

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma
Faculté des sciences et de la technologie
Département de génie civil et hydraulique

Thèse de Doctorat en Science

Présentée par :
Harbi Radhia

Spécialité : Génie Civil
Option : Matériaux et Structures

**Propriétés physico-mécaniques et durabilité des
Mortiers avec additions minérales**

Soutenue le 22 Février 2018 Devant le jury:

Pr. BENOUIS A/Halim	Président	Université 8 Mai 1945 Guelma
Pr. NAFA Zahreddine	Rapporteur	Université 8 Mai 1945 Guelma
Pr. BELACHIA Mouloud	Examineur	Université 20 Aout 1955 Skikda
Pr. REDJEL Bachir	Examineur	Université Badji Mokhtar Annaba
Pr. NINOUH Tarek	Examineur	Université Larbi Tebessi Tebessa
Dr. CHERAIT Yacine	Examineur	Université 8 Mai 1945 Guelma
Dr. DERABLA Riad	Invité	Université 20Aout 1955 Skikda

Dédicace

A ceux qui se sont toujours dévoué et sacrifié pour moi ; ceux qui m'ont encouragé et soutenu à combattre les aléas de la vie et à donner le meilleur de moi ; en témoignage de mon éternelle reconnaissance, je dédie essentiellement cette thèse à mes parents ; très chère mère et père.

Je tiens à exprimer du fond de mon cœur mes reconnaissances à ma famille.

.A mes très chères sœurs et mon chère unique frère ; qui m'ont énormément aidé moralement; surtout ma petite sœur Ikram.

A celui qui à se m'épauler, m'encourager et surtout être patient avec moi ; mon mari ; à qui je témoignée tendrement toute ma gratitude.

Aux lumières de ma vie ; mes bien aimés ; ma joie et ma fierté ; je ne vie qui par leurs rires ; à mon petit fils Youcef et ma petite belle fille Maria

A tous ceux que j'aime et qui m'ont aidé de près ou de loin à accomplir ce modeste travail

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier en premier lieu DIEU.

Miséricordieux qui m'a donné la volonté et la patience pour achever cette thèse.

Un grand merci à mes parents, mes sœur et mon frère, mon mari et mes petites enfants et aussi mes chères collègues les plus proches et toutes ma famille.

J'adresse ma profonde et respectueuse gratitude à Monsieur Professeur NAFA Zahreddine directeur de cette thèse, qui a dirigé ce travail de recherche attentivement et efficacement.

Je tiens à le remercier pour son soutien qu'il m'a apporté dans les moments les plus difficiles de cette thèse, ses idées, son expérience et la confiance qu'il m'a accordé, ses conseils jusqu'à la dernière minute.

Je remercie vivement Professeur BENOUIS A/Halim pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury d'examen de cette thèse.

Je désire très sincèrement remercier Monsieur Professeur REDJEL Bachir, Professeur BELACHIA Mildoud, Docteur CHERAIT yacine Et Professeur NINOUH Tarek pour avoir accepté d'en être les examinateurs, malgré leurs multiples responsabilités.

Je tiens à remercier Docteur Derabla Riad, qui m'a beaucoup aidé.

Un grand merci à toutes les personnes qui m'ont aidé : la directrice de l'usine de céramique ETER et ses ingénieurs et techniciens, le personnel du département et du laboratoire de génie civil de l'université d'Annaba, le personnel de la société Granitex d'Alger, toutes les personnels de la cimenterie de Hjar Essoud et surtout celui du laboratoire ainsi que le personnel de la cimenterie d'Ain Touta à leur tête le chef du laboratoire.

Une pensée sincère va enfin à mes collègues et les personnes qui m'ont aidé de près et de loin à accomplir ce modeste travail

Résumé

Ce travail expérimental a porté essentiellement sur l'étude de la possibilité d'utiliser la poussière de kaolin (K) comme filler dans le sable combiné à des additions de poudre de verre (GP), déchet de brique (BW) et le métakaolin (MK) en vue de l'amélioration des performances mécaniques du mortier ainsi que sa durabilité dans un milieu sulfatique.

Les propriétés étudiées sont la résistance à la compression, la résistance à la traction par flexion, la porosité, l'absorption d'eau par capillarité et l'absorption d'eau par immersion, le retrait, mouillage-séchage, ainsi que la résistance aux sulfates et à l'eau de mer avec la comparaison à la résistance à l'eau douce.

L'incorporation de filler dans le sable et les additions dans le ciment a permis d'obtenir des mortiers possédant des propriétés physico-mécaniques et de durabilité plus au moins supérieures à celle du mortier de référence.

Les mélanges qui contiennent la poudre de verre (GP) ou /et le métakaolin (MK) sont plus performants que ceux contenant les déchets de brique (BW).

Mots clé : Filler, Kaolin, Poudre de verre, déchets de brique, Métakaolin, Mortier de ciment

Abstract

This experimental work focused on the study of the possibility of using kaolin dust (K) as filler in sand combined with additions of glass powder (GP), brick waste (BW) and metakaolin (MK) in order to improve the mechanical performance of the mortar as well as its durability in a sulphatic medium.

The properties studied are compressive strength, bending tensile strength, porosity, water absorption by capillarity and immersion water absorption, shrinkage, wetting-drying, as well as sulphate resistance and sea water resistance with comparison to resistance to pure water.

The incorporation of filler into the sand and the additions in the cement has made it possible to obtain mortars possessing physico-mechanical properties and durability which are at least superior to that of the reference mortar.

Mixtures containing glass powder (GP) and / or metakaolin (MK) are better than those containing brick waste (BW).

Key words: Filler, Kaolin, Glass powder, brick waste, Metakaolin, Cement mortar.

وقد ركز هذا العمل التجريبي على دراسة إمكانية استخدام غبار الكاولين (K) كغبار في الرمال جنباً إلى جنب مع إضافة مسحوق الزجاج (GP) ونفايات الطوب (BW) والميتاكوولين (MK) بهدف تحسين الأداء الميكانيكي للملاط وكذلك ديمومته في وسط الكبريتات.

الخصائص التي تمت دراستها هي مقاومة الانضغاط، الانحناء قوة الشد، المسامية، امتصاص الماء بالخاصية الشعرية وامتصاص الماء الغمر، انكماش، ترطيب والتجفيف، وكذلك مقاومة الكبريتات ومياه البحر مقارنة بمقاومة المياه العذبة.

إن دمج الغبار في الرمال والإضافات في الإسمنت جعل من الممكن الحصول على ملاط ذات خصائص فيزيائية ميكانيكية وديمومة على الأقل أكبر من تلك الخاصة بالملاط المرجعية. الخلطات التي تحتوي على مسحوق الزجاج (GP) و / أو ميتاكوولين (MK) هي الأكثر مقاومة من تلك التي تحتوي على نفايات الطوب (BW).

الكلمات الرئيسية: غبار، الكاولين، مسحوق الزجاج، نفايات الطوب، ميتاكوولين، ملاط الاسمنت.

Liste des figures

Figure 1.1 : a. Action des molécules de SP.....	36
b. Action des molécules de SP	
Figure 1.2: Position du verre dans le système $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$	40
Figure 1.3 Position du gisement dans l'anticlinal.....	48
Figure 1.4 : Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite.....	49
Figure 1.5 : (a) Morphologie d'une kaolinite très bien cristallisée et (b) représentation d'une plaquette de kaolinite.....	50
Figure 1.6 : Photos MEB des kaolins DD3 et DD2 de Djebel Debbagh.....	50
Figure 1.7: la courbe d'ATD d'une kaolinite.....	52
Figure 2.1 : Courbe granulométrique de sable1 et sable2.....	70
Figure 2.2 : Malaxeur à mortier utilisé.....	75
Figure 2.3 : Table à secousse manuelle	76
Figure 2.4 : Balance électronique et étuve.....	76
Figure 2.5 : Tamiseuse électrique et l'appareil de Blaine numérique.....	77
Figure 2.6 : L'appareil de fluorescence X et moule de retrait.....	78
Figure 2.7 : Essai d'étalement des mortiers à la table à la secousse.....	80
Figure 2.8 : Machine d'écrasement.....	81
Figure 2.9 : Machine d'essai à la traction par flexion.....	82
Figure 2.10 : Essai de retrait des mortiers à l'appareil de rétractomètre.....	83
Figure 2.11 : Dispositif expérimental de mesure d'absorption d'eau par capillarité.....	86
Figure 3.1 : Effet de l'ajout et du super plastifiant sur l'ouvrabilité des compositions des mortiers.....	93
Figure 3.2 Effet du pourcentage d'addition sur la résistance à la compression des mortiers à 28 jours.....	95

<i>Figure 3.3 Evolution dans le temps des résistances à la compression des mortiers avec additions séparés.....</i>	<i>95</i>
<i>Figure 3.4 Effet des combinaisons d'additions sur la résistance à la compression à 28 jours des mortiers.....</i>	<i>96</i>
<i>Figure 3.5 Evolution dans le temps des résistances à la compression des mortiers avec additions combinés.....</i>	<i>97</i>
<i>Figure 3.6 Effet du pourcentage d'a sur la résistance à la traction à 28 jours des mortiers... </i>	<i>97</i>
<i>Figure 3.7 Evolution dans le temps des résistances à la traction par flexion des mortiers avec additions séparés.....</i>	<i>98</i>
<i>Figure 3.8 Effet des combinaisons d'ajouts sur la résistance à la traction à 28 j des mortiers.....</i>	<i>98</i>
<i>Figure 3.9 Evolution dans le temps des résistances à la traction par flexion des mortiers avec additions combinés.....</i>	<i>99</i>
<i>Figure 3.10 Effet du pourcentage d'addition sur la porosité des mortiers.....</i>	<i>100</i>
<i>Figure 3.11 Effet du pourcentage d'addition sur l'absorption par immersion des mortiers..</i>	<i>101</i>
<i>Figure 3.12 Porosité accessible à l'eau des différentes compositions des mortiers.....</i>	<i>102</i>
<i>Figure 3.13 L'absorption d'eau par immersion des mortiers.....</i>	<i>102</i>
<i>Figure 3.14 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des 13 compositions unaires des mortiers.....</i>	<i>103</i>
<i>Figure 3.15 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des mortiers durant les temps des combinaisons unaires.....</i>	<i>104</i>
<i>Figure 3.16 La cinétique d'absorption d'eau des combinaisons binaire et ternaire.....</i>	<i>105</i>
<i>Figure 3.17 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des mortiers durant le temps des combinaisons binaires et ternaires.....</i>	<i>107</i>
<i>Figure 3.18 Influence des taux de substitution sur le coefficient d'absorption d'eau des compositions unaires.....</i>	<i>108</i>
<i>Figure 3.19 Influence des taux de substitution sur le coefficient d'absorption d'eau des compositions binaires et ternaires.....</i>	<i>109</i>
<i>Figure 3.20 Evolution des variations dimensionnelles du retrait endogène des 13 compositions unaires des mortiers.....</i>	<i>110</i>
<i>Figure 3.21 Evolution des variations dimensionnelles du retrait des 9 compositions binaires et ternaires des mortiers.....</i>	<i>112</i>

<i>Figure 3.22 Variation massique des mortiers en fonction du temps et du pourcentage de GP, BW et MK à l'air libre des 13 compositions unaires.....</i>	<i>113</i>
<i>Figure 3.23 Variation massique des mortiers en fonction du temps et du pourcentage de GP, BW et MK à l'air libre des 9 compositions binaires et ternaires.....</i>	<i>114</i>
<i>Figure 3.24 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la compression des 13 compositions unaires des mortiers.....</i>	<i>115</i>
<i>Figure 3.25 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la compression des compositions binaires et ternaires des mortiers.....</i>	<i>116</i>
<i>Figure 3.26 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la traction des 13 compositions unaires des mortiers.....</i>	<i>116</i>
<i>Figure 3.27 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la traction des 9 compositions binaires et ternaires des mortiers.....</i>	<i>117</i>
<i>Figure 3.28 Résistance à la compression de l'éprouvette immergée dans Na₂SO₄ (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>119</i>
<i>Figure 3.29 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans Na₂SO₄ (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>120</i>
<i>Figure 3.30 Eprouvettes du mortier à 25% de MK après 6 mois d'immersion dans la solution de Na₂SO₄.....</i>	<i>121</i>
<i>Figure 3.31 Eprouvette de mortier à 25% de BW à l'âge de 180 jours.....</i>	<i>121</i>
<i>Figure 3.32 Résistance à la compression de l'éprouvette immergée dans l'eau de mer (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>122</i>
<i>Figure 3.33 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans l'eau de mer (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>123</i>
<i>Figure 3.34 Résistance à la compression des éprouvettes immergées dans l'eau (H₂O) (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>125</i>
<i>Figure 3.35 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans l'eau (H₂O) (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés.....</i>	<i>127</i>

Liste des tableaux

<i>Tableau 1.1. Exemples de compositions chimiques de métakaolins.....</i>	<i>51</i>
<i>Tableau 1.2. Utilisations industrielles du kaolin.....</i>	<i>54</i>
<i>Tableau 2.1. Compositions chimiques du ciment.....</i>	<i>68</i>
<i>Tableau 2.2. Caractéristiques physico-mécaniques du ciment.....</i>	<i>68</i>
<i>Tableau 2.3. Propriétés physique de sable1 et sable2.....</i>	<i>70</i>
<i>Tableau 2.4. Composition chimique de kaolin.....</i>	<i>71</i>
<i>Tableau 2.5. Composition chimique de poudre de verre.....</i>	<i>71</i>
<i>Tableau 2.6. Composition chimique de déchet de brique.....</i>	<i>71</i>
<i>Tableau 2.7. Composition chimique du métakaolin.....</i>	<i>72</i>
<i>Tableau 2.8. Les différentes compositions des mortiers.....</i>	<i>74</i>
<i>Tableau 2.9. : Procédure de malaxage et mode d'introduction de l'adjuvant.....</i>	<i>78</i>
<i>Tableau 2.10 : L'ouvrabilité des mortiers.....</i>	<i>80</i>
<i>Tableau 3.1. Comparaison des mortiers de référence avec fort dosage des deux superplastifiants : SIKA et MEDAPLAST.....</i>	<i>91</i>
<i>Tableau 3.2. L'ouvrabilité de différentes compositions des mortiers.....</i>	<i>92</i>

Table des Matières

Résumé	03
Abstract	04
ملخص	05
Liste des figures	06
Liste des tableaux	09
Introduction générale	18

Chapitre 1

Partie 1 : Synthèse bibliographique

1.1 INTRODUCTION	24
1.2 DEFINITION DES ADDITIONS MINERALES.....	24
1.3 DEFINITION DES CARACTERISTIQUES DES ADDITIONS.....	24
1.4 AJOUTS MINERAUX	25
1.4.1 Laitier des hauts fourneaux	25
1.4.2 Cendres volantes	25
1.4.3 Additions calcaires	26
1.4.4 Fumée de silice	26
1.4.5 Pouzzolanes	26
1.5 AVANTAGES DES AJOUTS MINERAUX	27
1.5.1 Avantages économiques	27
1.5.2 Avantages écologiques	27
1.5.3 Avantages techniques	28

1.6 ACTION DES ADDITIONS MINERALES	28
1.6.1 Effet granulaire.....	28
1.6.2 Effet physico-chimique et microstructural	29
1.6.3 Effet chimique	30
1.7 IMPORTANCE DES ADDITIONS DANS L'INDUSTRIE CIMENTIERE.....	31
1.8 FONCTION DES ADDITIONS.....	32
1.8.1 Additions mélangées avec le clinker en cimenterie.....	32
1.8.2 Additions introduites directement dans les bétons.....	32
a. Correction granulaire.....	33
b. Amélioration de la cohésion inter granulaire.....	33
1.9 NOTION DE LIANT EQUIVALENT.....	33
1.10 DEFINITION DES AJOUTS CHIMIQUES.....	34
1.10.1. Intérêt des adjuvants.....	34
1.10.2. Classification des adjuvants.....	34
1.10.2.1. Les superplastifiants.....	35
a. Mécanisme d'action.....	36
b. Facteurs affectant l'action des super plastifiants.....	37
c. Effets sur la rhéologie du béton frais.....	37
d. Effets sur la prise.....	37
e. Effet entraîneur d'air.....	38
f. Effets sur le béton durci.....	38
1.11 ETAT DES CONNAISSANCES SUR L'UTILISATION DES ADDITIONS DES :	
VERRE, METAKAOLIN ET DE BRIQUE DANS LA MATRICE CIMENTAIRE.....	38
1.11.1 Le verre.....	38

1.11.2 Le métakaolin.....	40
1.11.3 La brique.....	41
1.12 CONCLUSION.....	42

Partie 2 : Valorisation d'un matériau local en Algérie

Kaolin de Djebel Debbagh –Guelma-

1.1 INTRODUCTION	46
1.2 DEFINITION DE KAOLIN.....	46
1.3 SITUATION GEOGRAPHIQUE DE KAOLIN DE DJEBEL DEBBAGH (DD3).....	47
1.3.1 Le gisement.....	48
1.3.2 Traitement du minerai.....	48
1.3.3 DD3 - Kaolin pour industries céramique, vaisselle et autres.....	49
1.4 STRUCTURE.....	49
1.5 MORPHOLOGIE.....	50
1.6 COMPOSITIONS CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE.....	51
1.7 TRANSFORMATIONS THERMIQUES DE LA KAOLINITE.....	51
1.8 PRINCIPAUX USAGES INDUSTRIELS DU KAOLIN.....	53
1.8.1. Céramiques.....	54
1.8.2. Dans les émaux.....	55
1.8.3. Réfractaires.....	55
1.8.4. Matériaux de construction.....	56
1.8.5. Papier.....	56
1.8.6. Les applications médicales et cosmétiques.....	56

1.8.6.1. Utilisations modernes pharmaceutiques.....	56
1.8.6.2. Produits de beauté.....	56
1.8.7. Charges.....	57
1.8.7.1. Papiers.....	57
1.8.7.2. Peintures.....	57
1.8.7.3. Caoutchoucs.....	57
1.8.7.4. Polymères.....	58
1.9 MODE D’OBTENTION DE LA POUSSIERE DE KAOLIN.....	58
1.10 CONCLUSION.....	64

CHAPITRE 2

MATERIAUX ET METHODES D’ESSAIS

2.1 INTRODUCTION.....	68
2.2 MATERIAUX UTILISES, FORMULATIONS ET MISE EN OEUVRE.....	68
2.2.1 Matériaux utilisés	68
2.2.1.1 Ciment	68
2.2.1.2 Sable.....	69
A. Propriétés physiques de sable.....	69
B. L’analyse granulométrique.....	70
2.2.1.3 Additions	71
A. Kaolin.....	71
B. Poudre de verre.....	71
C. Déchet de brique.....	71
D. Métakaolin.....	71
2.2.1.4 Eau.....	72
2.2.1.5 Adjuvant.....	72

2.2.2 Programme expérimental.....	72
2.2.3 Composition de mortiers.....	73
2.2.4 Matériels utilisés.....	75
2.2.4.1 Malaxeur.....	75
2.2.4.2 Table à secousse manuelle.....	75
2.2.4.3 Autres accessoires.....	76
2.2.5 Préparation des mortiers.....	78
2.2.6 Prélèvement et cure des échantillons.....	79
2.3 ESSAIS REALISES.....	79
2.3.1 Caractéristiques à l'état frais.....	79
2.3.2 Essais à l'état durci.....	81
2.3.2.1 Résistances mécaniques.....	81
A. Résistance à la compression.....	81
B. Résistance à la traction par flexion.....	82
2.3.3 Retrait.....	82
2.3.4 Essais physico-chimiques.....	83
2.3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion.....	84
2.3.4.2 Masse volumique apparente.....	84
2.3.4.3 Absorption d'eau par capillarité.....	84
2.3.4.4 Séchage mouillage.....	86
2.3.4.5 Résistance aux sulfates.....	87
2.4. CONCLUSIONS.....	87

CHAPITRE 3

ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

3.1. INTRODUCTION.....	91
------------------------	----

3.2. EFFET DU SUPER PLASTIFIANT ET DES ADDITIONS MINERALES SUR L'OUVRABILITE DES MORTIERS	91
3.2.1 EFFET DU TYPE ET DU DOSAGE DU SUPERPLASTIFIANT.....	91
3.2.2. EFFET DES ADDITIONS MINERALES	93
3.2.2.1. Ouvrabilité.....	93
3.3 INFLUENCE DE L'AJOUT DE FILLER DE KAOLIN ET LE TAUX DE SUBSTITUTION DES ADDITIONS MINERALES SUR LES PERFORMANCES MECANQUES DES MORTIERS.....	94
3.3.1 Résistance à la compression.....	94
3.3.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition	94
3.3.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions.....	96
3.3.2 Résistance à la traction par flexion.....	97
3.4 INFLUENCE DE L'AJOUT DE FILLER DE KAOLIN ET LE TAUX DE SUBSTITUTION DES ADDITIONS MINERALES SUR LA DURABILITE DES MORTIERS.....	99
3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion.....	99
3.4.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition.....	99
3.4.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions.....	101
3.4.2 Essais de l'absorption d'eau par capillarité.....	103
3.4.2.1 Cinétique d'absorption d'eau Me (g).....	103
A/ Combinaison unaire (unique).....	103
B/ Combinaison binaire et ternaire.....	105
3.4.2.2 Coefficient d'absorption d'eau	108
3.4.3 Essais de retrait.....	110
3.4.3.1 Variation dimensionnelle.....	110
3.4.3.2 Perte de masse (à l'air libre).....	113
3.4.4 Essais de séchage mouillage.....	115
3.4.4.1 Résistance à la compression.....	115
3.4.4.2 Résistance à la traction.....	116

3.4.5 Essais de résistance aux sulfates.....	118
3.4.6 Essais de résistance aux l'eau de mer.....	122
3.4.7 Essais de résistance à l'eau (comparaison).....	125
3.5 CONCLUSION.....	128
Conclusions Générales	130
Références Bibliographiques	134

INTRODUCTION GENERALE

La protection de l'environnement fait partie des occupations majeures des chercheurs à l'heure actuelle. Les procédés de production du ciment, même s'ils se sont beaucoup améliorés vis-à-vis de l'environnement, restent tout de même polluants. Il faudrait alors réduire la production du ciment par l'utilisation d'autres matériaux moins polluants, ou essayer de substituer même partiellement au ciment des produits issus du recyclage des éco-produits ou des déchets pour l'élaboration des bétons et des mortiers à haute performance.

En plus des recyclages des éco-produits, on peut aussi valoriser les matériaux locaux telle que : Le kaolin (K) qui est une argile présente en abondance dans la plupart des régions du monde. De petites quantités sont utilisées pour la fabrication des céramiques de haute qualité, le reste est non exploité comme le kaolin de Djebel Debbagh en Algérie.

La formulation des bétons et des mortiers qui, pendant très long temps, a reposé sur une simple association ternaire ciment, eau et granulats, s'est progressivement compliquée au point qu'un mortier ou béton actuel comporte de façon courante cinq constituants : ciment, eau, granulats, additions minérales et adjuvants.

Cet accroissement du nombre de constituants est, d'un point de vue pratique, très avantageux car il conduit, généralement, à l'amélioration très significative des performances mécaniques, physiques et durabilités des mortiers et bétons.

L'incorporation des additions minérales est maintenant une technique importante d'amélioration des propriétés du béton et mortier telle que la fluidité, la résistance, la durabilité, etc. Ces additions minérales affectent de manière significative la rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais, qui est directement liée avec le développement de la résistance, la durabilité des matériaux durcis.

Néanmoins, pour profiter pleinement de ces avantages et ainsi choisir la meilleure solution permettant d'optimiser la formulation, il est nécessaire de connaître les caractéristiques de ces nouveaux composants (additions minérales et adjuvants) et leurs actions sur les propriétés des bétons et des mortiers.

Par conséquent, des questions se posent :

Est-ce que l'ajout d'un tel constituant a une influence sur les rôles de base des autres et comment peut-il modifier le comportement d'une matrice cimentaire ?

Pour y répondre, il faut avoir une bonne compréhension des effets propres de chaque composant et des interactivités.

L'objectif de cette étude, est premièrement l'utilisation du kaolin (K) comme filler dans le sable pour obturer les pores entre les grains de sable et améliorer ainsi sa compacité en vue d'obtenir un mortier à haute performance. Le kaolin est utilisé aussi après transformation en métakaolin (MK) comme activité liante dans le ciment pour améliorer la compacité de la matrice cimentaire. Cette argile est calcinée dans un four de laboratoire à une température de 750 °c pendant une durée de 4 heures, après son refroidissement, l'argile calcinée est broyée. La calcination de l'argile à 750 °c permet le départ de l'eau de constitution (la déshydroxylation) et la formation de la métakaolinite avec une structure amorphe ce qui la rend plus réactive que l'argile de départ (K).

