production		Secteur d'activité
F1	Procédé en voie sèche	Criblage	Chaux
F2		Séchage / criblage	Granulats
F3		Sciage	Pierres ornementales
F4	Procédé en voie humide	Lavage	Granulats
F5			
F6			

A partir de l'analyse physico-chimique présentée au Tableau 2, on observe que les fillers riches en calcite CaCO_3 proviennent de l'industrie de la chaux (fillers F1 et F2) et de l'usinage de roches ornementales (filler F4, caractérisé par une plus grande finesse). Les fillers de pureté moindre résultent quant à eux de l'exploitation de granulats (F3, F5 et F6). Comme en témoignent les valeurs d'adsorption au bleu de méthylène et les teneurs en Al_2O_3 et en alcalis ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$), les fillers les moins purs présentent une fraction argileuse. La présence des particules d'argile augmente considérablement la surface totale développée par ces matériaux et explique les surfaces spécifiques importantes mesurées par adsorption d'azote $S_{S,BET}$ [mic 07]. On notera également que la présence d'argile n'est pas réellement ressentie dans les valeurs de diamètre percentile d_{10} . L'échantillon F4 est un cas particulier ; sa valeur au bleu relativement élevée est principalement causée par la présence de matières organiques mise en évidence grâce à un essai à l'eau oxygénée combiné à une analyse DRX approfondie sur la fraction fine des fillers.

2.2. Formulation des bétons

Les bétons sont formulés sur base des exigences de durabilité des normes belges NBN EN 206-1:2001 et NBN B15-001:2004 pour la classe environnementale EE3 (gel et contact avec la pluie). Ces exigences imposent, dans le cas d'un béton armé ou précontraint, une teneur en liant équivalent L_{eq} supérieure ou égale à 320 kg par m^3 de béton et un rapport massique eau/ L_{eq} inférieur ou égal à 0,50.

Trois valeurs du coefficient k sont étudiées ($k = 0,15$ pour B15 ; $k = 0,25$ pour B25 et $k = 0,35$ pour B35). Le rapport $A/(A+C)$ est fixé à 0,25, ce qui correspond au dosage maximum autorisé par la norme française NF EN 206-1. Le mélange granulaire est composé de deux sables roulés de rivière (0/2 et 0/5) et de granulats calcaires de diamètre maximal égal à 20 mm. Le ciment est de type Portland ordinaire CEM I 42,5 R HES. Un superplastifiant à base de polycarboxylate est ajouté au béton afin d'obtenir un slump de classe S2, soit un affaissement au cône d'Abrams compris entre 50 et 90 mm. Les compositions des bétons sont reprises au

Tableau 2. Caractérisation physico-chimique des fillers calcaires.

	F1	F2	F3	F4	F5	F6
<i>Caractérisation minéralogique (phases principales)</i>						
Calcite CaCO ₃ [%]	99,5	99,5	82,0	94,5	86,0	75,0
Quartz SiO ₂ [%]	0,0	0,0	<u>15,5</u>	1,8	6,5	2,0
Dolomite CaMg(CO ₃) ₂ [%]	0,5	0,5	2,5	3,7	7,5	<u>23,0</u>
<i>Caractérisation chimique (composants mineurs)</i>						
Al ₂ O ₃ [%]	0,15	0,07	<u>2,38</u>	0,63	<u>4,45</u>	<u>1,38</u>
Na ₂ O [%]	0,07	0,03	0,33	0,27	0,10	0,06
K ₂ O [%]	0,03	0,02	0,61	0,11	1,02	0,28
Fe ₂ O ₃ [%]	0,15	0,04	0,90	0,33	1,71	0,82
Adsp. bleu [g/kg filler]	0,7	0,7	4,0	1,3	5,0	3,3
<i>Caractérisation physique</i>						
d ₁₀ [µm]	1,5	1,2	1,2	1,2	1,4	1,7
d ₅₀ [µm]	13,6	9,4	8,8	<u>7,1</u>	9,0	14,8
d ₉₀ [µm]	72,0	69,2	50,6	46,5	48,6	103,3
S _{S,BET} [m ² /g]	1,3	1,2	5,5	4,0	5,7	3,7