Notre travail consiste principalement à élaborer de nouveaux ciments composés à partir de recyclage des déchets visant à la protection de l'environnement et à la valorisation des matériaux locaux existants en grandes quantités mais sous-exploitées. Les additions concernés par cette étude sont : la poudre de verre (GP), la poudre de brique (BW) et le métakaolin (MK) et sont utilisés comme substitution à 5, 15 et 25% au ciment.

La teneur adoptée pour l'utilisation du kaolin (K) comme filler dans le sable est de 5%. On a essayé d'augmenter cette teneur, mais une teneur de 10% devient excessive et conduit à la diminution de la compacité et a donné des effets néfastes sur la résistance et la durabilité.

Dans un but de complémentarité et de comparaison, trois combinaisons d'additions ont été adoptées. Il s'agit de combinaisons unaires, binaires et ternaires. Nous étudions l'effet de ces combinaisons d'additions sur les performances mécaniques : la résistance de compression et traction par flexion et les essais de durabilité : la porosité, l'absorption d'eau capillaire et l'absorption d'eau par immersion, le retrait, mouillage-séchage et les agressions chimiques : aux sulfates et à l'eau de mer et leur comparaison à l'eau douce des mortiers élaborés.

Ce mémoire s'articule sur trois chapitres :

Le premier chapitre se divise en deux parties : La première partie est une synthèse bibliographique, son objectif est de passer en revue les connaissances actuelles les plus pertinentes sur l'action des additions dans les matériaux cimentaires afin d'éclaircir en particulier comment elles contribuent à l'activité liante du ciment.

Cette partie porte sur les définitions des additions minérales et leurs caractéristiques et les différents ajouts minéraux cimentaires.

On présente ensuite les avantages des additions minérales, leurs mécanismes d'action dans les matrices cimentaires et leurs fonctions.

Cette partie traitera aussi l'effet des ajouts chimiques utilisés dans le cadre de notre programme de recherche sur les propriétés des mortiers. Les différents mécanismes d'action de ces ajouts seront présentés de façon à mieux comprendre le comportement vis-à-vis de la présence de ces ajouts.

Enfin, on passe à la présentation des caractéristiques des additions minérales utilisées dans la matrice cimentaire dans notre recherche.

On présente dans la *deuxième partie* une synthèse sur la valorisation d'un matériau local en Algérie; Le kaolin de Djebel Debbagh, on présente ainsi sa situation géographique et ses usages dans l'industrie, les process de sa transformation en poudre et les différents usages.

Une description détaillée des matériaux et du matériel utilisés dans cette recherche est donnée dans le *deuxième chapitre*. On y trouve aussi un aperçu sur les techniques expérimentales ainsi que l'ensemble des essais réalisés que ce soit à l'état frais ou à l'état durci.

Le *troisième chapitre* est consacré à l'analyse et la discussion des résultats obtenus.

Des commentaires sont formulés sur la base d'une comparaison des résultats de 22 compositions de mortiers (Témoin, unaire, binaire et ternaire) en présence des additions minérales en ce qui concerne le comportement physique, mécanique et de durabilité (porosité, absorption d'eau capillaire et par immersion, retrait séchage-mouillage et l'attaque de sulfate, l'eau de mer et leurs comparaison avec l'eau douce).

En fin du mémoire, une *conclusion* ainsi que quelques recommandations sont données dans une perspective de poursuivre le travail dans cet axe de recherche.

CHAPITRE 1.
Partie1 : Synthèse Bibliographique

1.1 INTRODUCTION	24
1.2 DEFINITION DES ADDITIONS MINERALES.....	24
1.3 DEFINITION DES CARACTERISTIQUES DES ADDITIONS.....	24
1.4 AJOUTS MINERAUX	25
1.4.1 Laitier des hauts fourneaux	25
1.4.2 Cendres volantes	25
1.4.3 Additions calcaires	26
1.4.4 Fumée de silice	26
1.4.5 Pouzzolanes	26
1.5 AVANTAGES DES AJOUTS MINERAUX	27
1.5.1 Avantages économiques	27
1.5.2 Avantages écologiques	27
1.5.3 Avantages techniques	28
1.6 ACTION DES ADDITIONS MINERALES	28
1.6.1 Effet granulaire.....	28
1.6.2 Effet physico-chimique et microstructural	29
1.6.3 Effet chimique	30
1.7 IMPORTANCE DES ADDITIONS DANS L'INDUSTRIE CIMENTIERE.....	31
1.8 FONCTION DES ADDITIONS.....	32
1.8.1 Additions mélangées avec le clinker en cimenterie.....	32
1.8.2 Additions introduites directement dans les bétons.....	32
a. Correction granulaire.....	33
b. Amélioration de la cohésion inter granulaire.....	33

1.9 NOTION DE LIANT EQUIVALENT.....	33
1.10 DEFINITION DES AJOUTS CHIMIQUES.....	34
1.10.1. Intérêt des adjuvants.....	34
1.10.2. Classification des adjuvants.....	34
1.10.2.1. Les superplastifiants.....	35
a. Mécanisme d'action.....	36
b. Facteurs affectant l'action des super plastifiants.....	37
c. Effets sur la rhéologie du béton frais.....	37
d. Effets sur la prise.....	37
e. Effet entraîneur d'air.....	38
f. Effets sur le béton durci.....	38
1.11 ETAT DES CONNAISSANCES SUR L'UTILISATION DES ADDITIONS DES : VERRE, METAKAOLIN ET DE BRIQUE DANS LA MATRICE CIMENTAIRE.....	38
1.11.1 Le verre.....	38
1.11.2 Le métakaolin.....	40
1.11.3 La brique.....	41
1.12 CONCLUSION.....	42

1.1 Introduction

L'objectif de cette synthèse bibliographique est de passer en revue les connaissances actuelles les plus pertinentes sur l'action des additions dans les matériaux cimentaires afin d'éclaircir en particulier comment elles contribuent à l'activité liante du ciment et comment cette contribution liante est prise en compte dans les méthodes de formulation des mortiers ou des bétons avec additions.

Notre recherche bibliographique s'appuie sur les études les plus récentes dans le domaine ainsi que sur la normalisation européenne dont la lecture critique a permis de dégager les principaux arguments sur lesquels nous appuyons notre approche méthodologique pour la formulation des mortiers de ciment.

Ce chapitre fait une mise en point sur les définitions des additions, les ajouts cimentaires et leurs avantages et sur la fonction des additions et leurs importances dans l'industrie cimentaire, ainsi que les classifications des ajouts chimiques et leurs intérêts.

Cette recherche bibliographique sera ensuite accentuée sur l'effet des additions minérales (poudres de verre, métakaolin et de brique) introduit dans la matrice cimentaire.

1.2 Définition des additions minérales

La norme européenne EN 206-1 (NF P18-325) définit les additions comme des «Matériaux minéraux finement divisés utilisés dans le béton et mortier afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières» [1]

1.3 Définition des caractéristiques des additions

La norme européenne EN 206-1 (NF P18-325) de février 2002, distingue les additions en 2 types :

- Quasiment-inertes (type I)
- Caractère pouzzolanique hydraulique latent (type II)

Les additions de type I selon la norme EN 206-1

- Les additions calcaires (NF P18-508)
- Les additions silicieuses (NF P18-509)
- Les fillers (NF P18-501)

Les additions de type II selon la norme EN 206-1

- La fumée de silice (NF P18-502)

- Les cendres volantes de houille (NF P18-505)
- Le laitier vitrifié moulu de haut fourneau (NF P18-506)

1.4 Ajouts minéraux

Les ajouts minéraux sont des matériaux que l'on mélange au ciment Portland et donnent certaines propriétés au béton, grâce à leurs activités hydrauliques et/ou pouzzolaniques. L'utilisation d'ajouts minéraux dans les industries du ciment et du béton présente des avantages techniques, économiques et écologiques. Parmi ces ajouts on peut citer :

Les laitiers vitrifiés moulus granulé de haut fourneau

Les cendres volantes

Les additions calcaires

Les fumées de silice

Les pouzzolanes

1.4.1 Laitier des hauts fourneaux

Le laitier vitrifié moulu provient du broyage du laitier vitrifié granulé ou bouleté, qui provient de la fabrication de la fonte et il est obtenu par la trempe du laitier à sa sortie du four. Par contre, les laitiers de fonte non trempés cristallisés et donc non vitrifié sont utilisés comme ballast ou comme granulats et ne peuvent pas être utilisés comme ajouts cimentaire. De même les laitiers d'aciéries et tous les laitiers de métaux non ferreux qui peuvent contenir des éléments nuisibles aux bétons tels que les sels métalliques sont exclus de l'industrie de ciment.

La norme NF P18-506 [2] distingue deux classes de laitier A et B ; la dernière est la plus réactive, sa finesse étant plus élevée. Les laitiers conformes à la norme NF P 18-506 [2] sont des additions de type II au sens de la norme EN 206-1[3] mais seuls les laitiers de classe B sont substituables au ciment au sens et selon les conditions de cette norme.

1.4.2 Cendres volantes

Les cendres volantes sont des poudres fines constituées principalement de particules vitreuses de forme sphérique, issues de la combustion du charbon pulvérisé en présence ou non de CO-combustibles, ayant des propriétés pouzzolaniques et composées essentiellement de SiO_2 et de Al_2O_3 ; la proportion de SiO_2 réactive constituant au moins 25 % de la masse. Les cendres volantes conformes à la norme NF EN 450 [4] sont des additions de type II au sens de la norme EN 206-1[3], et sont substituables au ciment au sens et selon les conditions de cette norme.

1.4.3 Additions calcaires

Les additions calcaires sont des produits secs finement divisés, obtenus par broyage et/ou sélection. Ils proviennent de gisements de roches calcaires qui peuvent être dolomitiques, massives ou meubles.

Les additions calcaires conformes à la norme NF P18-508 [5] sont du type I selon la norme EN 206-1 [3] et sont substituables au ciment au sens et sous les conditions de cette norme.

1.4.4 Fumée de silice

La fumée de silice est une poudre amorphe finement divisée résultant de la production d'alliages de silicium ou contenant du silicium. Elle est entraînée depuis la zone de combustion des fours par les gaz, vers le système de captage. La norme distingue deux classes A et B ; les fumées de silice de classe A étant les plus riches en silice et sont plus fines. Une fumée de silice de classe A ou B, conforme à la norme est une addition du type II au sens de la norme EN 206-1 [3] et est substituable au ciment au sens et aux conditions de cette norme.

Toutefois, compte tenu de la très grande finesse de cette addition et de leur très grande réactivité avec la portlandite libérée par l'hydratation du ciment, leur proportion est limitée à 10 % et leur emploi est réservé aux bétons contenant un superplastifiant.

1.4.5 Pouzzolanes

Le terme pouzzolane tire son nom de Pouzzole, une localité près de Naples en Italie, riche en terre volcanique. La pouzzolane naturelle est une roche siliceuse légère produite par des projections volcaniques basaltiques. Elle comporte de la silice, de l'alumine, de l'oxyde ferrique qui lui donne sa couleur rouge, ainsi que de la chaux et de la magnésie. La pouzzolane possède une structure alvéolaire. La pouzzolane est généralement rouge ou noire, avec toutes les teintes intermédiaires, exceptionnellement grise. Il existe également des pouzzolanes artificielles, obtenues par calcination de terres argileuses, de basaltes ou de schistes : leurs propriétés sont équivalentes à celles de la pouzzolane naturelle.

Elle sert comme ajout cimentaire afin de réduire le cout de ciment. Elle est également utilisée pour le jardinage, les constructions, l'assainissement non collectif et les routes. L'application de la pouzzolane dans les jardins peut être multiple : en grosse granulométrie la pouzzolane est utilisée comme roche décorative (paillage) comparable à l'écorce de pin pour limiter l'enherbement, par exemple, dans les massifs d'arbustes ; et en petite granulométrie la pouzzolane sert dans la composition du substrat de certaines cultures comme les bonsaï,

l'hydroponie ou pour le lagunage des piscines biologiques. Ce type de roche assure un bon drainage au niveau racinaire. Les bords coupants de la pouzzolane favorisent le développement des radicelles. [6]

1.5 Avantages des ajouts minéraux

La recherche d'un liant moins coûteux en utilisant des déchets industriels et des ressources naturelles est devenue une préoccupation majeure pour palier au déficit dans la fabrication du ciment portland. Les ajouts permettent soit d'améliorer les caractéristiques du béton ou de lui conférer des propriétés spécifiques. Les ajouts sont souvent meilleur marché que le ciment Portland et permettent d'obtenir des avantages économiques écologiques et techniques.

1.5.1 Avantages économiques

Typiquement, le ciment Portland est le composant le plus coûteux d'un mélange de béton, puisqu'il est un matériau à forte intensité d'énergie. La plupart des matériaux susceptibles de remplacer le ciment dans le béton sont des sous-produits, et, à ce titre, demandent relativement moins d'énergie, sinon aucune, et sont beaucoup moins coûteux que le ciment portland. Toutefois, la distance qui sépare la source des ajouts cimentaires et l'utilisateur final et le coût élevé du transport qui en résulte risquent de l'emporter sur leurs avantages économiques potentiels. De même, le manque de stockage abordable est parfois une barrière à leur utilisation dans certains marchés. Bien qu'il soit difficile à prédire, le prix des ajouts cimentaires pourrait se comparer à celui du ciment si la demande en béton ne diminuait pas, dans ce monde que menace le CO₂. Et c'est bien le gaz carbonique qui pourrait finalement décider de la valeur de ces denrées.

1.5.2 Avantages écologiques

La production d'une tonne de ciment Portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique. De ce fait, le remplacement du ciment Portland par les ajouts cimentaires réduit d'autant les émissions de CO₂. En général, l'utilisation de cendres volantes et de fumées de silice comme ajouts cimentaires ne demande pas un traitement à forte intensité d'énergie. Le laitier, par contre, doit être granulé et sa granulation provoque l'émission d'environ 0,07 tonne de CO₂ par tonne de LGHF (laitier granulé de haut fourneau) produit. À cela, il faut ajouter les émissions de CO₂ causées par le transport des matériaux jusqu'au chantier de construction. Les études montrent que le transport (par camion et chemin de fer) d'une tonne d'ajouts cimentaires sur une distance de 1 000 Km libère environ 0,022 tonne de

CO₂. Il convient donc de considérer tous les paramètres avant d'établir les avantages écologiques des ajouts cimentaires sur le ciment.

1.5.3 Avantages techniques

D'abord, l'incorporation de particules très fines dans un mélange de béton permet d'améliorer sa maniabilité et de réduire le besoin en eau à une consistance donnée (sauf pour les matériaux à très grande surface active, comme les fumées de silice). Ensuite, les ajouts cimentaires améliorent généralement la résistance à la compression, l'imperméabilité et la ténacité aux attaques chimiques. Enfin, parce qu'ils permettent une moindre chaleur d'hydratation des ciments composés améliorent la résistance à la fissuration en climat chaud.

1.6 Action des additions minérales

Les additions minérales engendrent des modifications significatives sur les propriétés des matériaux cimentaires à l'état frais et durci, par leur finesse et par leur réactivité plus ou moins importante en présence du ciment. Cependant plusieurs études récentes, s'accordent pour distinguer trois principaux effets des additions dans un matériau cimentaire.

- Un effet granulaire résultant des modifications apportées par l'addition sur la structure granulaire du matériau en présence d'eau et éventuellement d'adjuvant et qui agit sur les propriétés rhéologiques et la compacité des matériaux cimentaires à l'état frais.
- Un effet physico-chimique et microstructural engendré par les multiples interactions entre les particules de l'addition et le processus d'hydratation du ciment et qui agit sur l'évolution de l'hydratation du ciment au cours de la prise et du durcissement.
- un effet purement chimique propre à certaines additions en milieu cimentaire (essentiellement présent dans le cas des additions du type II selon la norme EN 206-1[3]), qui agit au cours de l'hydratation du ciment et qui interagit fortement avec l'effet physicochimique et microstructural.

1.6.1 Effet granulaire

L'effet granulaire englobent toutes les modifications induites par la présence de particules fines ou ultrafines au sein du squelette solide du mélange cimentaire, ces modifications résultent de la capacité d'empilement des particules de l'addition avec les autres grains solides du mélange et, d'autre part, de l'intensité des frictions entre les particules de l'addition et les autres grains solides du mélange. Ainsi, l'effet granulaire agit dès le malaxage sur toutes les étapes de la mise en œuvre des matériaux cimentaires avec additions (le transport, la mise en place et le serrage)

et influe sur la densité du squelette granulaire ainsi que sur la capacité d'écoulement et la stabilité des mélanges frais.

Lorsque les particules des additions modifient peu les frictions inter granulaires dans les mélanges cimentaires, l'effet granulaire peut avoir des conséquences favorables dans la mesure où les particules des additions parviennent à remplir les porosités du squelette granulaire (ciment et granulat), et à libérer l'eau habituellement contenue dans les espaces inter granulaires. Cet arrangement favorable optimisé conduit, soit à l'amélioration de la consistance du mélange frais du moment que la quantité d'eau reste constante [7], soit à la réduction de la quantité d'eau nécessaire pour obtenir une consistance donnée [8]. Dans l'hypothèse où la quantité d'eau est diminuée, la compacité du mélange et ses performances mécaniques sont améliorées.

Plusieurs études [8, 9, 10, 11, 12] montrent en effet l'existence d'une optimisation des propriétés du squelette granulaire par l'incorporation d'additions minérales de nature et de quantité choisies.

En revanche, lorsque les particules des additions modifient considérablement les frictions inter granulaires dans les mélanges cimentaires ou ne parviennent pas à remplir les pores du squelette granulaire, l'effet granulaire peut avoir des conséquences défavorables. Kara-Ali [10] a montré que dans le cas des additions dont les particules sont de forme irrégulière, la compacité du squelette granulaire diminue au fur et à mesure de l'introduction des additions. Il a aussi démontré que l'introduction de grandes quantités d'additions dans des pâtes cimentaires à consistance normalisée engendre un besoin en eau significativement plus élevé que celui attendu sur la base du besoin en eau propre du ciment et de l'addition. Le maximum du besoin en eau est atteint aux environs de 85-95% de substitution du ciment quelle que soit l'addition minérale concernée. Par l'analyse de ces différents résultats, on constate que l'effet granulaire des additions, qu'il soit favorable ou défavorable, influe sur le serrage des particules dans le squelette granulaire et, par voie de conséquence, influe sur le processus d'hydratation du ciment ainsi que sur le développement et l'intensité des effets physico-chimique, microstructural et chimique des additions minérales.

1.6.2 Effet physico-chimique et microstructural

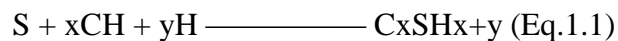
L'effet physico-chimique et microstructural concerne les modifications induites par la présence des particules d'additions minérales sur le processus d'hydratation du ciment et sur la structuration des produits hydratés. Il n'est plus à démontrer [13, 14, 15,10], que les additions

jouent le rôle de sites de nucléation préférentiels au cours des réactions d'hydratation du ciment, permettant une meilleure répartition des produits hydratés et conduisant ainsi à une structuration plus efficace de la matrice cimentaire.

Pour les additions calcaires, par exemple, il semble que la présence de carbonate de calcium (CaCO_3) favoriserait l'hydratation du C_3S dès les premiers instants et ceci d'autant plus que les particules sont fines et que la quantité de CaCO_3 est grande (jusqu'à 15 à 20%) [16, 17]. Quant aux additions siliceuses, les particules de quartz, par exemple, pourraient constituer des sites préférentiels de nucléation en particulier pour la cristallisation des cristaux de portlandite [18]. Ainsi la présence de l'addition provoque une accélération des réactions d'hydratation du ciment, ceci d'autant plus que les particules sont fines [16]. Toutefois, cet effet tend à devenir négligeable après 28 jours. Il en résulte que l'effet physico-chimique et microstructural des additions minérales agit essentiellement sur l'évolution des résistances mécaniques aux jeunes âges et sur les propriétés physiques et microstructurales des matériaux cimentaires durcis.

1.6.3 Effet chimique

L'effet chimique concerne la capacité des additions, caractérisées par des propriétés pouzzolaniques et/ou hydrauliques, à réagir avec l'eau et les constituants anhydres ou hydratés du ciment pour former de nouvelles phases minérales qui contribuent à la résistance mécanique au même titre que les produits hydratés du ciment. Cet effet bénéfique est fonction de nombreux paramètres et peut se manifester à différents âges en fonction de la composition chimique ou minéralogique de l'addition, de sa surface spécifique et du type de ciment. La réaction pouzzolanique concerne principalement les fumées de silice, les cendres volantes siliceuses (classe F), les pouzzolanes naturelles ou les schistes calcinés. La silice amorphe présente dans ces différentes additions réagit, en présence d'eau, avec la portlandite formée durant l'hydratation du ciment pour former des silicates de calcium hydratés C-S-H suivant la réaction suivante:



En pratique $x = 1,15$ selon Waller 1999 [19].

Il faut noter que les particules les plus fines du quartz (considéré à priori comme inerte en milieu cimentaire) dont le diamètre est inférieur à $5 \mu\text{m}$ peuvent également présenter une activité pouzzolanique similaire. Par ailleurs, pour les additions calcaires, la calcite (CaCO_3) réagit avec les aluminates du ciment (C_3A , C_4AH_{13}) en présence d'eau pour former un mono-

carboaluminate de calcium hydraté du type C_3A . $CaOH_3.11H_2O$, cristallisant en fines plaquettes hexagonales [9].

L'activité hydraulique concerne plus particulièrement les laitiers de haut fourneau et les cendres volantes calciques (classe C) qui, en raison du caractère basique du milieu cimentaire, peuvent produire des CSH dont le rapport C / S diffère de celui des CSH issus de la réaction pouzzolanique. Toutefois, certaines additions peuvent présenter un effet chimique défavorable. En effet, il est rapporté que certaines cendres volantes peuvent avoir un effet retardateur de l'ordre d'une ou plusieurs heures sur la prise du ciment, probablement en raison de la libération de sulfates (SO_4) présents à la surface des particules de cendres volantes. Ainsi, seul le début de prise est décalé, l'intervalle de temps entre la prise et le durcissement restant inchangé. Ce retard peut être avantageux dans le cas d'un bétonnage par temps chaud; dans le cas contraire il peut être nécessaire d'utiliser un accélérateur de prise [15]. Il en résulte que l'effet chimique, lorsqu'il est favorable, est complémentaire à l'effet physicochimique et microstructural. Son action sur les propriétés du matériau durci se mesure par la modification du volume et de la nature des produits hydratés formés. Néanmoins, leur forte synergie empêche toute distinction claire entre ces deux effets. Pour cette raison, ces deux effets peuvent être associés dans une notion unique plus large qui est celle de la contribution des additions minérales à l'activité liante du ciment.

1.7 Importance des additions dans l'industrie cimentière

Dans le domaine des travaux publics et du bâtiment, le ciment Portland artificiel sans ajout ne répond plus à lui seul à toutes les exigences (mécaniques, durabilité, coût, ...). De plus, dans une même cimenterie et pour répondre aux différentes demandes commerciales, on a tendance à ne plus fabriquer qu'un seul clinker et à le broyer plus ou moins finement avec des additions minérales de provenances diverses pour fabriquer des ciments composés (CEM II).

Si l'on se fie aux recueils de normes produits, d'après Von Euw [20], de nombreux pays autorisent ce type d'addition : 35 pays prévoient l'utilisation des ciments au laitier, 14 pays celle des ciments aux cendres, 31 pays celle des ciments à la pouzzolane et 15 pays celle des ciments aux fillers calcaires.

Alors qu'en France l'utilisation de filler dans le ciment n'a débuté qu'en 1979, date à laquelle la normalisation française a autorisé leur fabrication et leur commercialisation [NF P15-300 et NF P15-301], en Algérie le développement de ciment utilisant des fillers calcaires n'a commencé qu'à partir de 1990.

1.8 Fonction des additions

Pour présenter les différentes fonctions des additions, il convient de distinguer leurs différents modes d'incorporation.

1.8.1 Additions mélangées avec le clinker en cimenterie

L'addition a pour but de proposer à la clientèle plusieurs types de ciments à partir d'un même clinker qui appartiennent soit à une classe de résistance mécanique inférieure ou égale, soit à énergétique et environnemental (moins de clinker = moins d'énergie et de CO₂).