Tableau 3. On peut y constater que l'introduction de filler calcaire dans la formulation des bétons entraîne une augmentation importante de la quantité de pâte, comparé au béton de référence (B_{ref}). Par contre, l'accroissement progressif de la valeur du coefficient k conduit à une réduction des teneurs en ciment et en addition du béton. Les échantillons d'essais sont démoulés 24 heures après leur confection. La cure consiste en une conservation pendant 55 jours en chambre humide à (20±2)°C et une humidité relative supérieure à 95%.

Tableau 3. Compositions des bétons étudiés.

		B _{ref}	B15	B25	B35
Matériaux [kg/m ³ de béton]	Sable roulé 0/2	192	183	185	186
	Sable roulé 0/5	538	513	517	519
	Granulats calcaires 4/20	1187	1131	1140	1146
	Ciment (C)	320	305	295	287
	Filler calcaire (A)	-	102	99	96
	Eau (E)	160	160	160	160
k		-	0,15	0,25	0,35
C+kA		320	320	320	320
E/(C+k.A)		0,50	0,50	0,50	0,50
E/C		0,50	0,52	0,54	0,56

2.3. Procédures d'essais

Outre la détermination de la résistance en compression R_C des bétons sur cubes ($15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$), des essais de porosité sont réalisés pour caractériser la contribution des fillers calcaires aux modifications de la microstructure poreuse des bétons. L'essai d'absorption d'eau par immersion consiste à mesurer la prise d'eau d'échantillons cubiques de béton ($10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$) par immersion dans l'eau. La pesée des échantillons avant et après séchage en étuve ventilée à $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ permet de déduire la porosité accessible à l'eau des bétons. L'essai d'absorption d'eau capillaire consiste à suivre au cours du temps la variation de poids d'éprouvettes de bétons ($8 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$) dont une face moulée est posée sur une lame d'eau de 2 mm, selon les recommandations de la norme NBN EN 13057:2002. L'absorption d'eau capillaire Ca_t [kg/m^2] peut être définie pour chaque échéance de mesure t par le rapport suivant:

$$Ca_t = \frac{M_t - M_0}{A} \quad [1]$$

où M_0 , M_t et A sont respectivement la masse initiale [kg], la masse à l'échéance t [kg] et la section de l'éprouvette [m^2]. En supposant que l'absorption d'eau par unité de surface Ca (kg/m^2) est proportionnelle à la racine carrée du temps d'immersion ($t^{0,5}$) tant que la remontée capillaire dans l'éprouvette est libre [Hal 89], il est possible de calculer un coefficient de sorption S [$\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h}^{0,5})$], défini comme le gradient de la droite de régression linéaire de l'ensemble des mesures qui se trouvent dans ce domaine.

La perméabilité à l'oxygène des bétons est déterminée au moyen d'un perméamètre à charge variable de type CEMBUREAU. Les éprouvettes de dimensions souhaitées ($\Phi = 150 \text{ mm}$, $h = 50 \text{ mm}$) sont obtenues après carottage et débitage de prismes de bétons ($20 \times 20 \times 60 \text{ cm}^3$). Trois échantillons sont extraits sur la hauteur de chaque carotte. Leurs faces cylindriques sont enrobées d'une couche d'époxy puis placées à l'étuve à 50°C jusqu'à poids constant. Pour chaque éprouvette, une série de coefficients de perméabilité apparente k_a [m^2] sont évalués par variation de la pression différentielle à partir de la formule de Hagen – Poiseuille :

$$k_a = \frac{2 Q P_a L \eta}{A (P^1 - P_a^1)} \quad [2]$$

où Q [m^3/s] est le débit volumique mesuré à la pression atmosphérique P_a [N/m^2], L [m] et A [m^2] sont la longueur et la section de l'échantillon, η est la viscosité dynamique du gaz [$\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$] à la température de l'essai. La perméabilité intrinsèque k_{int} et le coefficient de Klinkenberg β des échantillons sont calculés à partir des mesures de perméabilité apparente selon l'approche de Klinkenberg [kli 41].