Les ciments ainsi produits sont :

- Les ciments de haut fourneau, notés CEM III A ou B (ex CHF). NF P 18-506
- Les ciments aux laitiers et aux cendres, notés CEM V (ex CLC). NF EN 450
- Les ciments au laitier, notés CEM III/C (ex CLK) dont la chaleur d'hydratation est faible et dont les ajouts ont des propriétés pouzzolaniques qui confèrent au matériau final une durabilité intéressante. Ils sont utilisés dans les milieux agressifs comme les constructions en bord de mer ou en milieu sulfaté.
- Les ciments composés, notés CEM II (ex CPJ), est étudié dans plusieurs recherches à titre de comparaison. Ce dernier type de ciment est avant tout d'intérêt économique et écologique ; il permet l'utilisation de cendres volantes et de laitiers, qui sont des sous-produits industriels, mais peut contenir aussi des fillers naturels (calcaires, pouzzolanes). Ce ciment est obtenu dans les cimenteries soit par mélange du clinker, du gypse et de l'addition après broyage du clinker soit par co-broyage. Les fillers calcaires entrent couramment dans la composition des CEM II avec des teneurs de substitution qui n'excèdent pas 30% en poids même si la teneur maximale autorisée est de 35%. Ainsi, à partir d'un CEM I 52.5, on réalise un CEM II/A 52.5 par substitution de 10% environ de ciment par du filler et un CEM II/B 32.5 par substitution de 27 à 30% de ciment par du filler.

1.8.2 Additions introduites directement dans les bétons

Dans le cas où seule la résistance à 28 jours est recherchée « bétons de marque » et dans les bétons où d'autres caractéristiques sont exigées « bétons à la norme » (dosage minimum en liant, rapport E/C maximum,...), les additions remplacent une partie du ciment. Alors que dans les bétons spéciaux (bétons à hautes performances, bétons autoplaçant, ...), les additions sont utilisées pour augmenter les résistances mécaniques ou rhéologiques, sans changer le dosage en ciment. Dans le cas de bétons spéciaux, De Larrard [21] a montré que certaines additions

sont indispensables pour la confection de ces bétons. En effet, ces additions contribuent à la diminution de la porosité du matériau durci et donc à l'amélioration de ses résistances et de sa durabilité. D'autre part, l'ensemble de ces additions (laitiers, cendres, fumée de silice, pouzzolanes, calcaires) participent aux réactions d'hydratation. Elles agissent comme correcteur granulaires et améliorent la cohésion inter granulaire.

Ces deux fonctions du filler diminuent la porosité du matériau durci et donc améliorent ses résistances et sa durabilité.

a. Correction granulaire

Les fumées de silice et les fines calcaires sont ajoutées à la composition du béton pour rendre l'empilement granulaire le plus compact dans les bétons à hautes performances.

b. Amélioration de la cohésion inter granulaire

Les fillers calcaires et les fumées de silice améliorent la cohésion des bétons autoplaçants.

Comme de plus ces bétons sont souvent adjuvantés, le couple addition-adjuvant organique modifie la rhéologie du béton frais dans le sens d'une amélioration de sa maniabilité.

Ces deux fonctions du filler diminuent la porosité du matériau durci et donc améliorent ses résistances et sa durabilité.

1.9 Notion de liant équivalent

Pour chacune des additions minérales, un coefficient de prise en compte k (valeurs fonction de l'activité de l'addition) doit être défini. C'est ainsi que la notion de « liant équivalent » est apparue.

Le liant équivalent, constitué de ciment CEM I et d'une addition normalisée, est défini par :

$$L = C + k \cdot A \text{ (Eq.1.2)}$$

Avec :

C : quantité de ciment CEM I (en kg/m³) ;

A : quantité d'addition prise en compte (en kg/m³) ;

k : coefficient de prise en compte.

Cette nouvelle approche est assez régulièrement adoptée pour les bétons conformes à la norme (dans ce cas, le producteur de béton applique le coefficient forfaitaire et limite sa substitution conformément à la norme) et pour les bétons de marque (le producteur optimise sa substitution en fonction du coût et de la seule résistance mécanique à 28 jours).

1.10 Définition des ajouts chimiques

On appelle adjuvant, tout ingrédient autre que le ciment, les granulats et l'eau, que l'on ajoute au mélange.

Ce sont le plus souvent des polymères de synthèse au poids moléculaire assez élevé (20000 - 30000).

Les adjuvants de béton sont des produits chimiques solubles dans l'eau qui modifient principalement :

- les solubilités
- les vitesses de dissolution
- l'hydratation des divers constituants d'un liant hydraulique

1.10.1. Intérêt des adjuvants

La raison de l'utilisation croissante des adjuvants est qu'elle confère physiquement et économiquement au béton des avantages considérables. Ces avantages comprennent, entre autres, l'utilisation de béton dans des conditions qui présentaient auparavant des difficultés considérables, voir insurmontables. Ils permettent l'utilisation d'une grande gamme de matériau dans le béton.

Même s'ils ne sont pas toujours bon marché, les adjuvants ne représentent pas nécessairement des dépenses supplémentaires, car leur utilisation peut engendrer des économies, par exemple sur les coûts du serrage et du dosage en ciment ou encore en augmentant la durabilité des bétons sans dispositions supplémentaires ultérieures.

Les adjuvants fournissent au formulateur de béton une gamme étendue, variée et nuancée de possibilités pour faciliter la mise en œuvre des bétons, adapter leur formulation au temps froid et au temps chaud, réduire les coûts de mise en œuvre, améliorer les propriétés du béton durci.

1.10.2. Classification des adjuvants

Les adjuvants sont utilisés depuis très longtemps mais leur développement réel et la multiplication de leur utilisation n'ont commencé que depuis 1960 [22]. Leur qualité et leur constance s'améliorent sans cesse.

Les adjuvants peuvent être organiques ou inorganiques selon leur composition chimique, mais leur caractère chimique, distinct de celui des autres minéraux utilisés dans la fabrication du béton, est essentiel.

Les adjuvants peuvent être classés selon leur fonction, on distingue :

a. Les entraîneurs d'air : permettent d'entraîner des bulles d'air calibrées, réparties de manière homogène dans le béton et de façon durable. Leurs effets sur le béton sont : les bulles stabilisent les grains (correcteur granulaire), amélioration de la cohésion et de l'ouvrabilité (effet de réduction d'eau) et amélioration de l'aspect au décoffrage.

b. Hydrofuges : agissent par précipitation dans les pores des bétons (réaction avec la chaux libre naturellement issue de l'hydratation du ciment) ce qui forme des bouchons qui bloquent la pénétration des liquides dans le béton.

c. Les retardateurs de prise : permettent de ralentir les réactions de dissolution et le développement des hydrates. Leurs effets sur le béton sont : décale le temps de prise, diminue les résistances initiales et améliore les longues ouvrabilités.

d. Les accélérateurs de prise : permettent d'accélérer les réactions de dissolution et le développement des hydrates, donc la cinétique de prise. Leurs effets sur le béton sont : accélération de la prise, augmentation des résistances à court terme et augmentation de la chaleur d'hydratation.

e. Les super plastifiants,

f. Les adjuvants divers (ceux qui améliorent la viscosité, l'adhérence, etc.).

D'une manière générale, les adjuvants les plus utilisés dans la fabrication des nouveaux bétons et mortiers (bétons et mortiers avec additions) sont les super plastifiants qui sont présentées dans les pages qui suivent :

1.10.2.1. Les superplastifiants

L'industrie du béton utilise de plus en plus des dispersants puissants connus sous le nom de superplastifiant. Les superplastifiants sont des produits chimiques qui ajoutés au béton et au mortier permettent de réduire sa teneur en eau jusqu'à 30% [22] (c'est un super réducteur d'eau), C'est-à-dire trois ou quatre fois plus qu'un réducteur d'eau normal.

Les avantages principaux de l'utilisation des superplastifiants sont :

- La production de béton de haute ouvrabilité sans réduire la teneur en ciment et la valeur de la résistance.
- La production d'un béton contenant moins de ciment, mais ayant une résistance et une ouvrabilité normale.

Grâce à cette découverte, il est maintenant possible de fabriquer des bétons fluides qui contiennent seulement la quantité d'eau nécessaire pour hydrater les grains de ciment.

On évite ainsi l'eau qui ne participe jamais à l'hydratation du ciment et qui affaiblit la structure durcie du béton et augmente sa porosité.

a. Mécanisme d'action

Sur la (figure 1.1.a) on constate une agglomération des particules de ciment dans une suspension d'eau. Ces particules portent à leurs surfaces des charges positives et négatives.

L'addition d'un superplastifiant (figure 1.1.b) cause la dispersion des particules qui s'éloignent les unes des autres. On pense que les superplastifiants sont adsorbés par les particules de ciment causant leur répulsion électrostatique.

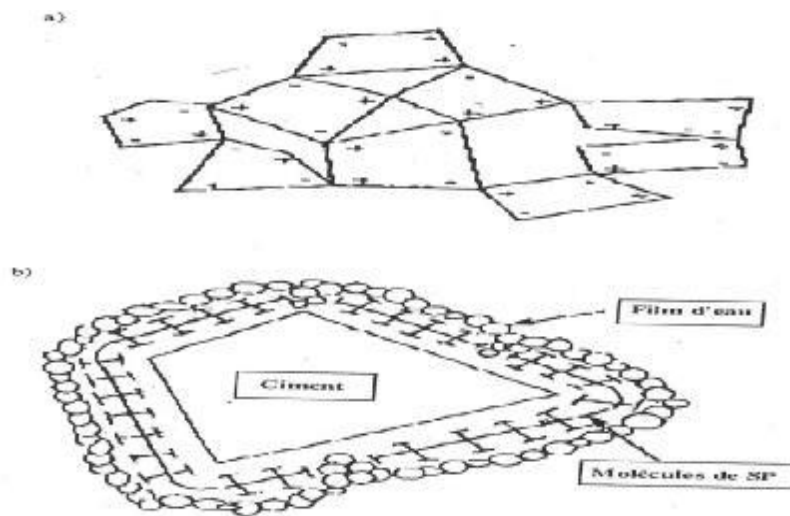


Figure 1.1 : a. Action des molécules de SP
b. Action des molécules de SP

En effet, les superplastifiants sont des surfactants qui agissent par adsorption à l'interface solide-eau. La façon dont ces moléculaires s'adsorbent est différente de celle des agents entraîneurs d'air, ceci est dû au fait que la chaîne de carbone contient plusieurs groupes polaires. L'adsorption se fait à travers la chaîne polaire de carbone (charges + et -) et non par les groupes chargés négativement de SO_3^- qui sont repoussés vers la solution. De cette manière, les grains de ciment acquièrent une charge négative. Les bulles d'air entraîné (paroi avec charge -) seront repoussées par les particules de ciment. De ce fait, la tendance à la floculation, qui se fait normalement dans la pâte de ciment, est fortement diminuée et les grains de ciment se trouvent dispersés dans l'eau.

L'adsorption se fait d'abord sur les C_3S et les C_2S , tandis que le C_3A n'est pas affecté. La dispersion libère l'eau emprisonné entre les particules de ciment agglomérées, ce qui diminue la viscosité et favorise un gain de fluidité.

b. Facteurs affectant l'action des superplastifiants

La capacité des superplastifiants d'augmenter l'affaissement du béton dépend de plusieurs facteurs :

- le type de superplastifiant : pour obtenir un affaissement de 260 mm à partir d'un affaissement initial de 50 mm, il est nécessaire d'ajouter 0,6 de SMF ou MLS, mais seulement 0,4% de SNF,
- le dosage en superplastifiant : l'augmentation de l'affaissement est proportionnelle au dosage en superplastifiant, mais l'efficacité diminue au-delà d'un certain dosage. De plus la concentration en superplastifiant influence le taux et la vitesse d'hydratation des constituants,
- le rapport E/C : les mesures de la viscosité et de l'affaissement montrent que pour des rapports E/C compris entre 0,4 et 0,65, l'addition d'une certaine quantité de superplastifiant augmente l'affaissement et diminue la viscosité en augmentant le rapport E/C,
- le moment de l'addition : si le superplastifiant est ajouté au début avec l'eau de malaxage, l'affaissement augmente considérablement, mais dans le cas où il est ajouté entre 5 et 50 minutes après le début du malaxage, généralement l'affaissement par rapport au premier cas est moindre,
- le type et la teneur en ciment,
- la température : pour des températures allant de 5 à 30⁰C, il n'y a généralement pas de différence d'affaissement due à l'addition de superplastifiant. Au-delà de 30⁰C, l'efficacité du superplastifiant diminue.

c. Effets sur la rhéologie du béton frais

Les superplastifiants améliorent l'aptitude à la déformation des mortiers et bétons frais. Ils produisent une réduction de la tension superficielle ou inter faciale des liquides, de l'eau en particulier. Ils lubrifient donc les grains de ciment qui se trouvent défloculés et individualisés ; cette dispersion facilite le mouillage et abaisse la viscosité de la pâte.

d. Effets sur la prise

Les superplastifiants contenus dans le béton peuvent ou non affecter de façon significative la prise initiale et la prise finale. Le type et la quantité de superplastifiant déterminent si le temps de prise sera retardé, accéléré ou non affecté.

Les superplastifiants peuvent contenir des additifs chimiques qui peuvent modifier les caractéristiques de prises initiale et finale, c'est pourquoi il est recommandé qu'un examen préliminaire du superplastifiant soit fait en s'intéressant à l'effet retard avant son utilisation courante.

e. Effet entraîneur d'air

Durant le malaxage d'un béton sans air entraîné avec un superplastifiant, de l'air peut être entraîné à cause de la faible viscosité et à l'état de dispersion du béton.

Pour les bétons à air entraîné, les superplastifiants affectent le pourcentage d'air : pour les faibles dosages en superplastifiant, il n'y a pas de grandes variations de la teneur en air, mais si le dosage est fort, la teneur en air peut diminuer ou augmenter selon qu'on utilise un superplastifiant de type SMF, SNF ou de type MLS.

f. Effets sur le béton durci

Des études faites avec des bétons contenant des superplastifiants de type SMF et SNF ont montré que ces bétons présentent généralement des résistances aux compressions supérieures à celles des bétons témoins, surtout avec le type SMF.

L'accroissement de la résistance peut être dû au bon malaxage et à la meilleure compaction du mortier en présence d'un superplastifiant. Les études ont montré aussi qu'au dessus de certains dosages, il n'y a plus d'amélioration de la résistance à la compression.

Quant à la durabilité (gel-dégel, attaque chimiques, écaillage, etc.) les résultats montrent une amélioration de la résistance à la pénétration des ions chlorures (réduction de la porosité et discontinuité des pores), une réduction de la résistance au gel-dégel pour les bétons sans air entraîné (diminution des bulles d'air et augmentation du facteur d'espacement) et une réduction de la résistance aux réactions alcalis-granulats (changement de la viscosité et de la tension de surface du gel silico-alcalin).

1.11 Etat des connaissances sur l'utilisation des additions de poudre de verre, métakaolin et de brique dans la matrice cimentaire (Additions de notre recherche)

1.11.1 le verre

Le verre – une vaste source de déchet industriel, devient un thème de recherche dans le béton et le mortier pour quatre raisons principales [23] :

1. Etant un matériau artificiel, la composition chimique du verre est stable et bien définie. Cela permet de prévenir les réactions chimiques inattendues et de modifier ou de traiter le verre si nécessaire. L'aspect chimique est donc bien maîtrisé.
2. L'absorption d'eau dans le verre est négligeable voire nulle. C'est un avantage pour la formulation du béton car les autres matériaux naturels comme le gravier ou le sable absorbent plus ou moins une quantité d'eau initiale dépendante de leur nature et leur origine. Grâce à cette propriété du verre, la maniabilité du béton ou le rapport entre eau et liant pourrait être amélioré

sans besoin d'ajouter des plastifiants. Cet avantage favorise les propriétés rhéologiques du béton frais.

3. Un autre atout du verre est sa résistance abrasive et sa dureté par rapport à celle des granulats naturels. En plus la résistance en compression du verre concassée est bien mentionnée. De ce côté, nous pouvons considérer la nature mécanique du verre concassée comme bien adapté pour l'utilisation comme granulats dans le béton.

4. Enfin, l'intérêt le plus important est de profiter de la source de verre recyclé qui augmente de millions de tonnes chaque année dans le monde entier (41 milliards d'objets de verre en moyenne chaque année aux Etats-Unis). Etant un matériau très durable et recyclable à 100% et à l'infini, il est nécessaire de profiter de cette ressource par rapport à l'environnement.

Grâce à ces avantages, l'utilisation du verre dans la fabrication du béton et mortier devient un sujet intéressant dans plusieurs pays. Au cours des années, de nombreux progrès ont été apportés à ce sujet.

Donc : L'utilisation du verre comme ajout cimentaire dans le béton ou le mortier peut être un moyen très intéressant dans l'industrie du ciment du fait que le verre est un matériau amorphe avec une composition chimique proche des autres ajouts connus (Fumée de silice, laitier, cendre volante), (figure 1.2).

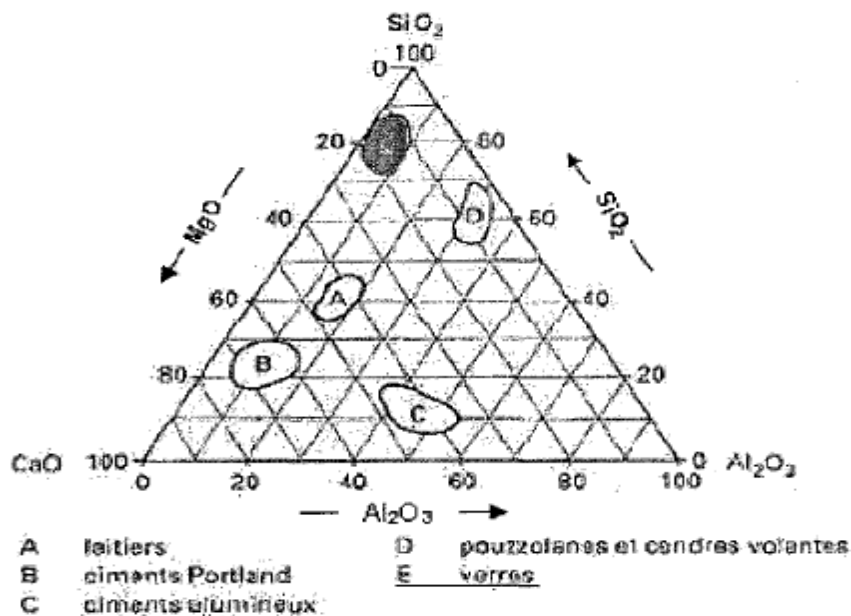


Figure 1.2: Position du verre dans le système CaO-SiO₂-Al₂O₃

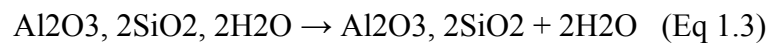
1.11.2 Le métakaolin

Le métakaolin est une pouzzolane de synthèse, issue du traitement de la kaolinite, argile assez courante sur la surface du globe. Le métakaolin appartient à la famille des ultrafines, particules minérales de dimension inférieure à 10 µm, utilisées dans les bétons et les mortiers pour améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité.

Le métakaolin (MK) est obtenu par la calcination de la kaolinite à une température entre 500°C et 800°C. Industriellement il existe essentiellement deux modes de calcination, une calcination lente (cinq heures environ dans des unités de production) [25] et une calcination flash (très rapide en comparaison avec la calcination lente) [26-27] et [28].

À une température élevée, la kaolinite perd son eau par des hydroxylation selon l'équation suivante (Équation 1.3):

Kaolinite → Métakaolin + eau



(En notation cimentière)

L'incorporation du métakaolin dans la fabrication des bétons, permet de transformer la chaux en hydrates stables, d'homogénéiser les teintes, de réduire les efflorescences, d'améliorer la compacité, et d'éclaircir les parements.

Le métakaolin est considéré comme une matière pouzzolanique en raison de sa surface spécifique élevée et de la silice amorphe qui entre dans la composition de cet aluminosilicate [29]. Le métakaolin occupe une position (D) proche de la silice dans le diagramme CaO - SiO₂ - Al₂O₃ (figure 1.2).

Elle permet d'augmenter la résistance ainsi que la durabilité des matrices cimentaires, due à la réduction de la taille des pores et la fermeture de la connectivité de ces pores, ainsi qu'une perméabilité plus faible que celle des bétons avec fumée de silice ou cendres volantes [30].

1.11.3 La brique

Le remplacement des matières naturelles par les déchets industriels ou de démolition a permis à la fois la réduction des stocks grandissants des matières rejetées par l'industrie, les chantiers de réparation et de rénovation ainsi l'élaboration d'autres matériaux moins coûteux et pourquoi pas plus résistants.

La fabrication des briques génère une quantité non négligeable de briques de mauvaise qualité (1 à 3%) qui est rejetée, la démolition des anciens bâtiments et les catastrophes naturelles comme les séismes génèrent aussi des quantités immenses des déchets de briques, qui restent sans utilisation.

Le recours aux granulats recyclés, déchets de démolition (brique concassée) et les déchets industriels (laitier granulé ou cristallisé), permet de formuler des bétons moins coûteux et présentant des propriétés améliorées [31, 32].

Les granulats de briques concassées issus de produits de démolition ou de construction présentent un intérêt particulier, ils sont largement utilisés en Inde et au Bangladesh pour la confection des bétons, les performances de ces derniers sont satisfaisants : la résistance en traction est plus élevée de 11% par rapport à celle d'un béton ordinaire (à base de granulats naturels), la résistance à la compression est comparable à celle de ce dernier. Par contre le module d'élasticité présente une diminution de 30% ; le retrait de dessiccation quant à lui, est moins élevé [33, 34, 35]. La substitution des granulats naturels par les déchets de briques concassées permet de réduire la densité du béton en fonction de la porosité des briques ; pour les densités basses la résistance est affectée par contre elle est améliorée dans le cas des densités élevées, en comparaison avec un béton ordinaire [36].

Les bétons à base de granulats de briques concassées s'avèrent beaucoup plus perméables que les bétons ordinaires. La forte porosité ouverte et l'absorption d'eau élevée des granulats de briques (surtout pour le sable) entraînent des rapports E/C importants, ce qui représente une menace pour la durabilité [37].

1.12 Conclusion

L'étude bibliographique montre la spécificité de l'incorporation des additions dans les matrices cimentaires de manière générale.

Les données bibliographiques spécifiques concernant le rôle des additions sur les propriétés physiques et ainsi sur les paramètres de durabilité.

Cette synthèse bibliographique a montré que de nombreux produits fins peuvent être utilisés dans le béton et mortier pour améliorer certaines de ces propriétés ou pour lui conférer des propriétés nouvelles. En effet, l'action des additions minérales peut être distinguée suivant trois effets principaux : un effet granulaire, un effet physico-chimique et microstructural et un effet chimique.

D'après notre revue de littérature, il n'est pas aisé de dégager des règles générales d'emplois de combinaison de ciments, additions et d'adjuvants dans les mortiers ou bétons.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre recherche qui a pour objectif d'établir une base de données expérimentale d'utilisations de différentes composantes sous différents modes de conservation et des paramètres de composition pouvant être exploités et complétés visant certaines propriétés des matériaux élaborés.

Partie 2.

Valorisation d'un Matériau Local En Algérie le Kaolin De Djebel Debbagh –Guelma-

1.1 INTRODUCTION	46
1.2 DEFINITION DE KAOLIN.....	46
1.3 SITUATION GEOGRAPHIQUE DE KAOLIN DE DJEBEL DEBBAGH (DD3).....	47
1.3.1 Le gisement.....	48
1.3.2 Traitement du minerai.....	48
1.3.3 DD3 - Kaolin pour industries céramique, vaisselle et autres.....	49
1.4 STRUCTURE.....	49
1.5 MORPHOLOGIE.....	50
1.6 COMPOSITIONS CHIMIQUE ET MINERALOGIQUE.....	51

1.7 TRANSFORMATIONS THERMIQUES DE LA KAOLINITE.....	51
1.8 PRINCIPAUX USAGES INDUSTRIELS DU KAOLIN.....	53
1.8.1. Céramiques.....	54
1.8.2. Dans les émaux.....	55
1.8.3. Réfractaires.....	55
1.8.4. Matériaux de construction.....	56
1.8.5. Papier.....	56
1.8.6. Les applications médicales et cosmétiques.....	56
1.8.6.1. Utilisations modernes pharmaceutiques.....	56
1.8.6.2. Produits de beauté.....	56
1.8.7. Charges.....	57
1.8.7.1. Papiers.....	57
1.8.7.2. Peintures.....	57
1.8.7.3. Caoutchoucs.....	57
1.8.7.4. Polymères.....	58
1.9 MODE D'OBTENTION DE LA POUSSIÈRE DE KAOLIN.....	58
1.10 CONCLUSION.....	64

1.1 Introduction

Les matières premières argileuses étant un mélange complexe de minéraux, la détermination de la nature, de la composition et de l'état cristallin de chacune d'entre elles est un préalable à toute étude approfondie de son comportement.

La situation géographique, la structure, la morphologie et les caractéristiques chimiques et minéralogiques du kaolin de Djebel Debbagh vont être définies dans ce chapitre.

La matière première étudiée est le dérivé du kaolin de Djebel Debbagh de Guelma produit par la société de SOALKA-SPA, cette dernière est composée :

- D'une unité de triage.
- D'un Gisement de kaolin de plus 200 000 tonnes de réserves.

1.2 Définition de Kaolin

Le terme kaolin a été utilisé, pour longtemps, pour désigner l'argile chinoise extraite du village «Kao ling» [38]. Actuellement, le terme kaolin désigne les minéraux ayant une composition en kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) supérieure à 50% [38]. Ils peuvent être différents selon les conditions géologiques de leur formation, leurs compositions minéralogiques moyennes et leurs propriétés physiques et chimiques [39]. Selon Murray et Keller [39], il existe une multitude de kaolins, ce qui nécessite leur caractérisation convenable pour déterminer de façon rationnelle l'utilisation appropriée de chacun d'eux [39]. Les gisements les plus importants et exploités dans le monde sont en Angleterre, en Géorgie, en Caroline (Etats-Unis) et en Amazonie (Brésil) [39].

Le kaolin est largement utilisé dans la fabrication des ustensiles en porcelaine, des isolants électriques, des sanitaires et des matériaux réfractaires [40- 41]. L'usage du kaolin dans l'industrie des réfractaires provient du fait qu'il présente l'avantage d'être très peu onéreux et disponible en gisements facilement exploitables [42-43] .

Le kaolin calciné est utilisé dans la formulation de ces matériaux pour réduire le rétrécissement et augmenter la réfractarité [39]. Le kaolin est souvent blanchâtre. La présence d'impuretés, particulièrement à base de fer ou de titane, donne au kaolin une certaine coloration. Généralement, le kaolin naturel brut contient d'autres impuretés telles que le quartz, feldspath... [44-45].

Le kaolin présente une grande surface spécifique (comprise entre 10 et 100 m^2/g) et une masse volumique d'environ 2,6 g/cm^3 [44].

La kaolinite est un phyllo silicate de type 1:1 dioctaédrique qui est constitué d'un empilement régulier de feuillet composés d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse.

En tous les Kaolins comprennent quatre variétés cristallographiques: la kaolinite idéale, la nacrite, la dickite et le métahalloysite [46].

1.3 Situation géographique de Kaolin de Djebel Debbagh (DD3)

Le gisement de kaolinite de Djebel Debbagh se situe au NE de l'Algérie. Il consiste en un remplissage de cavités karstiques par des argiles à dominante kaoliniques contenant de l'halloysite.

La région de Djebel Debbagh est une unité tertiaire formant un anticlinal au sommet duquel se trouvent de nombreux karsts contenant des argiles. La formation des karsts et leur comblement

par des argiles sont respectivement datés du paléocène et de l'éocène continental qui a suivi les mouvements orogéniques alpins (Figure 1.3).

Les argiles proviendraient de dépôts argileux détritiques sénoniens (début Eocène) proches. Il n'y a pas de structure sédimentaire visible dans le dépôt. Ces kaolins contiennent localement des oxydes de fer et de manganèse qui le colorent en grisou noir. La transformation en halloysite est locale et n'affecte pas toutes les poches karstiques.

L'étude de Renac et al [47] montre que la transformation kaolinite-halloysite s'est faite à basse température, par des apports d'eaux météoriques riches en embruns. Il s'agit donc d'un kaolin secondaire altéré.

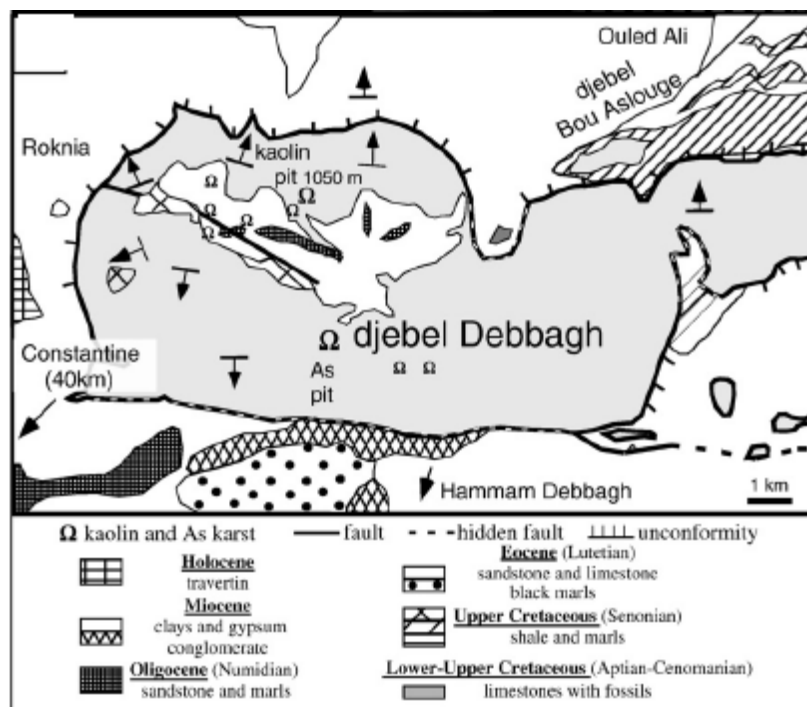


Figure 1.3 Position du gisement dans l'anticlinal.

1.3.1 Le gisement

Le Gisement de Djebel Debbagh s'étale sur une superficie de 391 hectares. Il se trouve à 17 Km de Hammam Debbagh, de la ville de Guelma.

Les kaolins de Djebel Debbagh se trouvent dans des poches (karst). Ils sont très riches en alumine 36 à 40 %, mais contiennent un taux élevé en oxyde de manganèse (MnO) qui varie de 0,56 à 3 % et qui donne une couleur grise pour plus de 80% des réserves du gisement en kaolin.

Selon les caractéristiques physiques du minerai, couleur, composition et structure, il existe trois types de minerai :

- Minerai veine ;
- Minerai détritique ;
- Minerai halloysite blanc.

Les gîtes de kaolins se localisent dans les cavités karstiques développées dans les calcaires du crétacé inférieur et l'exploitation du kaolin de Djebel Debbagh se fait en souterrain.

1.3.2 Traitement du minerai

L'unité de Djebel Debbagh ne possède pas d'installation de traitement. La production des kaolins DD1, DD2 et DD3 s'effectue par un triage manuel du tout-venant.

1.3.3 DD3 - Kaolin pour industries céramique, vaisselle et autres

Les kaolins sont des argiles primaires formées par la décomposition du feldspath sur place. On les trouve déposés dans des poches plutôt qu'en vastes couches stratifiées et ils sont relativement exempts d'impuretés minérales comme le fer.

Ils sont composés principalement de kaolinite, de minéraux de mica et de quartz. Leur grain est grossier et ils ne sont pas plastiques en comparaison de la plupart des argiles sédimentaires.

1.4 Structure

La kaolinite présente une structure de type 1:1, avec une équidistance d'environ 7Å et elle est de type dioctaédrique (un site octaédrique sur trois restes vacants).

Les feuillets élémentaires de la kaolinite sont formés de l'empilement d'une couche de tétraèdres de silice et d'une couche d'octaèdres d'hydroxyde d'aluminium (Figure 1.4).

La kaolinite présente un système cristallographique triclinique C1. Les paramètres cristallographiques de la maille d'après l'affinement structural de Bish et Von Dreele [48] sont les suivants :

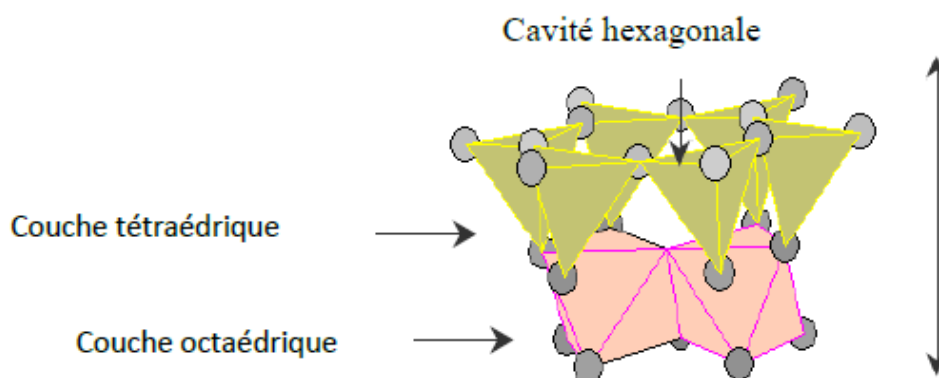


Figure 1.4 : Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite

Dans la kaolinite, l'ensemble des charges est réparti de telle sorte que le feuillet élémentaire est électriquement neutre.

A cause de sa structure finement cristallisée, il est difficile de savoir si les variations de composition sont dues à des substitutions ou à des impuretés, il semble cependant que les substitutions soient très limitées : traces de Fe^{2+} , Mg, Fe^{3+} , Na, K et Ti [48].

1.5 Morphologie

La morphologie des cristaux est généralement assez régulière. Ceux-ci se présentent sous la forme de plaquette hexagonale (figure 1.5.a), parfois allongées ou réduites à de simples losanges, délimités par les faces basales (001) et les faces latérales (110), (110) et (020) (figure 1.5.b).

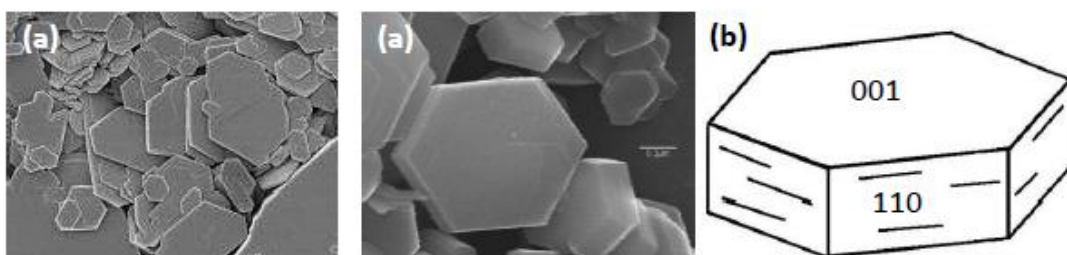


Figure 1.5 : (a) Morphologie d'une kaolinite très bien cristallisée et (b) représentation d'une plaquette de kaolinite.

Un exemple de deux types de kaolins : le premier nommé DD3 et le second DD2. Leurs morphologies ont été observées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Les kaolins de Djebel Debbagh DD3 et DD2 sont des kaolins bruts destinés à l'industrie céramique dans le domaine des réfractaires (DD3) et de la porcelaine (DD2), leurs observations au MEB sont présentées sur la figure 1.6 [49].

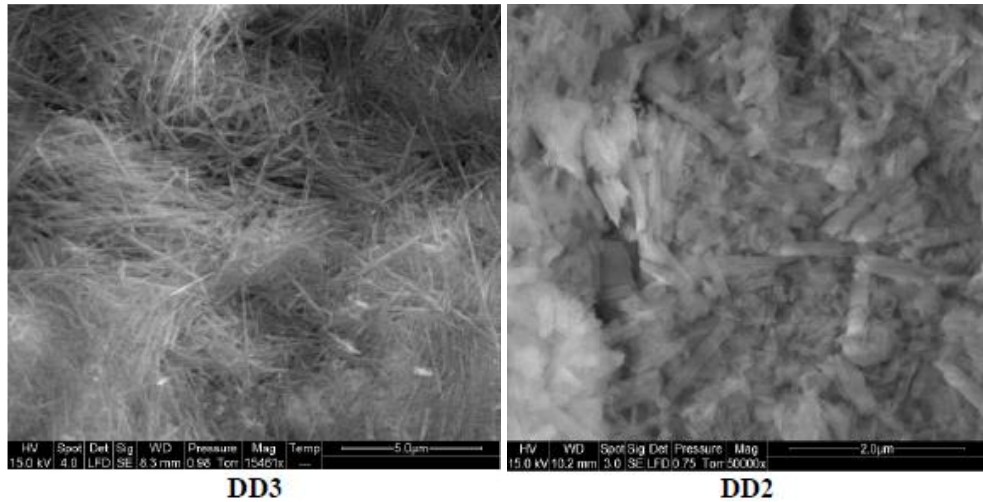


Figure 1.6 : Photos MEB des kaolins DD3 et DD2 de Djebel Debbagh

Les kaolins DD2 et DD3 sont composés simultanément de kaolinite et d’halloysite (sous forme de baguette), le DD3 comprend beaucoup plus d’halloysite [49].

1.6 Compositions chimique et minéralogique

Les ultrafines d’origine naturelle étant issues de roches, les oxydes majoritairement représentés sont les oxydes de calcium, de silicium, d’aluminium et de fer. Les metakaolins contiennent principalement de l’oxyde de silicium (entre 50 et 55 %) et de l’oxyde d’aluminium (entre 40 et 45 %). Des exemples de compositions chimiques de metakaoilins tirés de la littérature sont présentés dans le tableau 1.1 [49].

Tableau 1.1 : exemples de compositions chimiques de métakaolins [50].

Composition	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	Na ₂ O (%)	K ₂ O (%)	TiO ₂ (%)
[Khatib et al, 1996a]	52,1	41,0	4,3					
[Poon et al, 2001]	53,2	43,9	0,4	0,02	0,05	0,2		1,7
[Gruber et al, 2001]	52,1	45,3	0,6	0,05		0,2	0,2	1,6
[Staquet et al, 2004]	55,0	40,0	0,6	< 0,1		1,6		
[Batis et al, 2005]	65,9	22,6	0,9	0,4	0,02			
	47,8	38,2	1,3	0,03	0,04			

1.7 Transformations thermiques de la kaolinite

Les transformations thermiques de la kaolinite ont fait l'objet de plusieurs recherches. Un bon nombre de chercheurs a étudié ces transformations. Ils ont établi les liens entre ces transformations thermiques et les phases minérales résultantes [51-52].

Les moyens d'investigation utilisés sont :

- L'analyse thermique différentielle (ATD), calorimétrie différentielle (DSC), l'analyse dilatométrique, ou l'analyse thermogravimétrique (ATG) - La diffraction aux rayons X (DRX)

Cependant l'analyse thermique s'avère très importante car elle situe les températures des transformations essentielles. Ces dernières sont :

- La déshydratation
- La déshydroxylation
- La recristallisation

Un des moyens les plus utilisés pour détecter les transformations thermiques d'un matériau est l'analyse thermique différentielle (ATD) qui met en évidence tous les phénomènes s'effectuant avec une variation d'énergie (figure 1.7).

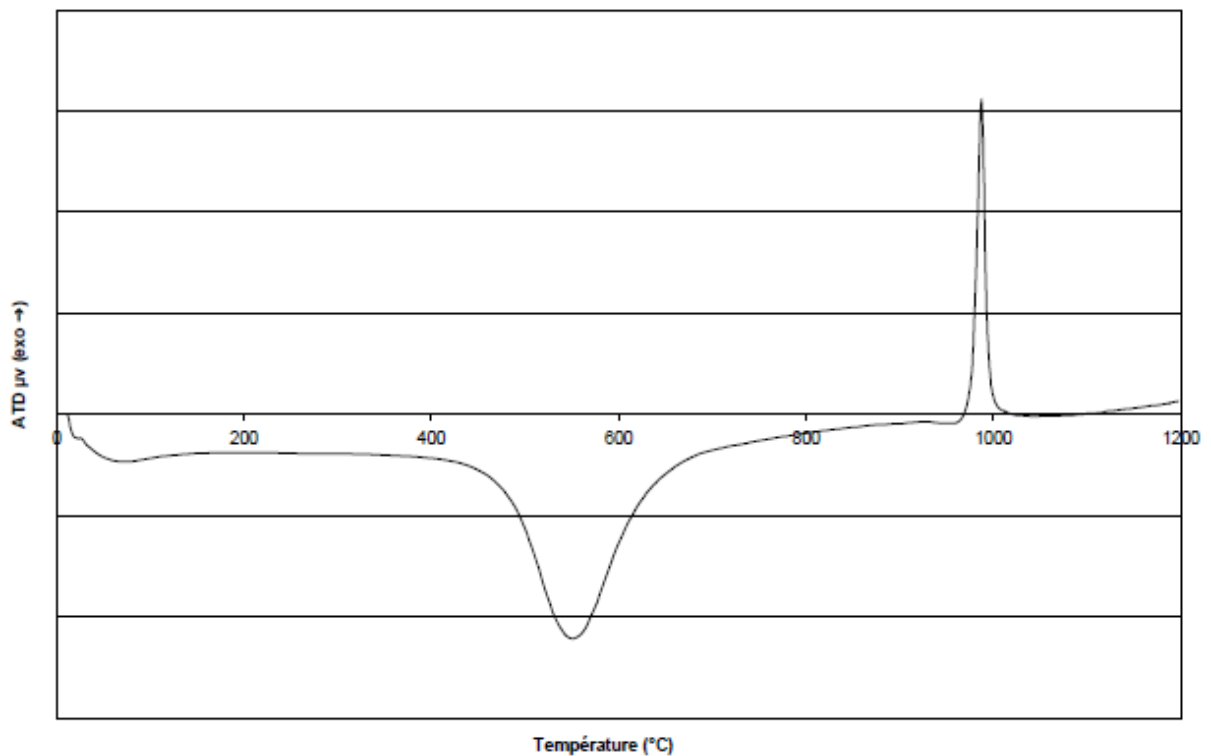


Figure 1.7: la courbe d'ATD d'une kaolinite

La courbe d'ATD d'une kaolinite met en évidence 3 phénomènes :

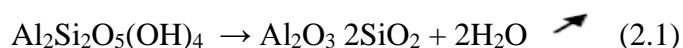
1/ La déshydratation : (pic endothermique de faible amplitude vers 100°C)

Cette étape ne constitue pas une transformation majeure. Il s'agit d'eau physiosorbée dont le départ ne modifie pas la structure cristalline de l'argile.

2/ La déshydroxylation : (pic endothermique de grande amplitude vers 500°C)

Il s'agit de la réaction au cours de laquelle les hydroxyles structuraux sont éliminés de la kaolinite. Il se forme une phase appelée métakaolinite [53], [54], [55]. La température de décomposition dépend de l'origine du matériau, des conditions expérimentales et de la pression partielle de vapeur d'eau. Le maintien d'une pression partielle de vapeur d'eau influe sur la déshydroxylation [56].

La réaction globale de déshydroxylation peut se schématiser ainsi :



Après dissociation du proton, l'anion O^- attaque la liaison hydroxyle la plus proche et forme un pont oxygène. H.V.W. TAYLOR [57].

Cette étape peut constituer le processus limitant de la déshydroxylation. Les premières molécules d'eau s'échappent facilement de la structure cristalline.

Les nouvelles molécules d'eau formées peuvent être piégées dans le réseau cristallin jusqu'à ce que la pression interne soit suffisamment grande pour permettre leur évacuation par éclatement des particules ou en rompant quelques liaisons chimiques.

Les particules subissent une montée en température très rapide et une température très élevée, ce qui conduit à former rapidement une très haute pression de vapeur après formation des premières molécules d'eau, dans la structure cristalline. Il se crée, à l'intérieur de la particule une perturbation structurale énorme ce qui rend la déshydroxylation plus facile. La structure chimique éclate, et les molécules d'eau quittent rapidement le réseau cristallin. [58], [59].

3/ La recristallisation : (pic exothermique vers 1200°C)

La métakaolinite subit un réarrangement structural : elle se transforme en mullite : $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$.

1.8 Principaux usages industriels du kaolin

Dans les diverses utilisations du kaolin, chaque utilisateur se concentre sur certaines propriétés. Les propriétés souhaitées et les niveaux d'exigence varient d'une industrie à une autre ; le comportement rhéologique est très important pour l'industrie de céramique.

Le quartz n'est pas le bienvenu dans le kaolin destiné à l'industrie du papier, tandis que sa présence empêche la déformation de la céramique pendant la cuisson (Rahimi et Matin 1989).

Une bonne connaissance de la relation entre les propriétés et les rôles des composants du kaolin industriel est indispensable pour la commercialisation du produit.

Parce qu'il est chimiquement inerte avec une gamme de pH de 4 à 9, que sa couleur est blanche ou proche au naturel et après cuisson, qu'il a un bon pouvoir couvrant qu'il est doux et non-abrasif, que ses particules sont très fines, qu'il est plastique avec l'eau, réfractaire, qu'il a une faible conductivité thermique et électrique, qu'il est hydrophile et se disperse aisément dans l'eau, que son coût est faible, le kaolin a de très nombreux usages.

Quelques uns sont présentés dans le Tableau 1.2 [49].

Tableau 1.2 Utilisations industrielles du kaolin (bundy 1993 et Murray 1999).

Rôle	Utilisation
Couchage	Couchage de papier, peinture, encre.
Charge	Charge minérale de papier, caoutchouc, plastiques, polymères, adhésifs, textiles, linoléum.
Matière première	Catalyseurs, fibre de verre, ciment, industrie du bâtiment, céramique, plâtre, filtre, émaux, fonderie, production des composés chimiques d'aluminium, production de zéolite.
Diluant, adsorbant ou transporteur	Polissage, engrais, insecticide, détergent, produits pharmaceutiques, produits de beauté, tannerie de cuirs.

1.8.1. Céramiques

Les argiles sont les matériaux les plus consommés et aussi les plus anciens dans l'industrie de la céramique. Les propriétés importantes du kaolin dans l'industrie céramique peuvent être présentées sous deux classes :

1) les propriétés intrinsèques sont la composition minéralogique, la composition chimique et la distribution granulométrique (surface spécifique et CEC). Dans la composition chimique les facteurs suivant méritent d'être mentionnés : éléments traces, soufre, carbone organique, chlore, fluor, et sels solubles. La quantification de la composition minéralogique se fait par le calcul basé sur l'analyse chimique et la connaissance minéralogique qualitative.

2) Le comportement au délitage, le refus sur tamis, la teneur en eau (l'humidité et la perte au feu), comportement à la défloculation, demande en flocculant et la concentration critique, la

courbe de défloculation, le comportement au coulage (test de filtration), la cohésion en cru, la plasticité le comportement au séchage et à la cuisson sont des propriétés technologiques intervenant lors de la mise en forme d'un produit céramique. La densité, porosité, le retrait, le module de rupture, la déformation pyroplastique, la blancheur, la coloration et le comportement dilatométrique sont les paramètres technologiques du comportement à la cuisson d'un produit céramique (Vouillemet1998).

La mesure de tous ces paramètres pour chaque échantillon d'un gisement de kaolin, n'est pas possible. Une bonne connaissance de la relation entre la composition de l'argile (minéralogique) et ces propriétés est indispensable.

Les spécifications techniques recherchées pour la fabrication des céramiques fines sont les suivantes (fiche technique SIM, Argiles pour céramiques fines et réfractaires).

- 1) Teneur en kaolinite prédominante ;
- 2) Eléments colorants non souhaités (argiles cuisant blanc) : $Fe_2O_3 < 2 \%$, $TiO_2 < 2 \%$;
- 3) La présence de quartz peut être souhaitable, sauf pour le réfractaire ;
- 4) Présence de feldspaths, micas/illites et calcite à des teneurs $< 25 \%$, souhaitée au contraire pour les produits grésés (argiles grésantes);
- 5) Présence de smectites (teneur $< 5 \%$), d'halloysite et de matière organique souhaitée (amélioration de la plasticité);
- 6) Présence de gypse et de sels solubles prohibée.

La teneur en alumine, la pureté chimique et la couleur à la cuisson, sont les atouts principaux des produits céramiques (Delineau 1994). Les matériaux argileux sont caractérisés par la présence d'une proportion importante de particules fines de phyllosilicates de taille $< 2 \mu m$.