Des essais de carbonatation accélérée sont réalisés sur des prismes de béton ($10 \times 10 \times 40 \text{ cm}^3$) ayant subi un traitement préalable qui consiste en un séchage en

étuve ventilée à $(50\pm 5)^\circ\text{C}$ durant 14 jours, suivi d'une réhumidification en chambre climatique à $(20\pm 2)^\circ\text{C}$ et $(60\pm 5)\%$ HR. Les prismes sont entreposés dans une cellule contenant une atmosphère à 1% de CO_2 . Les mesures de profondeur de carbonatation à partir de la surface de béton durci sont réalisées par application, sur une cassure, d'une solution de phénolphtaléine, un indicateur coloré.

3. Résultats obtenus

Le Tableau 4 regroupe les principaux résultats obtenus au cours de la campagne d'essais. Les dosages en superplastifiant (Sp) nécessaires à l'obtention de la classe de consistance S2 (affaissement) sont plus importants lorsque les fillers F3, F5 et F6 sont employés, ce qui résulte de leur contenu en particules argileuses actives responsables de la mobilisation d'une partie de l'eau de gâchage destinée à la lubrification [uni 82].

Tableau 4. Principaux résultats de la campagne d'essais (valeurs moyennes obtenues à partir de 3 échantillons).

	Dosage en Sp [%C]	R _C à 28 jours [MPa]	Abs. par immersion [% masse sèche]	Coef. de sorption S [kg/(m ² .h ^{0,5})]	Prof. de carb. à 28 jours [mm]
B _{ref}	0,50	52,4	4,7	0,080	7,2
B15F1	0,23	49,5	4,7	0,101	6,3
B25F1	0,49	46,6	4,7	0,121	5,9
B35F1	0,49	45,6	4,8	0,140	6,3
B15F2	0,33	49,6	4,5	0,081	4,9
B25F2	0,34	48,9	4,8	0,107	5,5
B35F2	0,31	45,6	4,8	0,097	5,8
B15F3	0,69	52,5	5,0	0,085	5,8
B25F3	0,76	49,7	4,9	0,087	6,8
B35F3	0,76	48,4	5,1	0,078	6,8
B15F4	0,49	48,6	4,8	0,094	7,6
B25F4	0,51	49,2	4,8	0,102	6,9
B35F4	0,52	48,0	5,0	0,112	6,7
B15F5	1,15	52,2	4,5	0,095	5,9
B25F5	1,19	49,8	4,7	0,119	6,5
B35F5	1,07	48,3	4,7	0,096	4,7
B15F6	0,79	49,8	4,8	0,089	5,9
B25F6	0,81	49,6	4,9	0,094	6,2
B35F6	0,84	43,8	5,1	0,101	6,5

L'incorporation de filler entraîne une diminution de la résistance en compression des bétons qui, pour un coefficient k croissant, est attribuée à la diminution de la

quantité de ciment et l'augmentation du rapport E/C des bétons additionnés. Ces pertes de résistance restent néanmoins suffisamment faibles pour que la classe de résistance minimale (C30/37) associée à la classe environnementale EE3 soit respectée. Les bétons à base des fillers F3 et F5 semblent moins affectés, en particulier pour un coefficient k de 0,15. Cette constatation pourrait s'expliquer par l'effet d'adsorption d'eau par les argiles présentes dans ces fillers ; la diminution de la quantité d'eau efficace joue en effet en faveur d'une amélioration des résistances mécaniques.

La porosité accessible à l'eau est comprise entre 4,5 et 5,1%. Il ne semble pas y avoir d'influence significative de la formulation sur l'absorption d'eau. Par contre, les coefficients de sorption S des bétons additionnés sont systématiquement supérieurs à celui du béton de référence sans filler. Pour certains fillers, l'absorption d'eau capillaire tend également à augmenter avec le coefficient k , comme illustré à la Figure 1.