1.8.2. Dans les émaux

Le kaolin joue un rôle prépondérant dans les émaux, il peut remplacer l'apport en alumine et en silice quand ils font défaut, il joue un grand rôle dans la suspension des barbotines d'émail du fait de la finesse et de la forme de ces grains ($< 2 \mu m$) [60]. L'utilisation du kaolin dans les émaux doit néanmoins être limitée à cause de son retrait lors de la cuisson [59] qui risque de causer des défauts sur les glaçures. Un traitement physique et chimique du kaolin avant son utilisation dans la barbotine d'émail est nécessaire pour éliminer une partie des impuretés telles que l'hématite, la pyrite, le mica, la muscovite et une partie du quartz. Les kaolins riches en titane, présentant le moins d'impuretés colorantes tel que le fer de structure et cuisant blanc (en général les ballclays) sont les plus demandés dans l'industrie céramique en général et plus

particulièrement dans les émaux car ils augmentent l'opacité, la blancheur et l'éclat de l'émail [61].

1.8.3. Réfractaires Les matériaux réfractaires sont utilisés dans les processus de production qui impliquent un contact avec des substances corrosives à haute température.

Les matériaux réfractaires doivent être inertes avec les substances avec lesquelles ils sont en contact, ils doivent être résistants mécaniquement et stables thermiquement ($T_{\text{fusion}} > 1500^{\circ}\text{C}$).

Les principales utilisations de l'argile réfractaire concernent la fabrication de briques réfractaires, de chamottes (argile cuite utilisée comme «dégraissant » dans les produits céramiques) et de divers ustensiles accessoires, tels que des creusets, les nacelles, cornues, et pot de verrerie, utilisés dans les industries métallurgies [62,63]. Le quartz, la perte au feu, les composés du fer et les alcalin sont des minéraux qui jouent des rôles négatifs sur les propriétés des produits réfractaires.

1.8.4. Matériaux de construction

Le kaolin est employé dans l'industrie du bâtiment ou dans la fabrication de ciment [60]. Les kaolins calcinés à basse température, ou métakaolins, présentent des caractéristiques pouzzolaniques très élevées, qui en font d'excellents additifs pour les mortiers et bétons à base de ciment Portland. Le kaolin, en tant que source d'alumine, en remplacement des argiles communes, riches en fer, permet d'éviter la présence de fer pour la production de ciment blanc. Les métakaolins intéressent particulièrement les utilisateurs de ciments blancs, ainsi que les fabricants de mortiers et de bétons techniques.

1.8.5. Papier

Le plus grand utilisateur du kaolin est l'industrie papetière où il est employé comme matériau de remplissage charge et dans la feuille et comme couchage à sa surface. Les propriétés qui sont importantes pour le couchage du papier sont la dispersion, la rhéologie, l'éclat, la blancheur, l'indice de réfraction, la douceur, l'adhésivité, la résistance de la pellicule à la rupture, la réceptivité à l'encre, qui conditionnent la qualité d'impression. Seuls quelques kaolins dans le monde peuvent être employés pour le couchage du papier en raison de conditions rigoureuses sur la viscosité et la blancheur [49].

1.8.6. Les applications médicales et cosmétiques

Le kaolin a une longue tradition d'utilisation dans des applications médicales et cosmétiques. Ces marchés exigent les niveaux les plus élevés de pureté et des spécifications de produit qui, naturellement, ont un coût assez considérable [64].

1.8.6.1. Utilisations modernes pharmaceutiques

Dans le secteur pharmaceutique, le kaolin est employé comme diluant et complément dans des médicaments et cataplasmes, comme par exemple en mélange avec de la morphine.

1.8.6.2. Produits de beauté

L'utilisation principale pour le kaolin en produits de beauté est le fond de teint. Les fonds de teint sont un mélange de la poudre teintée et parfumée employée pour améliorer l'aspect de peau.

La quantité du kaolin dans un fond de teint peut varier de 3 % dans une poudre lâche à 10 % dans un gâteau serré, ou la formulation lourde.

Le kaolin est concurrencé par le carbonate de calcium précipité (PCC) comme base dans les produits de beauté, mais le kaolin est encore considéré comme de loin supérieur dans cette application.

Le kaolin est également utilisé dans la formulation de rouge à lèvres.

1.8.7. Charges

La kaolinite est hydrophile, elle se disperse aisément dans l'eau avec l'addition d'un peu de dispersant chimique pour inverser la charge des bordures dues aux liens cassés.

1.8.7.1. Papiers

Les spécifications pour les kaolins de qualité " charge" pour l'industrie du papier.

1.8.7.2. Peintures

Le kaolin est utilisé en peinture en raison de son inertie chimique, de son opacité et de son pouvoir suspensif qui permet d'améliorer les propriétés d'écoulement et de thixotropie.

Il intervient souvent comme adjuvant des pigments blancs du dioxyde de titane, pour abaisser les coûts.

La granulométrie joue sur le type de peinture, le kaolin grossier est utilisé pour produire les peintures mates, et les kaolins fins sont utilisés pour les peintures brillantes. Les spécifications

sont régies en France par la norme NF T31.101 (juin 1987), NF EN ISO 3262-8 (Décembre 1999) pour le kaolin naturel et NF EN ISO 3262-9 (Octobre 1998) pour le kaolin calciné utilisé comme matières de charge pour peintures [49].

1.8.7.3. Caoutchoucs

Le kaolin améliore la résistance mécanique, la résistance à l'abrasion et la rigidité des produits. Les spécifications sont précisées dans la norme NF T45008 d'octobre 1986. L'étude [65] montre que la qualité cristallochimique de la charge influence fortement la qualité des caoutchoucs chargés.

Ils mentionnent de très bonnes corrélations entre le pH et tous les paramètres d'utilisation : plus le pH est élevé, meilleures sont les propriétés mécaniques des caoutchoucs chargés. Dans cette industrie, on parle de kaolin dur (75 à 80 % < 2 µm) qui tend à augmenter la résistance à la traction au déchirement et à l'abrasion.

Le kaolin mou (20 à 45 % < 2 µm) diminue l'élasticité, mais accroît sa stabilité dimensionnelle et améliore l'état de surfaces des extrudés. La consommation de kaolin dans le caoutchouc voisine les 1.3 Mt par an.

En 1976, on a utilisé en moyenne 129 kg de kaolin pour produire chaque tonne de caoutchouc. Ce taux d'utilisation a diminué à 76 Kg/tonne 1993, mais l'augmentation de la production du caoutchouc maintient le marché du kaolin dans ce secteur.

1.8.7.4. Polymères

L'utilisation du kaolin dans les polymères permet d'obtenir des surfaces plus lisses, une meilleure stabilité dimensionnelle et une meilleure résistance aux agents chimiques.

Dans la fabrication de PVC, le kaolin agit comme agent de renforcement car il augmente la durabilité du plastique.

[66] ont travaillé sur l'utilisation du kaolin organo-modifié dans le polypropylène.

Les résultats indiquent que du kaolin organo-modifié peut être exfolié dans le polypropylène, L'utilisation du kaolin organo-modifié dans les polymères permet d'obtenir des propriétés renforcées, pour des taux de charge beaucoup plus faibles.

Le remplacement d'une partie de la charge des polymères par des *nano kaolin* peut entre autre améliorer la propriété des retardateurs de flamme [49].

1.9 Mode d'obtention de la poussière de kaolin (Usine UTER)

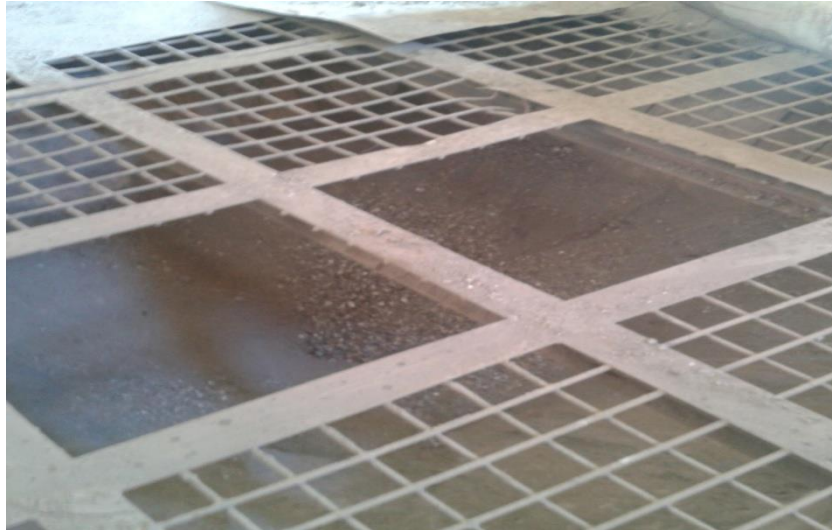
L'obtention de la poussière de kaolin passe par les étapes suivantes :

1/ Séchage du kaolin de Djebel Debbagh à l'air libre.



2/ Chargement des trémies avec le kaolin à l'aide d'un pont roulant à godets.





3/ Décente du kaolin dans les trémies



4/ Le kaolin descend avec une chaîne à godet dans la trémie souterraine, là où il est broyé.





5/ Le kaolin descend dans la trémie souterraine.



6/ Le kaolin remonte avec une chaîne à godet pour être broyer.





7/ Après broyage il remonte avec une autre chaîne à godets pour le tamisage dans un tamis vibreur.



8/ Le kaolin tamisé dans un tamis vibreur.

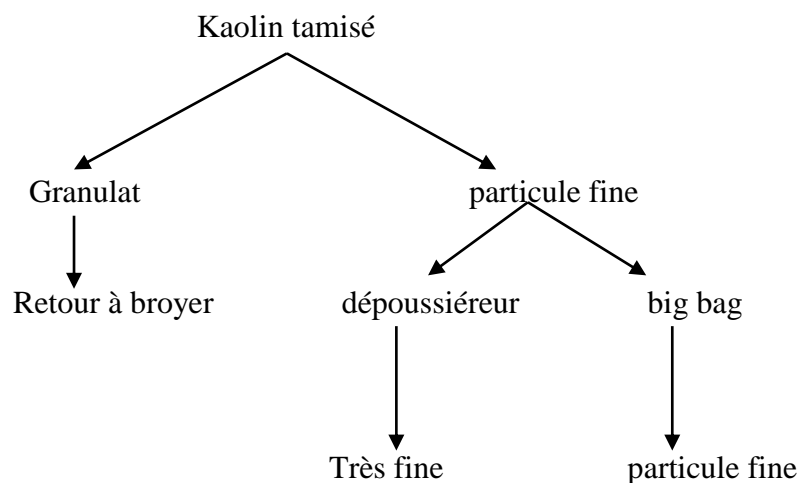


8/ Après tamisage les particules fines sont conditionnées dans des gros sacs, pour exploitation et les plus grosses retournent pour un deuxième broyage.



9/ Les particules très fines passent dans un dépoussiéreur et puis sont récupérées dans les cheminés.

Mode de passation de kaolin au broyeur



1.10 Conclusion

Les kaolins sont des silicates plus au moins hydratés, structurellement constitués par un agencement de tétraèdres de silice et d’octaèdres d’alumine. Ils sont issus de la transformation sous l’influence de processus physiques et chimiques de silicates primaires. La kaolinite qui existe dans les kaolins peut être bien, moyennement ou mal cristallisée. Elle présente peu de substitution cationique.

Les minéraux associés sont le quartz, les micas (muscovite), l’halloysite et les feldspaths potassiques, et des impuretés minérales telles que l’oxy-hydroxyde de fer, les oxydes de titane et l’oxyde de manganèse. Lors de la cuisson la structure en feuillets de la kaolinite s’effondre

par déshydroxylation pour conduire à la métakaolinite caractérisée par une organisation à très courte distance.

Les phases amorphes peuvent faire l'objet d'une réorganisation structurale à plus haute température, analogue à celle observée pour la métakaolinite vers 980 °C comme elle conduit généralement à la formation de mullite au-dessus de 1000 °C. Celle-ci est favorisée par la présence d'ions Fe^{3+} sur la surface des plaquettes.

Dans ce chapitre on a essayé d'identifier le kaolin de Dejebel Debagh (Algérie) à l'état naturel et après cuisson.

La valorisation de kaolin soit dans la matrice cimentaire ou dans la matrice sableuse nécessite de bien connaître ses caractéristiques physico-chimique et micro structurale.

CHAPITRE 2.

MATERIAUX ET METHODES D'ESSAIS

2.1 INTRODUCTION.....	68
2.2 MATERIAUX UTILISES, FORMULATIONS ET MISE EN OEUVRE.....	68
2.2.1 Matériaux utilisés	68
2.2.1.1 Ciment	68
2.2.1.2 Sable.....	69
A. Propriétés physiques de sable.....	69
B. L'analyse granulométrique.....	70
2.2.1.3 Additions	71
A. Kaolin.....	71
B. Poudre de verre.....	71
C. Déchet de brique.....	71
D. Métakaolin.....	71
2.2.1.4 Eau.....	72
2.2.1.5 Adjuvant.....	72
2.2.2 Programme expérimental.....	72
2.2.3 Composition de mortiers.....	73
2.2.4 Matériels utilisés.....	75
2.2.4.1 Malaxeur.....	75

2.2.4.2 Table à secousse manuelle.....	75
2.2.4.3 Autres accessoires.....	76
2.2.5 Préparation des mortiers.....	78
2.2.6 Prélèvement et cure des échantillons.....	79
2.3 ESSAIS REALISES.....	79
2.3.1 Caractéristiques à l'état frais.....	79
2.3.2 Essais à l'état durci.....	81
2.3.2.1 Résistances mécaniques.....	81
A. Résistance à la compression.....	81
B. Résistance à la traction par flexion.....	82
2.3.3 Retrait	82
2.3.4 Essais physico-chimiques.....	83
2.3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion.....	84
2.3.4.2 Masse volumique apparente.....	84
2.3.4.3 Absorption d'eau par capillarité.....	84
2.3.4.4 Séchage mouillage.....	86
2.3.4.5 Résistance aux sulfates.....	87
2.4. CONCLUSIONS.....	87

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons dans un premier temps caractériser les matériaux employés dans cette étude en présentant leurs propriétés chimiques et physiques. Les compositions des mortiers seront ensuite détaillées après avoir expliqué la méthode de formulation utilisée. Les procédures de fabrication et de séquence de malaxage mises en place seront également définies.

Dans un deuxième temps, nous présenterons le programme expérimental mené sur les différentes formulations des mortiers. Les méthodes et essais utilisés pour déterminer les propriétés physico-mécaniques, ainsi que les caractéristiques physicochimiques traduisant la durabilité, seront explicités.

2.2 Matériaux utilisés, formulations et mise en œuvre

2.2.1 Matériaux utilisés

2.2.1.1 Ciment

Le ciment utilisé est un ciment portland artificielle CPA-CEM1-42.5 (CRS 400) provenant de la cimenterie d'Ain Touta (Est de l'Algérie).

La composition chimique du ciment est donnée dans le tableau 2.1 et ses caractéristiques physico-mécaniques sont représentées dans le tableau 2.2.

Tableau 2.1. Compositions chimiques du ciment (%)

CaO	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl-	CaO libre	PAF 1000°C
60.16	23.03	4.25	4.18	1.32	0.82	0.44	2.76	0.018	0.81	2.98

Tableau 2.2. Caractéristiques physico-mécaniques du ciment

Poids spécifiques (g/cm ³)	Surface spécifiques (cm ² /g)	Consistance Normale (%)	Temps de prise		Retrait 28 j (um/m)	Résistance traction 28 j (MPa)	Résistance compression 28 j (MPa)
			Début	Fin			
3.06	3901	25.92	2h-15mn	3h-20mn	660	7.40	47.28

2.2.1.2 Sable

Nous avons utilisé comme sable de départ, un sable grossier provenant de la sablière de Tébessa (sable1). Un deuxième sable est obtenu en ajoutant au premier les fillers de kaolin: sable2 = sable1 + Filler de kaolin.

A. Propriétés physiques du sable

-Les résultats des essais de la masse volumique apparente et la masse volumique spécifique des différents sables sont présentées dans le tableau 2.3.

-Capacité d'absorption d'eau du sable : C'est une mesure des pores accessibles à l'eau. Elle est déterminée en mesurant l'augmentation de masse d'un échantillon séché au four après avoir été immergé dans l'eau pendant 24 heures et séché superficiellement [67].

Le rapport entre l'augmentation de la masse et la masse de l'échantillon sec, exprimé en pourcentage, est défini comme suit :

$$A_b = \frac{M_a - M_s}{M_s} \times 100$$

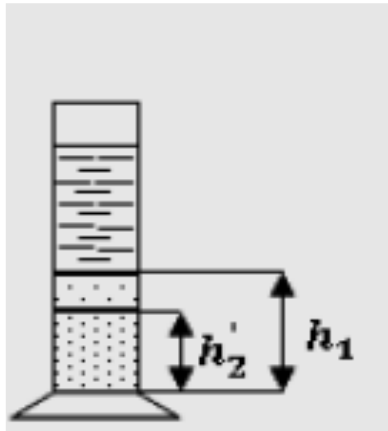
M_s : Masse de l'échantillon séché à l'étuve à 105 °C jusqu'à masse constante ;

M_a : Masse de l'échantillon après imbibition dans l'eau pendant 24 h à T=20°C.

Les résultats des essais sont présentés dans le tableau ci-dessous. (Tableau 2.3)

-Essai d'équivalent de sable : L'équivalent de sable a pour but de mesurer la propreté et de déterminer le pourcentage des poussières nuisibles dans le matériau. L'essai a été fait conformément à la norme française P18-598 [68].

Pour l'équivalent de sable: $E_S = \frac{h_2'}{h_1} \times 100$



Les résultats des essais sont présentés dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3. Propriétés physique de sable1 et sable2

propriétés	Sable1	Sable2
Masse volumique apparente (g/cm ³)	1.67	1.76
Masse volumique absolue (g/cm ³)	2.42	2.54
Porosité %	21.11	20.58
Compacité %	78.89	79.42
Teneur en eau %	1.35	0.33
Absorption d'eau %	18.33	10.66
Equivalent de sable %	97.22	87.5

B. L'analyse granulométrique

Les mortiers (C1 et C1-SP) sont confectionnés avec un sable de Tebessa de nature calcaire (sable1), le module de finesse de sable1 est : $M_f=3.25$.

Avec : C1 : mortier sans K et sans SP et C1-SP : mortier sans K et avec SP. Tous les 20 mélanges ont été produits avec du sable1 plus 5% de filler de kaolin (sable2) ; le module de finesse de sable2 est : $M_f=2.94$.

La dimension maximale du sable est ($d_{max}= 3 \text{ mm}$). La courbe granulométrique des deux sables est présentée dans la figure 2.1.

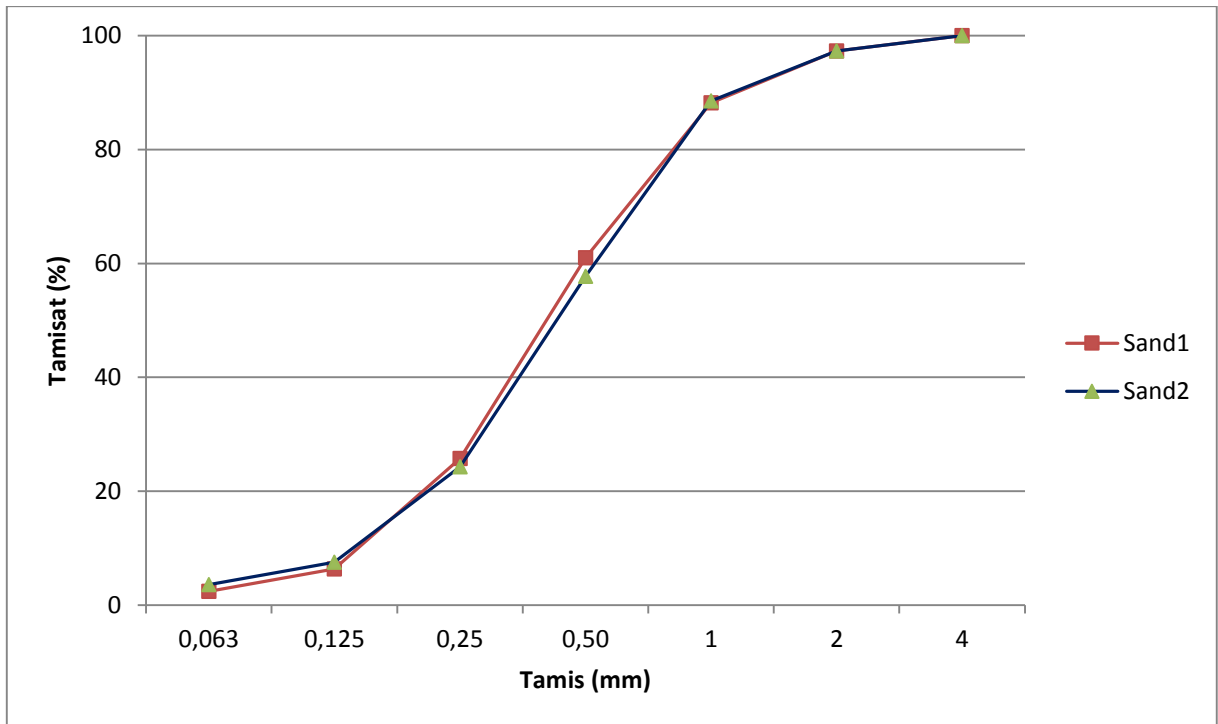


Figure 2.1 : Courbe granulométrique de sable1 et sable2

2.2.1.3 Additions

A. Kaolin

Le kaolin utilisé dans cette étude est une poussière très fine provenant de l'usine de céramique ETER de Guelma (est de l'Algérie). Sa finesse (mesurée avec l'appareil de Blaine numérique) est: $SSB=12603 \text{ cm}^3/\text{g}$

La composition chimique de kaolin est présentée dans le tableau suivant

Tableau 2.4. Composition chimique de kaolin (%)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	MnO	CaO	SO ₃	PAF
41.97	38.00	0.12	0.07	1.34	0.20	0.75	16.80

B. Poudre de verre

Cette poutre est obtenue par broyage (broyeur à boulets) de déchets de bouteilles. Sa finesse mesurée est: $SSB=5067 \text{ cm}^3/\text{g}$

La composition chimique de la poudre de verre est présentée dans le tableau suivant:

Tableau 2.5. Composition chimique de poudre de verre (%)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	CaO	SO ₃	Na ₂ O	Cl
69.10	0.89	1.80	1.65	0.28	8.05	0.05	18.18	0.004

C. Déchets de brique

Les déchets de brique sont réduits en poudre par broyage.

La poudre obtenue présente une finesse de $SSB=7718\text{cm}^3/\text{g}$. La composition chimique des déchets de brique (déterminée par fluorescence X) est présentée dans le tableau suivant:

Tableau 2.6. Composition chimique de déchet de brique (%)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	CaO	SO ₃	Na ₂ O	Cl
69.05	23.02	1.52	1.05	2.59	2.31	0.04	1.28	0.089

D. Métakaolin

Le métakaolin est obtenu par calcination de l'argile à 750°C pendant 4 heure puis broyage (broyeur a boulets) jusqu'à l'obtention d'une finesse $SSB=8781\text{cm}^3/\text{g}$.

La composition chimique du métakaolin est présentée dans le tableau suivant:

Tableau 2.7. Composition chimique du métakaolin (%)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	CaO	SO ₃	Na ₂ O	Cl
57.98	38.31	0.75	0.11	0.21	1.29	0.36	0.89	0.006

2.2.1.4 Eau

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est de l'eau potable du robinet.

2.2.1.5 Adjuvant

L'adjuvant utilisé est le 'MEDAPLAST40' produit par l'entreprise GRANITEX (Algérie). C'est un super plastifiant haut réducteur d'eau. Le MEDAPLAST SP40 permet d'obtenir des bétons et des mortiers des très hautes qualités. En plus de sa fonction principale, il permet de diminuer la teneur en eau du béton et mortier.

Dosage : Plage de dosage recommandée : 0.6 à 2.5% du poids de ciment.

2.2.2 Programme expérimental

Nous envisageons dans cette recherche de travailler sur l'interaction des différents composants. Nous abordons le problème par analogie avec les très nombreuses études menées sur le même domaine d'étude.

On étudie l'effet de la substitution d'une partie du ciment par les additions : poudre de verre, le métakaolin et les déchets de brique sur les performances des mortiers avec substitution de 5% de poussière de kaolin dans le sable.

On évalue au cours de cette étape les propriétés des mortiers à l'état frais et durcis.

Ensuite, à partir des proportions de remplacements ayant donné les meilleurs résultats pour chaque mélange, on réalise des essais de détermination de la résistance à la compression avec un super plastifiant suivant deux modes de conservation (l'eau ou une solution de Na_2SO_4).

Les paramètres retenus sont :

✓ **Influence du type des additions** : trois types d'additions ont été utilisés: la poudre de verre (GP), le métakaolin (MK) et les déchets de brique (BW).