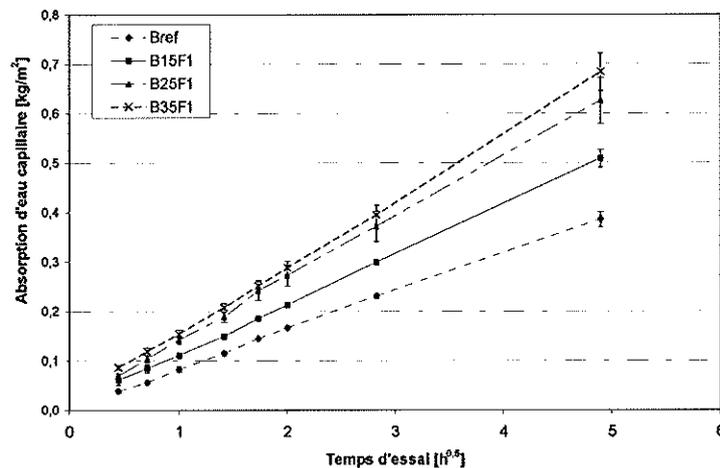


Figure 1. Absorption capillaire du béton de référence B_{ref} et des bétons additionnés du filler calcaire F1.

La perméabilité à l'oxygène est déterminée sur des échantillons prélevés dans le béton de référence et dans les bétons additionnés du filler F1. Les valeurs moyennes et les écart-types de la perméabilité intrinsèque et du coefficient de Klinkenberg mesurées sur trois échantillons débités au sein d'une même carotte sont illustrés à la Figure 2. On observe une variabilité importante des mesures au sein d'un même échantillon. Néanmoins, on peut constater que les perméabilités intrinsèques des différentes compositions sont du même ordre de grandeur. La perméabilité intrinsèque médiane est minimum pour un coefficient k de 0,25. Pour cette composition, la valeur du coefficient de Klinkenberg est maximum, ce qui abonde dans le sens d'une diminution de la taille moyenne des pores ouverts [Kli41].

L'évolution de la profondeur de carbonatation est illustrée à la Figure 3 pour le béton de référence et les bétons additionnés du filler calcaire F1. On constate une accélération du phénomène après 7 jours d'exposition en cas d'utilisation du filler. Toutefois, les valeurs mesurées après 28 jours sont plus faibles.

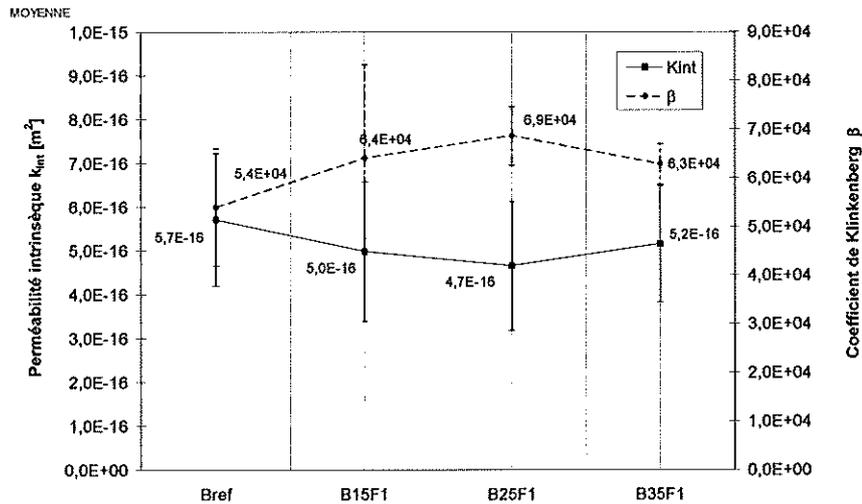


Figure 2. Coefficients de perméabilité intrinsèque K_{int} et de Klinkenberg β du béton de référence B_{ref} et des bétons additionnés du filler calcaire F1.