✓ **Influence du pourcentage des additions substitué au ciment** (en poids) : -
Trois pourcentages de substitution ont été retenus : 5%, 15% et 25% pour chaque addition de combinaison unaire.

-Deux pourcentages de substitution ont été retenus : (5 + 25)% et (25 + 5)% pour chaque addition de combinaison binaire.

-Trois pourcentages de substitution ont été retenus : (5+5+15)%, (15+5+5)% et (5+15+5)% de combinaison ternaire.

-Quatre mortiers de référence : deux mortiers adjuvantés (avec et sans kaolin K) et deux mortiers non adjuvantés (avec et sans kaolin K)

✓ **Influence du rapport E/C** : trois rapports E/C ont été utilisés car E/L est fixé.

✓ **Influence du mode de conservation** : deux modes de mûrissement dans l'air et dans l'eau

✓ **Influence du traitement au sulfate de sodium**

La combinaison de l'ensemble de ces configurations expérimentales a conduit à la confection de 4 formulations de mortiers adjuvantés et non adjuvantés pour la campagne 0.

9 formulations de mortiers adjuvantés pour la première campagne.

6 formulations de mortiers adjuvantés pour la deuxième campagne et enfin 3 formulations pour la troisième campagne. Au total 22 formulations ont été étudiées sur mortiers en faisant varier les différents paramètres.

- ✓ **Campagne 1** : fabriquée à partir du ciment CEM I et des additions (trois type d'additions GP, MK et BW) avec adjuvants et avec des substitutions de 5%, 15% et 25%
- ✓ **Campagne 2** : fabriquée à partir du ciment CEM I et des additions combinées en deux (combinaisons binaire) avec un super plastifiant.
- ✓ **Campagne 3** : fabriquée à partir du ciment CEM I et des additions combinées en trois (combinaisons ternaire) avec un super plastifiant.

2.2.3 Composition de mortiers

Nous avons fixé le pourcentage de filler de kaolin dans le sable à 5%. Nous avons utilisé aussi le pourcentage de 10% de filler mais leur présence devient excessive et conduit à la diminution de la compacité et donne des effets néfastes sur la résistance et la durabilité.

Afin de voir l'influence de chaque ajout, plusieurs combinaisons de formulation ont été adoptées, ce qui a donné 22 compositions de mortiers.

Ces dernières sont résumées sur le tableau 2.8 Pour chaque composition 3 éprouvettes sont testées.

Tableau 2.8. Les différentes compositions des mortiers

Compositions	Ciment	GP	BW	MK	Sable%	K	E/C	SP
C1	100	-	-	-	100	-	0.6	-
C1-SP	100	-	-	-	100	-	0.6	2.5
C2	100	-	-	-	95	5	0.6	-
C2-SP	100	-	-	-	95	5	0.6	2.5
GP5	95	5	-	-	95	5	0.6	2.5
GP15	85	15	-	-	95	5	0.6	2.5
GP25	75	25	-	-	95	5	0.6	2.5
BW5	95	-	5	-	95	5	0.6	2.5
BW15	85	-	15	-	95	5	0.6	2.5
BW25	75	-	25	-	95	5	0.6	2.5
MK5	95	-	-	5	95	5	0.6	2.5
MK15	85	-	-	15	95	5	0.6	2.5
MK25	75	-	-	25	95	5	0.6	2.5
5GP+25MK	70	5	-	25	95	5	0.6	2.5

25GP+5MK	70	25	-	5	95	5	0.6	2.5
5GP+25BW	70	5	25	-	95	5	0.6	2.5
25GP+5BW	70	25	5	-	95	5	0.6	2.5
5MK+25BW	70	-	25	5	95	5	0.6	2.5
25MK+5BW	70		5	25	95	5	0.6	2.5
5GP+5BW+15MK	75	5	5	15	95	5	0.6	2.5
5GP+15BW+5MK	75	5	15	5	95	5	0.6	2.5
15GP+5BW+5MK	75	15	5	5	95	5	0.6	2.5

Notation :

C1 : mortier sans K et sans SP

C1-SP : mortier sans K et avec SP

C2 : mortier avec K et sans SP

C2-SP : mortier avec K avec SP

5GP+25MK : mortier avec 5% GP et 25% MK

5GP+25BW : mortier avec 5% GP et 25% BW

5MK+25BW : mortier avec 5% MK et 25% BW

5GP+5BW+15MK : mortier avec 5% GP, 5%BW et 15% MK

15GP+5BW+5MK : mortier avec 15% GP, 5%BW et 5% MK

5GP+15BW+5MK : mortier avec 5% GP, 15%BW et 5% MK

2.2.4 Matériels utilisés

2.2.4.1 Malaxeur

Les propriétés rhéologiques varient énormément selon le mode de malaxage et le dosage des constituants employés. Avant tout travail, le mode de malaxage doit être désigné selon les moyens disponibles et la quantité de mortiers à préparer. Le malaxeur représenté sur la figure 2.2 est parmi les appareils utilisés au laboratoire pour la confection des mortiers de ciment. Cet appareil normalisé (EN 196-1), sur lequel se basent pratiquement toutes les normes pour la préparation du mortier, est caractérisé par deux vitesses de rotation selon le mode de préparation choisi.



Figure 2.2 : Malaxeur à mortier utilisé

2.2.4.2 Table à secousse manuelle

Une table circulaire avec gravage du centrage du moule tronconique, soutenue par une base en acier en forme de rectangulaire et d'une manivelle qui permet une hauteur de chute de 10 mm.

Livrée complète avec un moule en bronze de \varnothing 100 mm et un pilon.

L'appareil est utilisé pour la détermination de consistance des mortiers de ciment hydraulique et des pâtes de ciment (Figure 2.3).



Figure 2.3 : Table à secousse manuelle.

2.2.4.3 Autres accessoires

- Une balance électronique qui sert à évaluer des masses avec une précision de 0.1g, a été utilisée pour mesurer les ingrédients et la préparation des différents mortiers. (voir figure 2.4)
- Une étuve est un appareil de chauffage qui permettant d'effectuer divers traitements thermiques à température réglée. (figure 2.4).



Figure 2.4 : Balance électronique et étuve.

- Tamiseuse électrique : Appareil assurant l'agitation d'un groupe de tamis empilés, leur fonction est le tamisage. (Figure 2.5)
- Appareil de Blaine numérique (automatique Blaine Finesse) est utilisé pour déterminer la taille des particules de ciment Portland, limes et poudres exprimé en termes de leur surface spécifique. (Figure 2.5)



Figure 2.5 : Tamiseuse électrique et l'appareil de Blaine numérique

- Le spectromètre de fluorescence X : est un appareil qui utilise une technique d'analyse chimique permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide. (Figure 2.6)
- Moule de retrait : Objet creux destiné à recevoir une matière pâteuse afin de lui donner une forme et utilisés spécialement pour confectionner des éprouvettes de retrait du mortier. (Figure 2.6).



Figure 2.6 : L'appareil de fluorescence X et moule de retrait

2.2.5 Préparation des mortiers

La procédure de malaxage et le mode d'introduction de l'adjuvant utilisé pour fabriquer les mortiers sont illustrés dans le tableau 2.9. Chaque type de mortier a été confectionné en suivant les étapes ci-dessous :

1. Introduire en premier le ciment, le sable et l'addition dans la cuve du malaxeur et mélanger à sec pendant 1min à vitesse lente.
2. Ajouter les 2/3 de l'eau de gâchage et malaxer pendant 1 min à vitesse lente.
3. Introduire le 1/3 de l'eau de gâchage plus la quantité du superplastifiant progressivement en malaxant pendant 1 minute.
4. Malaxer pendant 1 minute à vitesse rapide.
5. Préparer le mortier à l'essai d'affaissement.

Tableau 2.9. : Procédure de malaxage et mode d'introduction de l'adjuvant.

Opération	Introduire (ciment, sable et addition)	Verser (2/3 E)	Verser (1/3E+SP)	Préparation de l'essai
Durée	0		3min	5min
	2 min		4min	
Malaxeur	Vitesse lente		Vitesse lente	Vitesse rapide

Les moules sont remplis en trois couches d'épaisseurs égales et consolidés par vibration. Les surfaces sont finies et couvertes par des plaques rigides en plastiques pour éviter l'évaporation de l'eau. Tous les moules sont enduits d'huile à l'avance.

2.2.6 Prélèvement et cure des échantillons

Le prélèvement des échantillons est effectué en suivant la norme NF P18-444.

La première campagne : Le démoulage est effectué à 24 heures.

Les éprouvettes sont placées à l'air libre, jusqu'à échéance de 1, 3, 7, 14, 21, 28, 60, 90 et 180 jours.

Deuxième campagne : les éprouvettes sont conservées suivant deux modes de conservation dans l'eau jusqu'à échéance de 7, 28, 90 et 180 jours et dans la solution jusqu'à échéance de 28, 90, 180 et 360 jours.

Troisième campagne : Le programme de cure de cette campagne est constitué de trois étapes :

- avant le démoulage, toutes les éprouvettes sont conservées en salle contrôlée, pendant 24 heures.
- après le démoulage, toutes les éprouvettes sont conservées en salle contrôlée à 20°C avec humidité saturante.
- après 28 jours de conservation dans l'eau, les éprouvettes destinées au traitement chimique sont soumises à quatre périodes de traitement (28, 90, 180 et 360 jours).

Les éprouvettes restantes serviront de témoin et sont conservées dans l'eau durant toute la période de traitement.

2.3. Essais réalisés

2.3.1 Caractéristiques à l'état frais

Lors de la fabrication, la caractérisation des nouveaux mortiers est nécessaire. Cela consiste à connaître leur comportement à l'état frais à partir de tests simples et reproductibles. Les principaux tests réalisés sont empiriques, et ont pour objectif de vérifier rapidement la fluidité du matériau.

Essai d'étalement

C'est l'essai le plus courant permettant de caractériser la mobilité en milieu confiné, car le plus facile à mettre en œuvre. La consistance normale des différents mortiers est déterminée par l'essai d'étalement à la table aux secousses manuelle. NBN EN 1015-3

La valeur de l'étalement, est donnée par la moyenne de deux mesures du diamètre de la galette de mortiers.



Figure 2.7 : Essai d'étalement des mortiers à la table à la secousse

$$\text{Etalement (E)} : E = \frac{D_m - D_0}{10} \times 100$$

Avec : $D_0 = 10\text{cm}$

Tableau 2.10 : L'ouvrabilité des mortiers

Ouvrabilité	Etalement (%)
Très ferme	10-30
Ferme	30-60
Normal (plastique)	60-80
Mou (très plastique)	80-100

Très mou à liquide	>100
--------------------	------

2.3.2 Essais à l'état durci

2.3.2.1 Résistances mécaniques

La résistance à la compression et à la traction par flexion sont les deux essais utilisés dans cette étude pour les performances mécaniques des mortiers.

Les essais mécaniques ont été effectués sur une machine servo-électrique, on sollicite jusqu'à rupture des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm³ à une flexion 3 points.

Les essais ont été conduits conformément à la norme NF EN 1015-3.

Les deux morceaux de chaque éprouvette obtenus après la rupture de traction par flexion sont soumis sur la même machine à une compression uniaxiale, avec une vitesse de chargement constante selon la norme NF EN 1015-11.

A. Résistance à la compression

Les mesures se font sur des éprouvettes de mortiers normal 4x4x16 cm démoulées à un jour et conservés dans l'eau jusqu'à 28 jours. Les essais mécaniques normalisés ont été réalisés aux échéances de 7, 28, 90 et 180 jours de façon à observer l'évolution progressive des performances. Chaque éprouvette donne un résultat de traction par flexion et deux de compression. Chaque résistance à la compression correspond à la moyenne de six mesures.



Figure 2.8 : Machine d'écrasement NF EN 1015-11

B. Résistance à la traction par flexion

Les éprouvettes soumises à cet essai sont des éprouvettes prismatiques de dimensions 4x4x16 cm. Le dispositif utilisé est un dispositif de flexion 3 points.

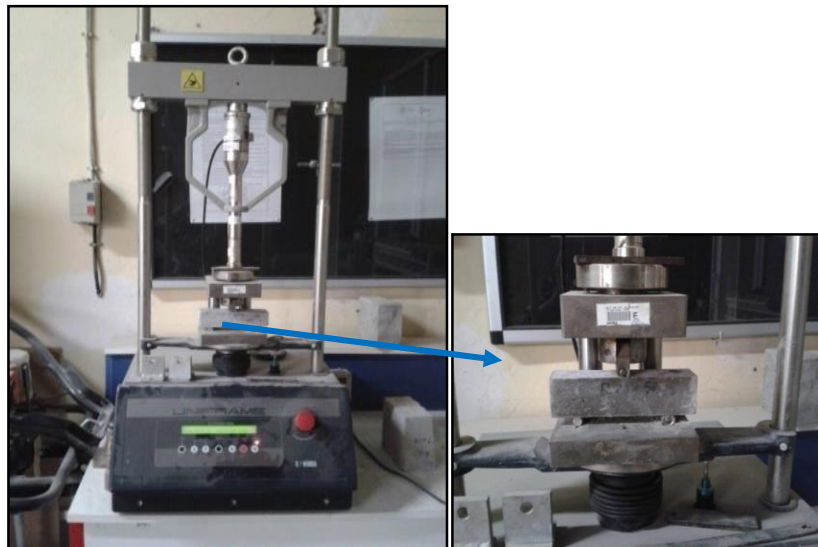


Figure 2.9 : Machine d'essai à la traction par flexion NF EN 1015-3

2.3.3 Retrait

Cet essai a pour but de mesurer, en fonction du temps, les variations dimensionnelles de retrait des éprouvettes à l'état durci, dues aux effets de l'hydratation et de la dessiccation des matériaux cimentaires, conservées après démoulage dans une salle à atmosphère contrôlée selon la norme NF P15-433.

Les éprouvettes sont munies sur leur surface extrême des plots noyés dans le mortier.

La mesure de la variation de longueur de l'éprouvette est réalisée à l'aide d'un rétractomètre munie de billes que l'on positionne au contact des plots de l'éprouvette.

L'incertitude de mesure est de 5 μm . L'étalonnage du rétractomètre est effectué à l'aide d'une tige étalon en invar qui sert de référence de mesure. L'appareillage est présenté sur la photographie de la Figure 2.10



Figure 2.10 : Essai de retrait des mortiers à l'appareil de rétractomètre

Deux conditions de retrait sont considérées :

- Les échanges hydriques du matériau avec l'ambiance sont possibles, on mesure le retrait total.
- Les échanges avec le milieu ambiant sont empêchés, grâce à l'application d'une enveloppe de papier aluminium autocollant autour des éprouvettes en une (ou deux) feuille(s), on mesure le retrait endogène.

Les mesures de retrait sont effectuées à des échéances très courtes juste après démoulage à 24 heures, la périodicité de mesure augmentant ensuite avec le temps : 1j, 3j, 7j, 21j, 28j, 60j, 90j et 180 jours.

Parallèlement à ces mesures au rétractomètre, l'évolution dans le temps des masses des éprouvettes est également suivie.

2.3.4 Essais physico-chimiques

La porosité est le siège des agressions extérieures, plus le matériau est poreux et absorbant, plus la pénétration des agressions sont facilitées, et plus sa durabilité est dégradée. La porosité et l'absorption d'eau sont de très bons indicateurs de la durabilité et sont donc utilisées dans cette étude.

2.3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion

La méthode utilisée est celle établie par la norme ASTM désignation C 624 [69].

Les éprouvettes ont été séchées dans une étuve à 105°C pendant 24 h, puis immergées dans l'eau pendant 48 heures, mises ensuite dans un bain d'eau bouillante pendant 5 heures et enfin retirées pour être pesée à l'air et à l'eau (pesée hydrostatique).

On détermine le volume total de l'éprouvette et on calcule ainsi sa porosité volumique :

$$\mathcal{E} = \frac{M_{air} - M_{sèche}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100 \%$$

\mathcal{E} : Porosité volumique établie expérimentalement par pesée hydrostatique excluant le volume d'air piégé et / ou entraîné (%)

M_{air} : Masse de l'éprouvette saturée, superficiellement sèche, pesée dans l'air (g)

$M_{sèche}$: Masse de l'éprouvette sèche (g)

M_{eau} : Masse de l'éprouvette saturée, superficiellement séché, pesée dans l'eau (g)

2.3.4.2 Masse volumique apparente

Pour évaluer la masse volumique du mortier, il est possible de procéder par pesée hydrostatique, il s'agit de poser le lot des 3 éprouvettes de mortier dans l'air (m_1) puis dans l'eau (m_2). La

différence $m_1 - m_2$ représente la masse du volume d'eau déplacé (v) : si ρ_e est la masse volumique de l'eau, la masse volumique des éprouvettes est :

$$\rho = \rho_e \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

2.3.4.3 Absorption d'eau par capillarité

L'absorption par capillarité est le phénomène physique susceptible de faire pénétrer des substances agressives extérieures à l'intérieur du mortier et béton.

En effet, le béton et mortier est un matériau qui possède des pores capillaires dont la dimension varie suivant ses caractéristiques de composition (rapport E/L (équivalent), additions minérales, etc.).

Lorsqu'un liquide se retrouve en contact avec ce type de pore, des tensions de surface font remonter ce liquide à l'intérieur du capillaire. Le liquide monte d'autant plus haut que le diamètre du capillaire est petit (loi de Jurin).

Les pores capillaires ouverts sur le milieu extérieur vont donc conduire, dans certaines conditions (principalement d'humidité), à laisser s'infiltrer par succion des liquides pouvant contenir des espèces chimiques potentiellement préjudiciables au bon fonctionnement et à la durée de vie du matériau.

Conduite de l'essai :

L'essai consiste à mesurer la masse d'eau absorbée par une éprouvette de mortier préalablement conditionnée dans une étuve à 80°C (procédure AFREM [3]).

Après démoulage, les échantillons de forme prismatique 40×40×160 mm sont conservés jusqu'à l'âge de 28 jours dans l'eau à (20 ± 2) °C, selon la norme NF P 18-404 (trois échantillons par composition). Les corps d'épreuve sont posés sur des cales de 1 cm d'épaisseur environ, de manière à assurer les mêmes conditions de conservation sur toutes les surfaces. Les éprouvettes sont conservées dans une étuve ventilée à 80 ± 2 °C. Durant cette période, le suivi de la masse est réalisé à intervalle de temps régulier, jusqu'à ce que la variation de masse entre deux pesées espacées de 24 heures soit inférieure à 0,1%.

Les éprouvettes sont alors placées dans des sacs étanches puis remises dans l'étuve ventilée à 80 ± 2 °C pendant 10 jours, afin de favoriser l'équilibre hydrique dans l'échantillon. Le sac est ensuite extrait de l'étuve puis conservé 12 heures à une température de 20 ± 2 °C. A l'issue de ce retour à température, l'éprouvette est sortie du sac. Sa surface latérale est alors recouverte

de papier aluminium autocollant pour éviter l'évaporation latérale de l'eau absorbée durant l'essai.

L'essai d'absorption capillaire est réalisé à la suite de ce préconditionnement.

Une pesée initiale M_0 de l'éprouvette est effectuée dans l'air après imperméabilisation de la surface latérale. Les éprouvettes sont ensuite immergées dans l'eau du récipient sur une hauteur maximale de 3 mm à l'aide de cales (Figure 2.11).

Par ailleurs, le récipient est muni d'un couvercle évitant l'évaporation de l'eau, et permettant la « respiration » de la face supérieure de l'éprouvette. A chaque échéance, les éprouvettes sont sorties du récipient, essuyées à l'aide d'une éponge humide, pesées puis replacées dans le récipient.

Les échéances sont les suivantes : 5min ; 10min ; 15min ; 20min ; 30min ; 1h ; 2h ; 4h ; 8h et 24heures.

L'essai doit être terminé après 24 heures ensuite 2j ; 3j ; 5j ; 9j ; 11j ; 14j et 28jours.

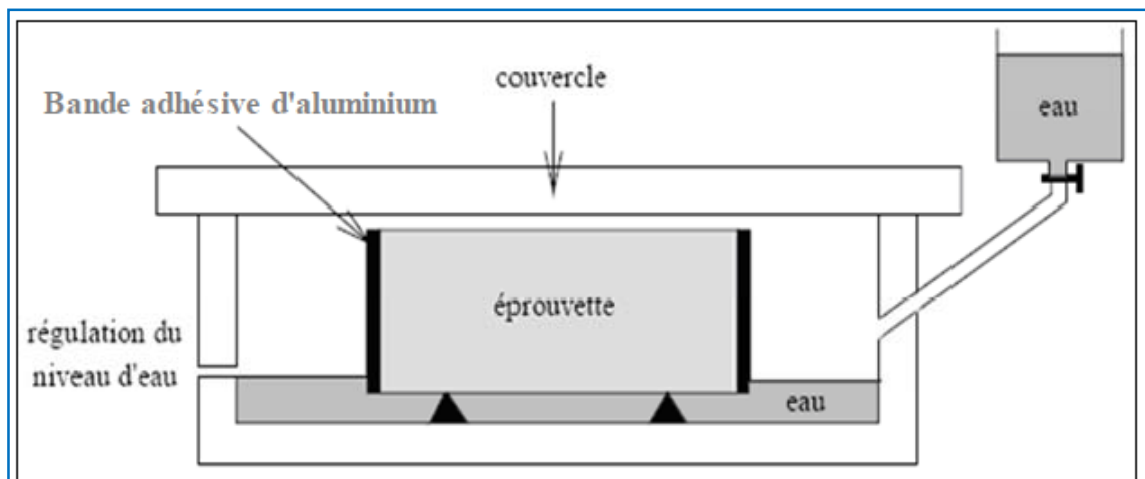


Figure 2.11 : Dispositif expérimental de mesure d'absorption d'eau par capillarité [69]

2.3.4.4 Séchage mouillage

L'essai est effectué conformément à la norme ASTM D 559 – 57 [70] sur des éprouvettes $(4 \times 4 \times 16) \text{ cm}^3$. L'essai de mouillage-séchage consiste à soumettre des échantillons de mortier à douze cycles de vieillissement accéléré où chacun de ces cycles est caractérisé par cinq heures d'immersion totale des échantillons dans l'eau, suivie par quarante deux heures de séchage à l'étuve à 71°C :

Les variations des résistances à la compression avant et après les cycles mouillage-séchage déterminées à 28 jours et la perte en résistance (λ_p^m) est donné par :

$$\lambda_p^m = \left(\frac{R_{c28}^i - R_{c28}^m}{R_{c28}^i} \right) \times 100$$

R_{c28}^i : La résistance initiale avant l'essai mouillage-séchage ;

R_{c28}^m : La résistance finale après l'essai mouillage-séchage.

Pour chaque échantillon traité, nous avons noté les différentes absorptions d'eau par cycle ainsi que le taux de perte en masse représentant le gain entre le premier et le dernier état sec du matériau. La perte en masse τ_g est :

$$\tau_g = \left(\frac{m_m^f - m_m^i}{m_m^i} \right) \times 100$$

m_m^i : Masse de l'éprouvette initiale sèche avant l'essai mouillage-séchage ;

m_m^f : Masse de l'éprouvette finale sèche après l'essai mouillage-séchage.

2.3.4.5 Résistance aux sulfates

La résistance des différents mortiers aux sulfates a été déterminée sur des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm³ soumises à l'attaque dans une solution de sulfate de sodium (Na₂SO₄). Après démoulage à 24 heures, le durcissement des éprouvettes se fait pendant 28 jours dans l'eau, puis elles sont immergées pendant : 28j, 90j, 180 j et 360 jours dans une solution du sulfate de sodium (Na₂SO₄) de concentration 5%. Par la suite elles sont soumises aux essais de traction par flexion puis de compression et en parallèle en mesure les résistances des éprouvettes soumis dans l'eau dans les mêmes périodes d'immersion pour la comparaison.

2.4. Conclusion

Dans ce troisième chapitre, nous avons exposé les différents matériaux utilisés dans nos formulations ainsi que leurs propriétés physiques et chimiques. Vingt deux compositions ont été mises au point, incorporant de la poudre de verre, le métakaolin et poudre de brique dans le ciment et le filler de kaolin dans le sable.

avec une étude comparative avec mortier de référence du point de vue mécanique.

Le projet expérimental associe essais de caractérisation mécanique sous sollicitation instantanée (compression, traction par flexion), études du comportement différé (retrait) et de la durabilité (essais de porosité et absorption par immersion, de l'attaque des sulfates Na_2SO_4 , d'absorption capillaire, séchage-mouillage).

Les résultats expérimentaux issus de ce programme d'essais, sont présentés dans le quatrième chapitre, nous donneront des informations déterminantes quant à la possibilité de substitution des additions minérales et la valorisation du nouveau sable avec le filler de kaolin dans la formulation des mortiers performants vis-à-vis du comportement mécanique et de la durabilité.

CHAPITRE 3.

ANALYSE ET DISCUSSION DES RESULTATS

3.1. INTRODUCTION.....	91
3.2. EFFET DU SUPER PLASTIFIANT ET DES ADDITIONS MINERALES SUR L'OUVRABILITE DES MORTIERS	91
3.2.1 EFFET DU TYPE ET DU DOSAGE DU SUPERPLASTIFIANT.....	91
3.2.2. EFFET DES ADDITIONS MINERALES	93
3.2.2.1. Ouvrabilité.....	93
3.3 INFLUENCE DE L'AJOUT DE FILLER DE KAOLIN ET LE TAUX DE SUBSTITUTION DES ADDITIONS MINERALES SUR LES PERFORMANCES MECANQUES DES MORTIERS.....	94
3.3.1 Résistance à la compression.....	94
3.3.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition	94
3.3.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions.....	96
3.3.2 Résistance à la traction par flexion.....	97
3.4 INFLUENCE DE L'AJOUT DE FILLER DE KAOLIN ET LE TAUX DE SUBSTITUTION DES ADDITIONS MINERALES SUR LA DURABILITE DES MORTIERS.....	99
3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion.....	99
3.4.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition.....	99
3.4.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions.....	101
3.4.2 Essais de l'absorption d'eau par capillarité.....	103
3.4.2.1 Cinétique d'absorption d'eau Me (g).....	103

A/ Combinaison unaire (unique).....	103
B/ Combinaison binaire et ternaire.....	105
3.4.2.2 Coefficient d'absorption d'eau	108
3.4.3 Essais de retrait.....	110
3.4.3.1 Variation dimensionnelle.....	110
3.4.3.2 Perte de masse (à l'air libre).....	113
3.4.4 Essais de séchage mouillage.....	115
3.4.4.1 Résistance à la compression.....	115
3.4.4.2 Résistance à la traction.....	116
3.4.5 Essais de résistance aux sulfates.....	118
3.4.6 Essais de résistance aux l'eau de mer.....	122
3.4.7 Essais de résistance à l'eau (comparaison).....	125
3.5 CONCLUSION.....	128
Conclusions Générales	130
Références Bibliographiques	134

3.1. Introduction

Nous présentons dans ce chapitre les différents résultats des nouveaux mortiers obtenus et aussi les interprétations des différents phénomènes physiques mécaniques et de la durabilité qui apparaissent au cours de ce travail.

Les résultats obtenus ont été présentés et comparés à ceux existants dans la littérature.

3.2. Effet du super plastifiant et des additions minérales sur l'ouvrabilité des mortiers

3.2.1: effet du type et du dosage du superplastifiant

Les superplastifiants jouent un rôle fondamental dans l'amélioration des propriétés des mortiers et des bétons. Lorsqu'ils sont introduits, à différents dosages, dans la composition d'un mortier avec addition minérale (1.5%) et (2.5%), le dosage en superplastifiant de 2.5% est plus efficace et apporte un grand gain d'ouvrabilité que le dosage à 1.5%.

Pour ce dernier dosage l'affaissement est ferme pour tous les mortiers sans additions et avec additions.

Tableau 3.1. Comparaison des mortiers de référence avec fort dosage des deux superplastifiants : SIKA et MEDAPLAST

Affaissement avec 1.5% de SIKA	Affaissement de 2.5% de MEDAPLAST40
C1 : 40	C1 : 60
C1-SP : 50	C1-SP : 80
C2 : 47.5	C2 : 60
C2-SP : 55	C2-SP : 80

L'adjuvant de 'MEDAPLAST40' est plus efficace dans l'ouvrabilité des mortiers que l'adjuvant SIKA (réducteur d'eau) lorsqu'on ajoute le filler (K) et les additions minérales (GP, MK, BW).

Les fiches techniques des deux superplastifiants indiquent un fort dosage (maximum) de 2.5% pour le MEDAPLAST et 1.5% pour le super plastifiant SIKA.

Les résultats de l'affaissement des mortiers à la table de secousse manuelle sont présentés sur le tableau 3.2.

Tableau 3.2. L'ouvrabilité de différentes compositions des mortiers

Compositions	SP%	F %
C1	-	60
C1-SP	2.5	80
C2	-	60
C2-SP	2.5	80
GP5	2.5	72
GP15	2.5	75
GP25	2.5	80
BW5	2.5	77
BW15	2.5	75
BW25	2.5	70
MK5	2.5	65
MK15	2.5	62
MK25	2.5	60
5GP+25MK	2.5	65
25GP+5MK	2.5	75
5GP+25BW	2.5	70
25GP+5BW	2.5	80
5MK+25BW	2.5	65
25MK+5BW	2.5	60
5GP+5BW+15MK	2.5	60
5GP+15BW+5MK	2.5	65

A partir des résultats illustrés sur le tableau 3.2, il est clair que la valeur du

15GP+5BW+5MK	2.5	70
--------------	-----	----

maximum de l'étalement
de mortier de ciment

augmente lorsqu'on introduit le super plastifiant et aussi lorsqu'on augmente le taux de substitution de l'addition minérale (GP). Par contre lorsque les taux de substitution de deux additions (MK, BW) augmentent, l'affaissement diminue.

La variation de l'affaissement est influencée par le type d'addition et son taux de substitution. Elle dépend aussi de l'ajout de super plastifiant ou non et de son dosage (fort ou faible).

Si l'addition possède une grande finesse et une grande demande en eau, ceci influence négativement sur l'affaissement.

3.2.2. Effet des additions minérales

3.2.2.1. Ouvrabilité

L'effet du dosage en superplastifiants sur l'ouvrabilité des mortiers a été évalué par la table de secousse manuelle juste après le malaxage.

L'incorporation d'un superplastifiant au mortier entraîne une modification de la fluidité. Cette dernière est directement reliée à la nature chimique et au dosage de superplastifiant.

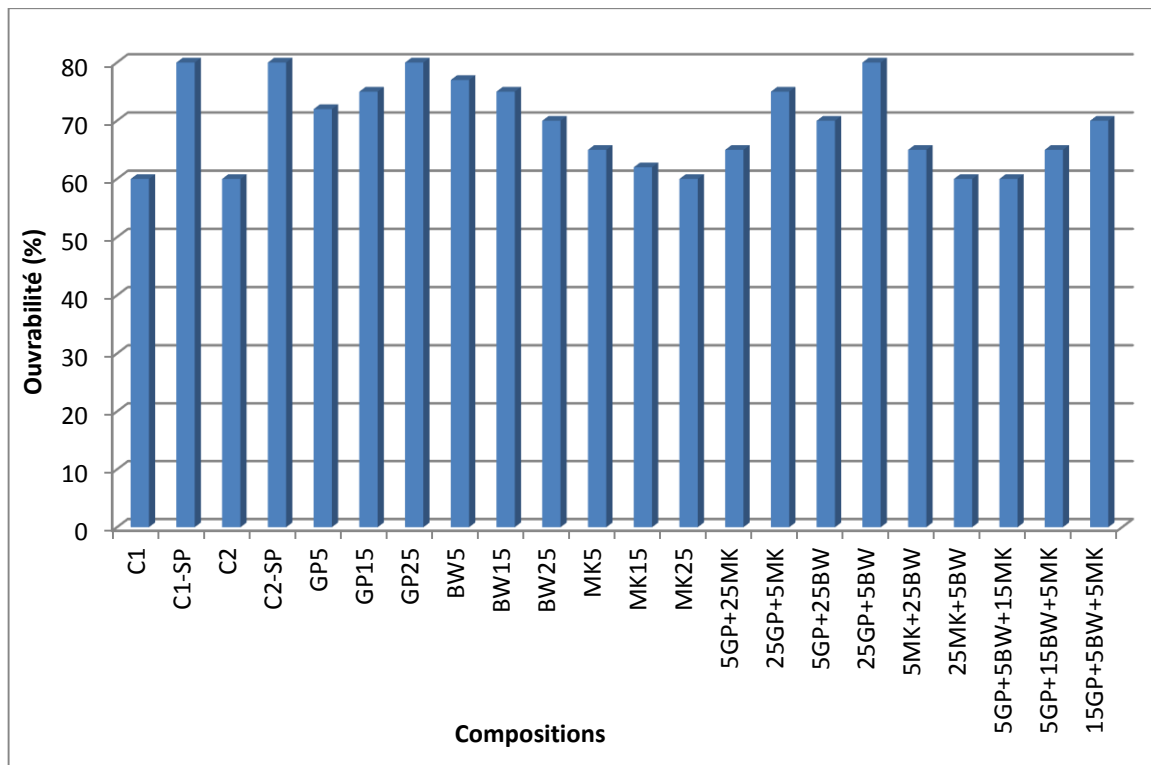


Figure 3.1 Effet de l'ajout et du super plastifiant sur l'ouvrabilité des compositions des mortiers

Les résultats obtenus sont récapitulés dans la (figure 3.1). Il est clair que l'ajout d'un superplastifiant augmente l'ouvrabilité du mortier.

En substituant le ciment avec le GP, le mortier donne une grande plasticité surtout lorsque le superplastifiant SP est utilisé. Pour le mortier avec le métakaolin et le déchet de brique, l'ouvrabilité diminue avec l'augmentation de taux des additions (MK, BW).

3.3 Influence de l'ajout de filler de kaolin et le taux de substitution des additions minérales sur les performances mécaniques des mortiers

3.3.1 Résistance à la compression

3.3.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition

A l'âge de 28 jours, on observe une chute de la résistance des mortiers élaborés à partir de la substitution de 5% de ciment par l'un des trois additions par rapport au mortier témoin (figure 3.2). Cette décroissance s'explique logiquement par le fait que la substitution de 5% de ciment par des trois types d'additions n'ont pas pu remplir la totalité des pores.

Pour les taux supérieurs de substitution (15 et 25%), la chute continue dans le cas de BW alors que la résistance augmente pour les deux autres additions et dépasse même celle du mortier témoin parce que les surfaces spécifiques de MK et GP sont supérieures à celle du ciment, ce qui a aidé à produire plusieurs modifications au sein du squelette solide du mélange. La petite taille des particules des substitutions comble les vides et augmente la densité de la matière, et par conséquent, l'eau attrapée dans les pores est libérée ce qui augmente la compacité de la pâte, améliore l'ouvrabilité et diminue la demande en eau comme le montrent les travaux ([71], [72], [73]).

En plus, l'absorption des deux additions diminue lorsque le taux de MK et GP augmente. Aussi ce sont les deux éléments les plus réactives dans l'hydratation du ciment ce qui remplit les pores, réduit E/C et densifie le squelette de la pâte. La résistance du mortier au MK est la plus grande que les autres additions grâce à sa réactivité pouzzolanique qui a permis la consommation de la portlandite Ca(OH)_2 et la formation de nouveaux CSH qui ont consolidé la structure.

Par contre, la résistance de mortier au BW diminue avec l'augmentation de la teneur de l'addition à cause de l'augmentation de l'absorption d'eau par immersion selon les résultats de l'essai d'absorption réalisé.

En ce qui concerne les mortiers avec addition aux différentes échéances (Figure 3.3), la comparaison des résistances des quatre mortiers témoins C1, C1-SP, C2 et C2-SP montre que la résistance de mortier C2-SP est la plus grande. Cette constatation peut être expliquée par l'existence de la poussière de filler de kaolin qui a pu remplir et densifier les pores et sa réactivité pouzzolanique a conduit à la consommation de la portlandite Ca(OH)_2 et la formation de nouveaux CSH (silicate de calcium hydraté) qui ont pu consolider la structure et augmenter la résistance.

A très long terme (90 et 180 jours), la résistance à la compression augmente progressivement avec l'âge de conservation dans l'eau, après que la résistance à 28 jours a pu atteindre un niveau de 90% de la résistance finale. A 180j la résistance du mortier préparé avec 25% MK est supérieure à celles des mortiers élaborés à base de 25% de GP ou de BW. Les mortiers à base de BW demeurent toujours les moins résistants ce qui nous permet de conclure que le BW doit être employé à des teneurs minimales limitées (à 5% dans notre cas).

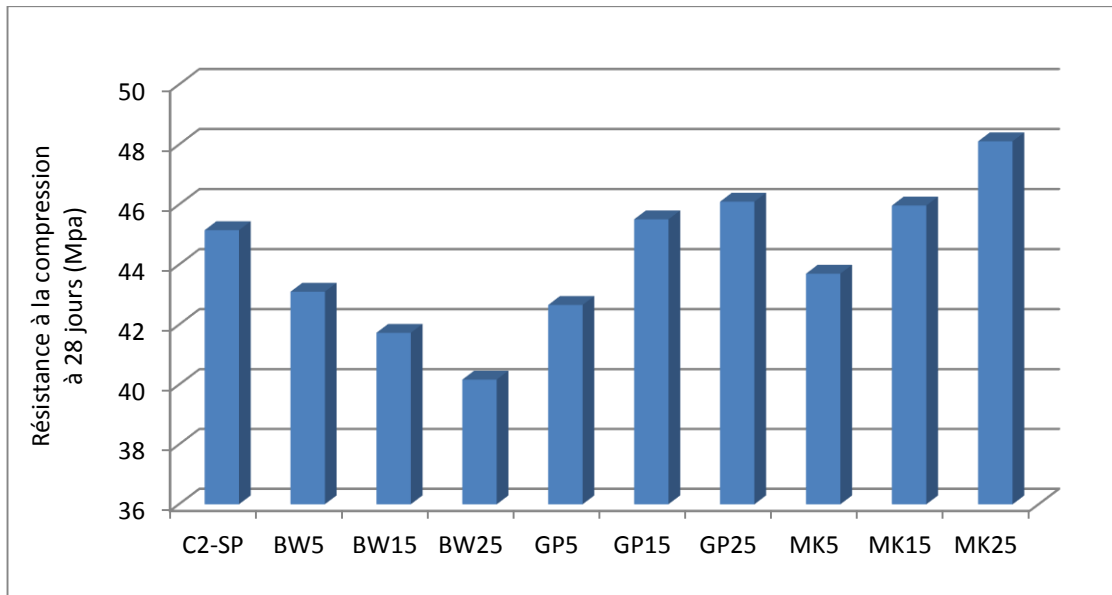


Figure 3.2 Effet du pourcentage d'addition sur la résistance à la compression des mortiers à 28 jours

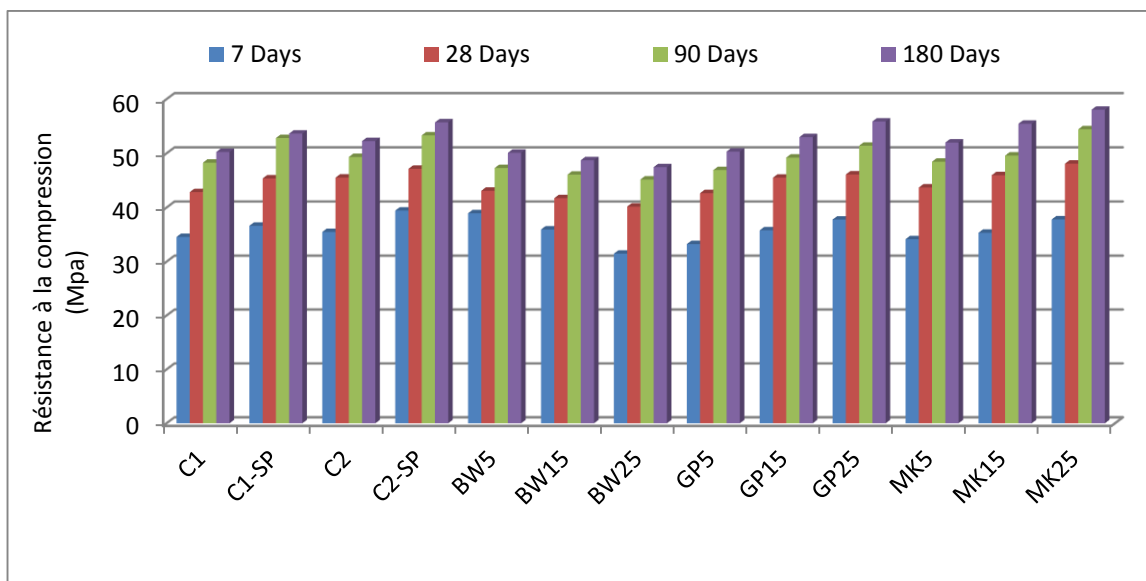


Figure 3.3 Evolution dans le temps des résistances à la compression des mortiers avec additions séparés

3.3.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions

Les résultats de la résistance à la compression à 28 jours des mortiers avec une combinaison de deux et de trois additions sont présentés sur la figure 3.4. On remarque que pour toutes les combinaisons il y a une chute de la résistance par rapport à celle du mortier témoin C2-SP. Néanmoins cette chute est moins importante pour les combinaisons contenant le MK et/ou GP car l'absorption d'eau est inférieure par rapport à celle du mortier avec du BW. Pour ce dernier,

plus le pourcentage de substitution est grand et plus la chute de résistance est importante, ce s'explique par le fait que l'absorption d'eau du mortier avec 25% de BW est plus grande par rapport celles avec 5% et 15%.

Les résistances à 28 jours des mortiers avec la combinaison binaire (5GP+25MK) et la combinaison ternaire (5GP+5BW+15MK) sont supérieures à celles des autres compositions car le GP et MK ont des surfaces spécifiques supérieures et présentent une absorption d'eau inférieure ce qui les rend plus réactifs en présence du ciment surtout à des pourcentages élevés (15% et 25%) et par suite elles offrent plus de pouzzolanité. D'un autre côté, l'absorption de MK est inférieure à celle du GP car le MK est plus fine que GP et par conséquent la résistance du mortier à base de MK est supérieure à celle des mortiers à base de GP et de BW.

Les mêmes constatations peuvent être signalées à plus longs termes (90 et 180 j) (figure 3.5).

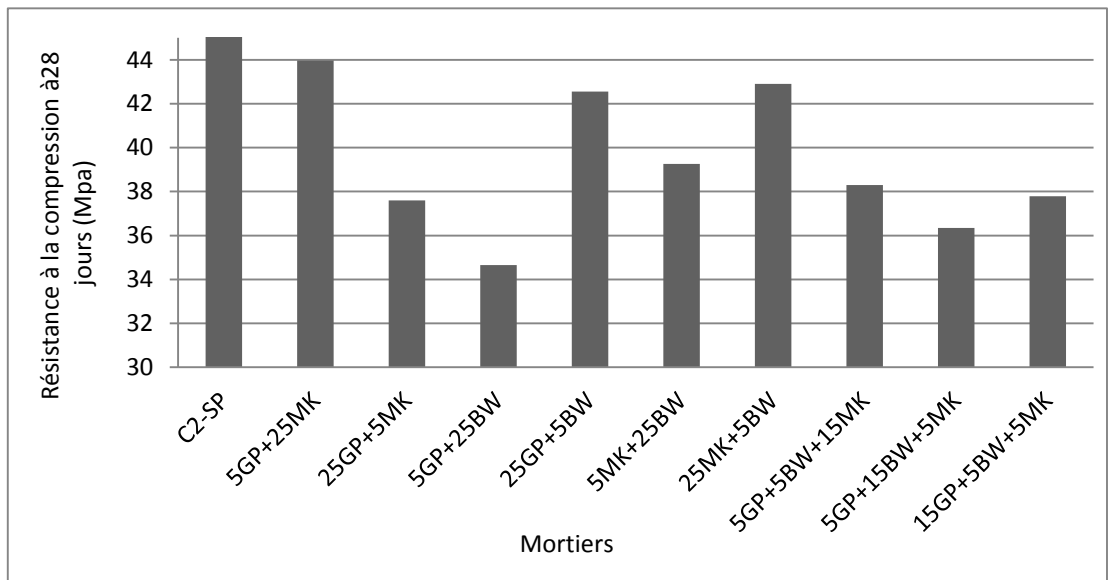


Figure 3.4 Effet des combinaisons d'additions sur la résistance à la compression à 28 jours des mortiers

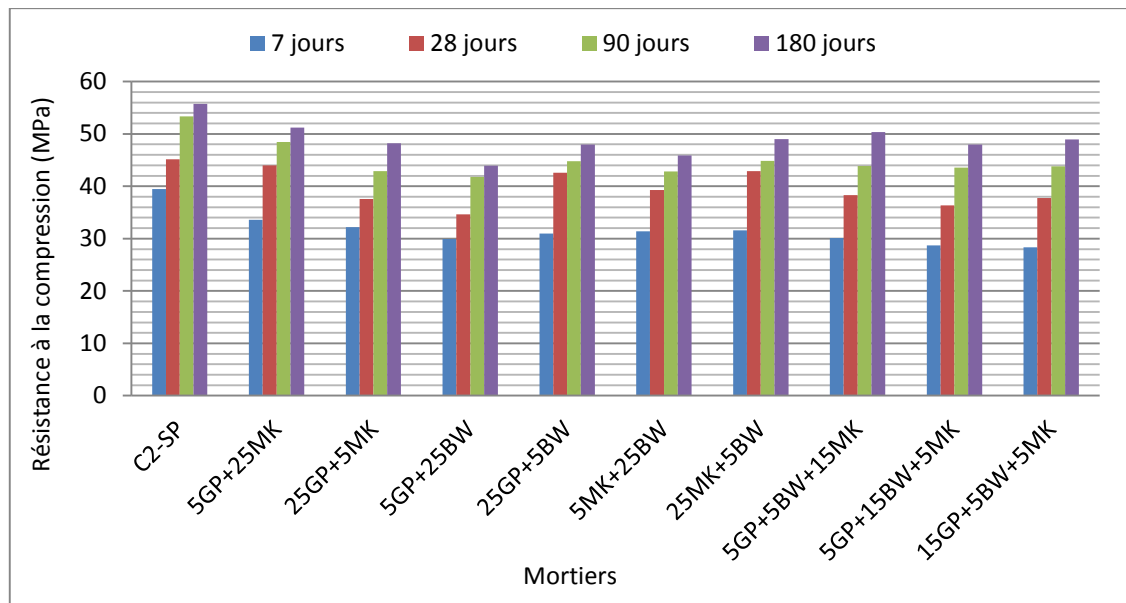


Figure 3.5 Evolution dans le temps des résistances à la compression des mortiers avec additions combinés

3.3.2 Résistance à la traction par flexion

En utilisant les ajouts séparément, les résultats des résistances à la traction présentés sur la figure 3.6 montrent que la substitution de 5% de ciment ont conduit immédiatement à une chute de résistance pour les trois additions par rapport au mortier témoin. Cette chute continue dans le cas de la poudre de brique pour les pourcentages élevés de substitutions (15% et 25%) car lorsque la teneur augmente, l'absorption augmente. Dans le cas de GP et du MK, la résistance remonte progressivement pour 15% puis pour 25% de substitution comme les résultats de la résistance à la compression.

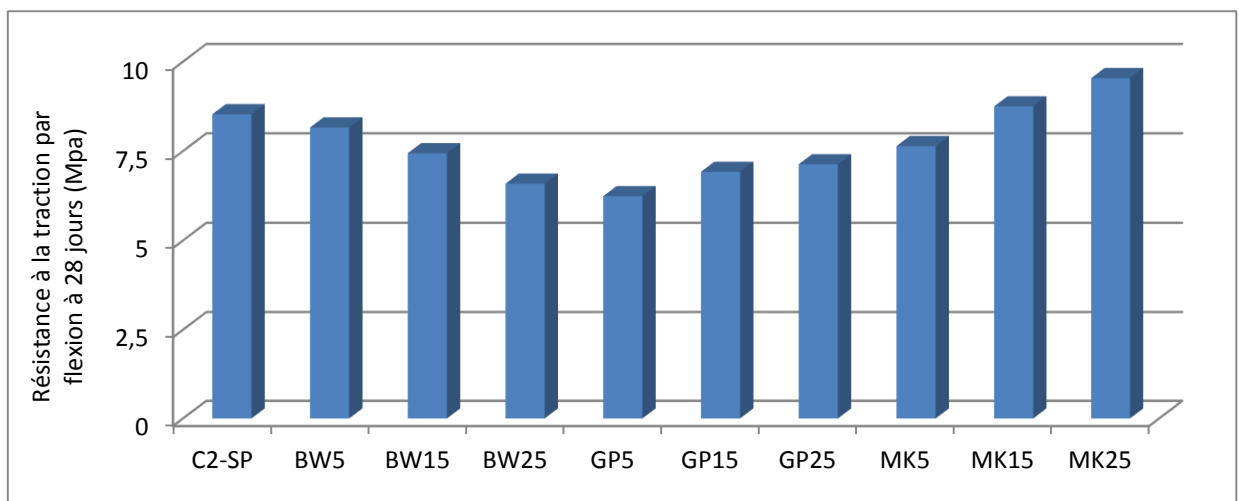


Figure 3.6 Effet du pourcentage d'ajouts sur la résistance à la traction à 28 jours des mortiers

Sur la figure 3.7 on peut clairement apercevoir l'augmentation des résistances avec l'augmentation d'âge. À long terme la résistance de C2-SP est grande et comparable avec celle de MK par contre à court terme c'est celle de MK qui est la plus grande.