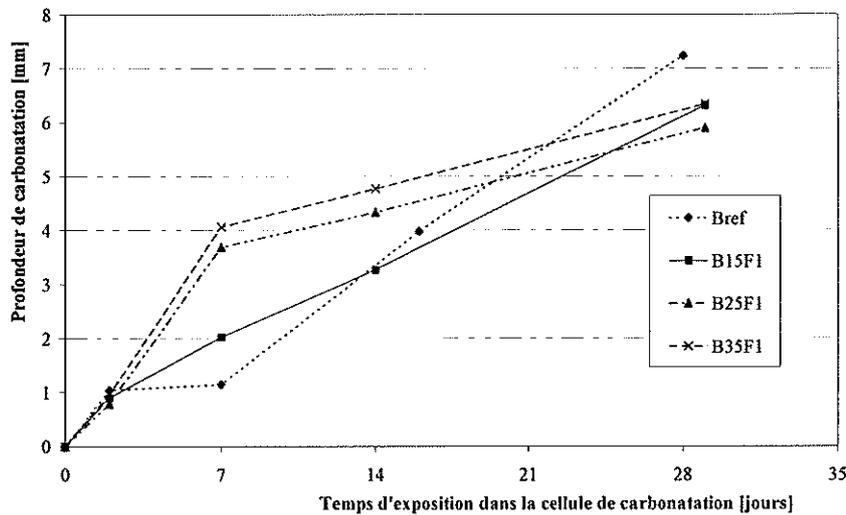


Figure 3. Profondeurs de carbonatation du béton de référence B_{ref} et des bétons additionnés du filler calcaire F1.

4. Conclusion

Six fillers calcaires ont été sélectionnés pour évaluer leur aptitude à l'emploi comme additions minérales dans les bétons. Le concept du coefficient k , tel que défini dans la norme européenne EN 206-1:2000 pour les additions à caractère hydraulique et pouzzolanique, a été utilisé pour la formulation des bétons à base de fillers calcaires. La valeur du coefficient k varie de 0,15 à 0,35. La composition du béton de référence sans filler est choisie pour satisfaire les exigences de durabilité pour une application en Belgique dans un environnement extérieur (gel et contact avec la pluie).

Les premiers résultats de cette étude montrent une légère perte de résistance en compression et une augmentation de la porosité capillaire en cas d'utilisation des fillers calcaires. Ils indiquent également que la contamination des fillers par des particules argileuses actives contribue à augmenter la demande en eau des bétons. Toutefois, les autres propriétés étudiées des bétons ne semblent pas être affectées. Au contraire, on note une légère diminution de la perméabilité à l'air et une amélioration significative de la résistance à la carbonatation.

Des essais sont actuellement en cours pour évaluer l'influence des fillers calcaires sur le retrait des bétons, leur résistance aux cycles de gel-dégel et leur résistance à différents agents agressifs tels que les chlorures, l'eau de mer et les sulfates.

5. Bibliographie

- [CEN 00] Comité Européen de Normalisation (CEN), « EN 206-1, Béton – Partie 1: spécifications, performances, production et conformité », 2000.
- [HAL 89] HALL C., « Water sorptivity of mortars and concretes: a review », *Magazine of concrete Research*, vol.41, n°147, 1989, p.51-61.
- [KLI 41] KLIKENBERG I.J., « The permeability of porous media to liquids and gases », *API Drilling and Production Practices*, 1941, p. 200-213.
- [MEE 07] MEERSEMAN J., DESCAMPS P., LUCION L., PIERARD J., POLLET V., « Caractérisation des fillers calcaires wallons en vue de leur valorisation », *Ciments, Bétons, Plâtres et Chaux*, n°882, décembre 2006, p. 29-36.
- [MIC 06] MICHEL F., « Caractérisation physique des fillers calcaires », Diplôme d'Etudes Approfondies, Université de Liège, 2005, 205p.
- [MIC 07] MICHEL F., PIERARD J., COURARD L., POLLET V., « Influence of physico-chemical characterization of limestone fillers on fresh and hardened mortar performances », 5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Gent, Belgium, 2007, p. 205-210.
- [UNI 82] UNIKOWSKY Z., « Influence des argiles sur les propriétés des mortiers de ciments », Rapport de recherche LCPC n°110, 1982.