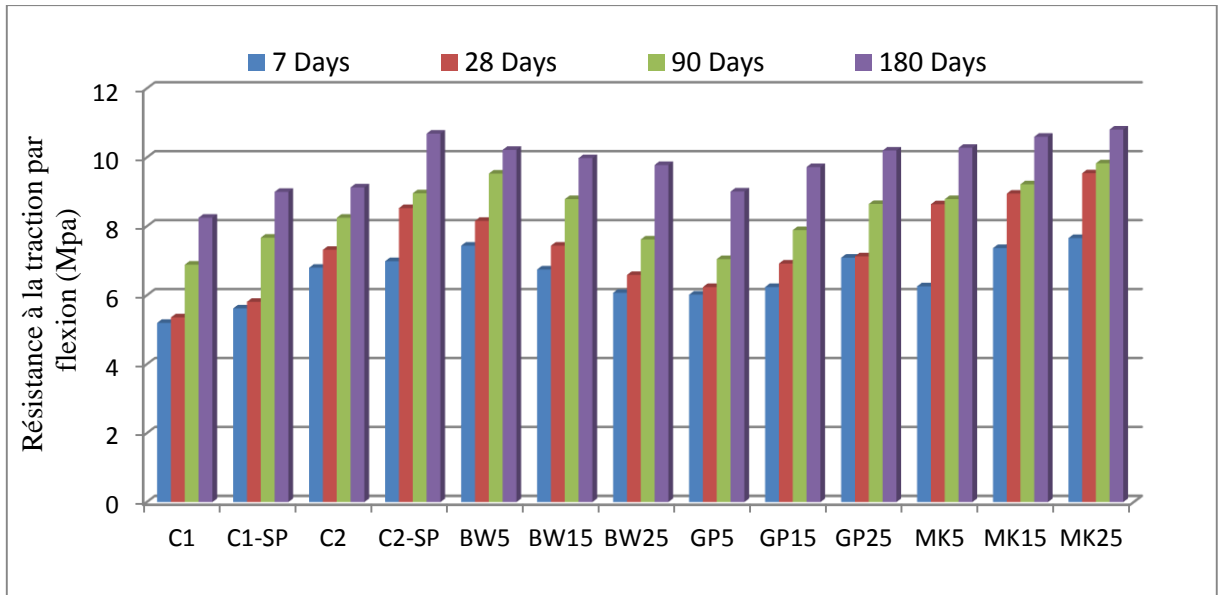


Figure 3.7 Evolution dans le temps des résistances à la traction par flexion des mortiers avec additions séparés

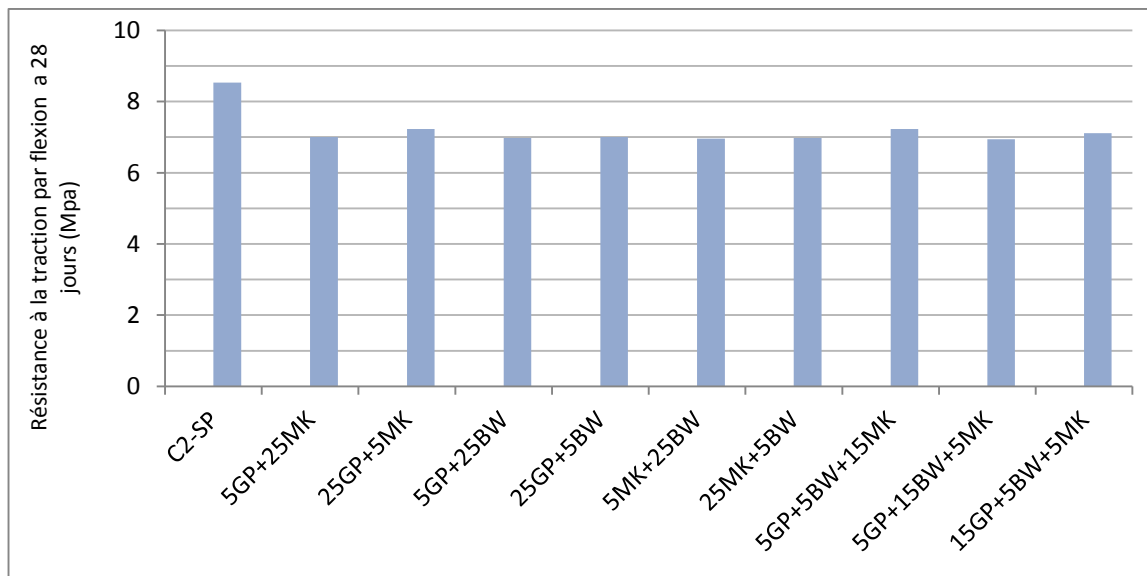


Figure 3.8 Effet des combinaisons d'ajouts sur la résistance à la traction à 28 j des mortiers

Dans le cas de la combinaison d'additions, la figure 3.8 montre qu'à l'âge de 28 jours, pour toutes les combinaisons, il a eu des chutes de résistance par rapport à celle du mortier témoin.

Néanmoins, ces chutes sont moins importantes pour les combinaisons contenant du MK et/ou la GP que pour la combinaison contenant du BW.

La figure 3.9 montre qu'à long terme, pour toutes les combinaisons d'additions, il a eu des chutes de résistance par rapport à celle du mortier témoin. Néanmoins, ces chutes sont importantes pour les combinaisons contenant 25% du BW.

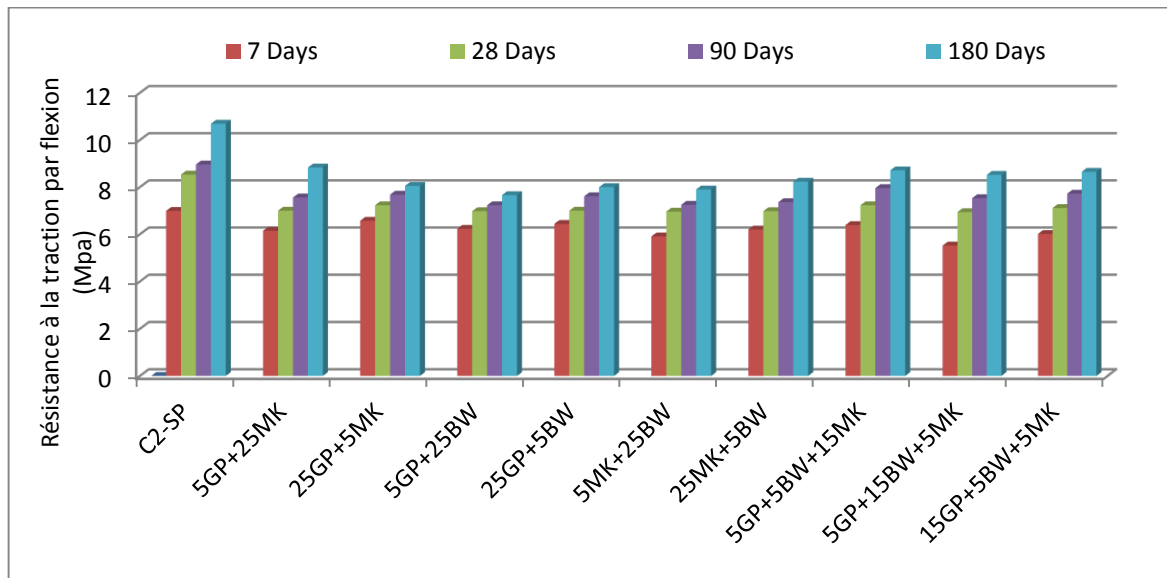


Figure 3.9 Evolution dans le temps des résistances à la traction par flexion des mortiers avec additions combinés

3.4 Influence de l'ajout de filler de kaolin et le taux de substitution des additions minérales sur la durabilité des mortiers

3.4.1 Porosité par peser hydrostatique et absorption par immersion

3.4.1.1 Effet de la nature et du dosage de l'addition

Les résultats obtenus des trois additions substitués séparément au ciment sont reportés sur la (figure 3.10).

Ces résultats montrent une diminution continue de la porosité dans le cas du MK par rapport au mortier témoin (C2-SP). Par contre, les mortiers élaborés à base de BW et à base de GP avec la teneur de 5% de substitution ont présenté une augmentation de la porosité puis une diminution pour les teneurs de 15 et 25%. Ces résultats peuvent être justifiés par le bon remplissage des pores, en effet la finesse de MK est très élevée par rapport à celle du ciment ce qui a permit de remplir les pores à partir de 5% par contre BW et GP possèdent des finesses

plus faibles et ne permettent pas de remplir le maximum de pores. Ceci est rattrapé en partie suite à l'augmentation des teneurs de GP et BW.

L'influence du taux de l'addition sur l'absorption par immersion du mortier est très claire sur la figure 3.11.

Ainsi on constate que, pour les déchets de brique, l'absorption augmente progressivement avec le taux d'addition car la brique est un matériau plus poreux et ayant une finesse plus faible que le GP et le MK. Par contre pour le cas de GP et du MK, l'absorption augmente certes pour un taux de substitution de 5% mais elle redescend progressivement pour les taux de 15 et 25% car pour le taux de 5% les pores n'ont pas été remplis complètement par les additions pour cela elles se remplissent par de l'eau ce qui explique la chute de résistance.

Par contre l'augmentation du taux de substitution à 15 et 25% a permis un bon remplissage des pores par la substitution grâce à sa grande finesse.

Donc la diminution des pores est associée à une diminution de l'absorption d'eau et a conduit à une augmentation de la résistance.

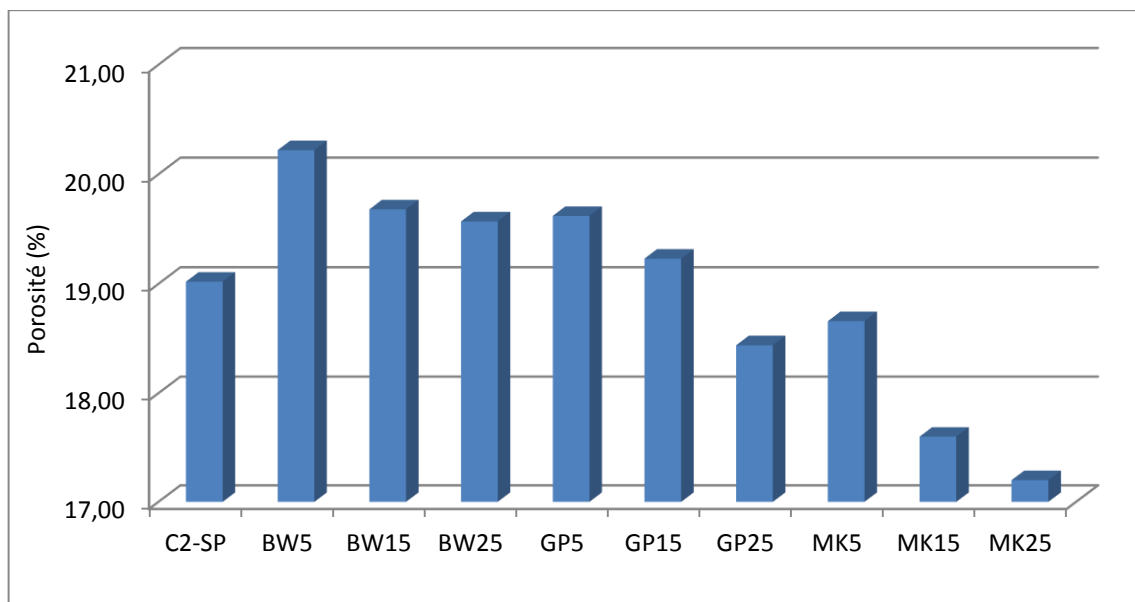


Figure 3.10 Effet du pourcentage d'addition sur la porosité des mortiers

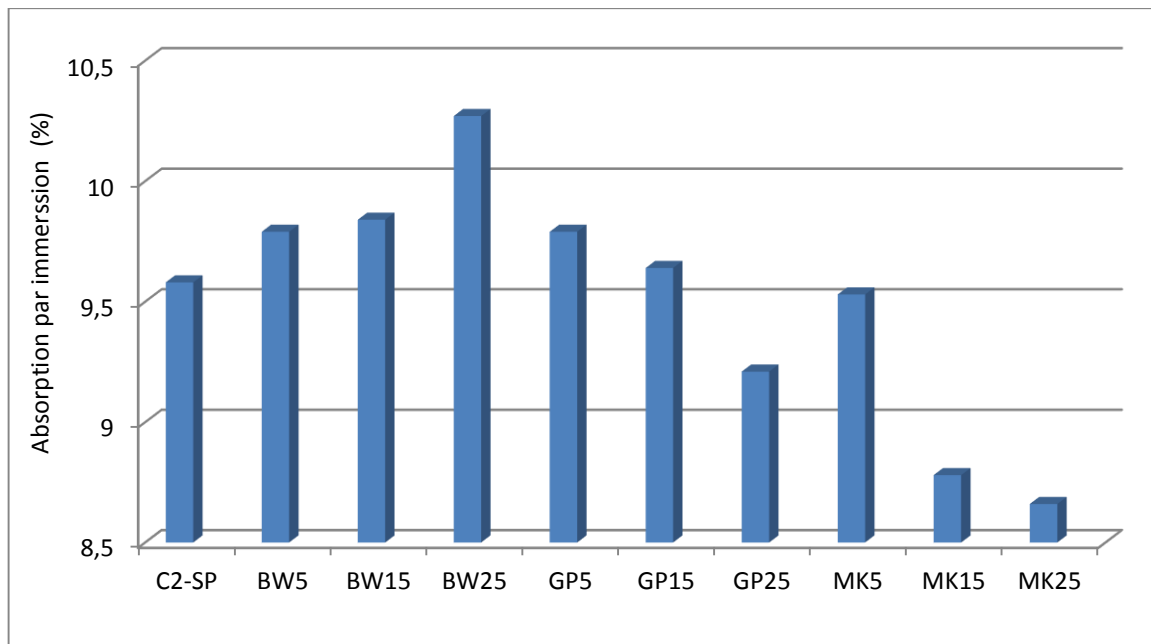


Figure 3.11 Effet du pourcentage d'addition sur l'absorption par immersion des mortiers

3.4.1.2 Effet de la combinaison binaire ou ternaire des additions

La figure 3.12 montre clairement que ce sont les deux compositions (5GP+25MK et 5GP+5BW+15MK) qui donnent les porosités les plus faibles. Ces deux compositions donnent aussi les absorptions les moins élevées (figure 3.13) et ce sont les mêmes mélanges de mortiers les plus résistants. Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que le MK possède la finesse la plus grande (petite taille des particules) et pour cela il remplit le maximum de pores et rend la structure moins poreuse ce qui donne moins d'absorption d'eau.

Ces constatations sont aussi faites par de nombreux chercheurs comme dans les travaux ([71], [72], [73]).

Par contre ce sont les combinaisons (5GP+25BW et 5GP+15BW+5MK) qui donnent les valeurs les plus élevées de l'absorption d'eau car lorsqu'on augmente le taux de BW, la porosité augmente et donc l'absorption d'eau augmente en conséquence.

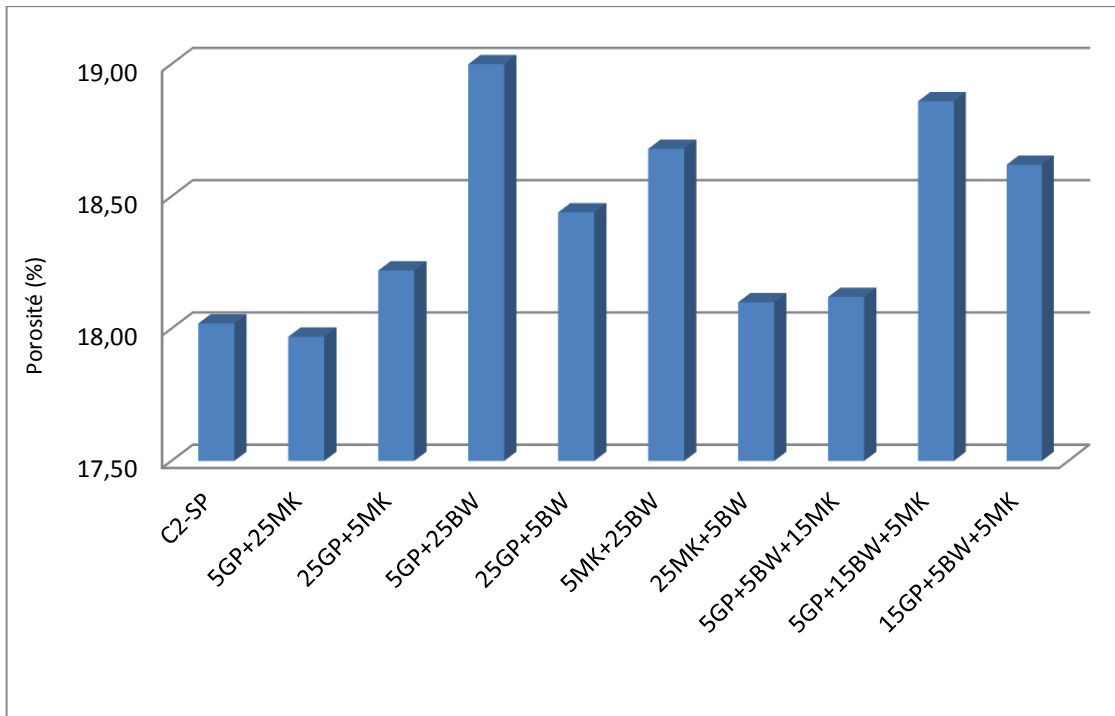


Figure 3.12 Porosité accessible à l'eau des différentes compositions des mortiers

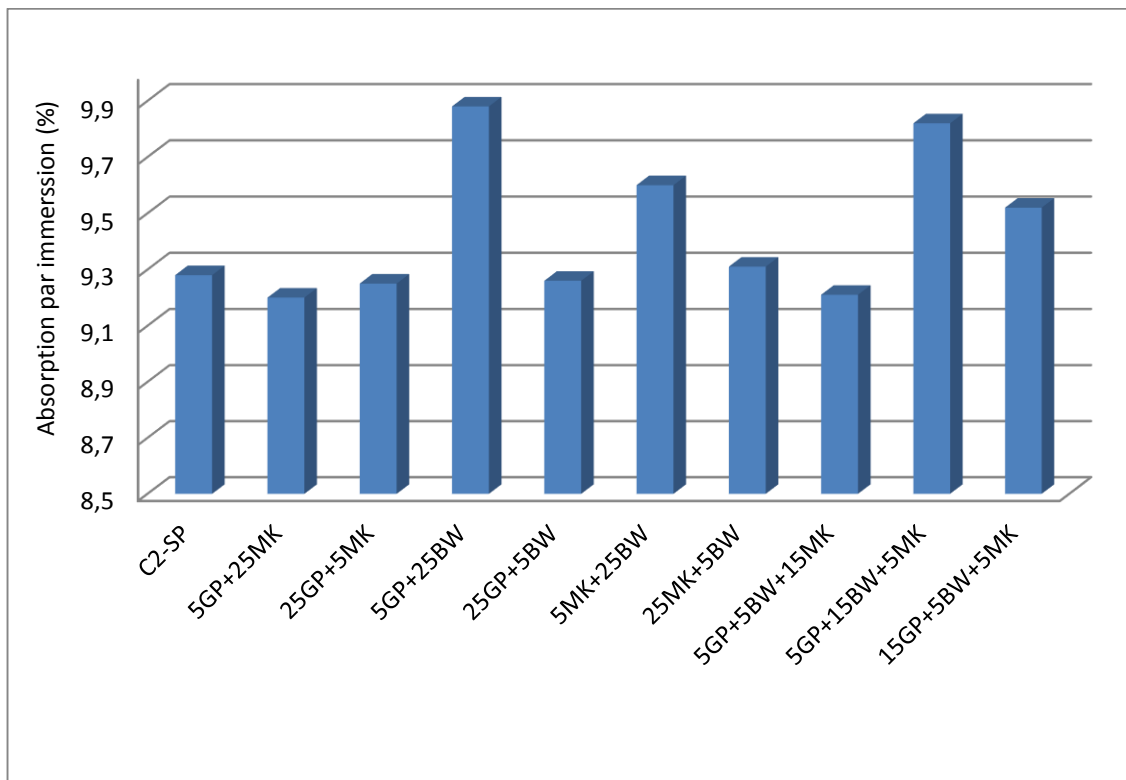


Figure 3.13 L'absorption d'eau par immersion des mortiers

3.4.2 Essais de l'absorption d'eau par capillarité

3.4.2.1 Cinétique d'absorption d'eau Me (g)

A/ Combinaison unaire (unique)

Les résultats obtenus des trois additions séparés avec différents taux de substitution au ciment et avec filler de kaolin incorporé dans le sable sont reportés sur la figure 3.14.

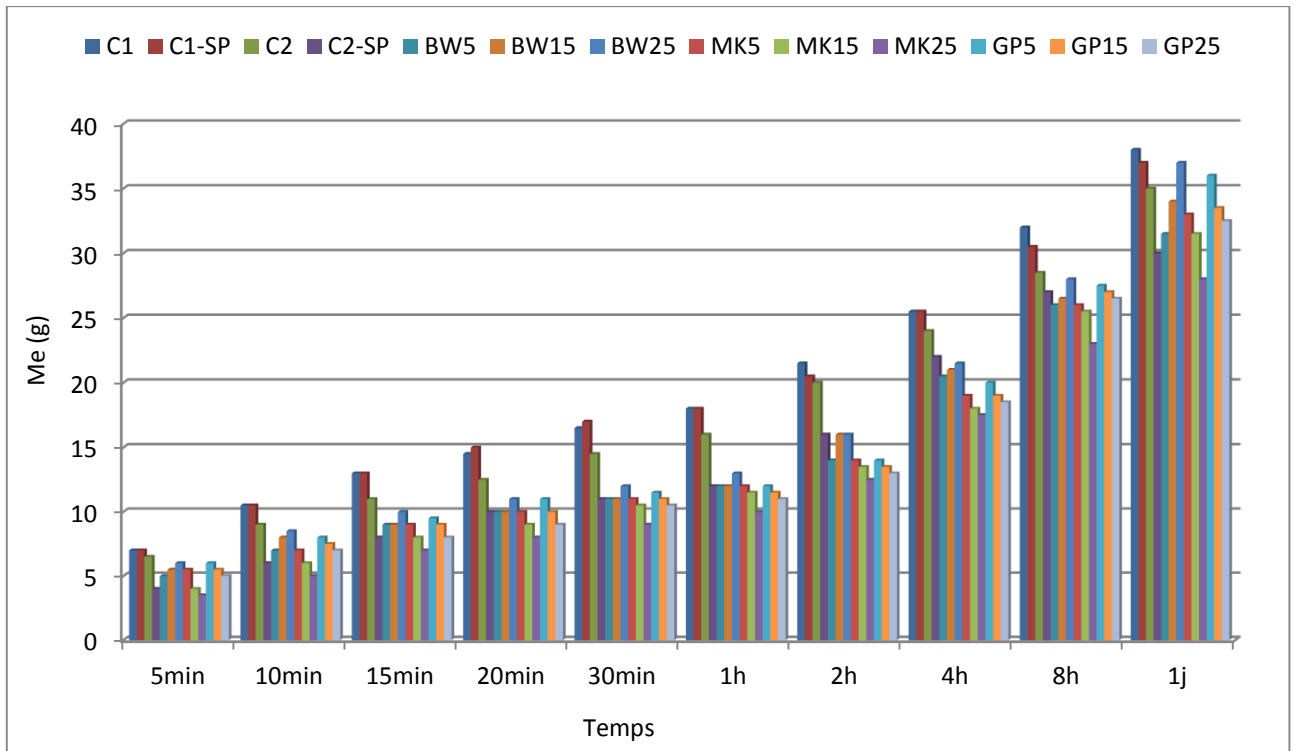


Figure 3.14 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des 13 compositions unaires des mortiers

Ces résultats montrent une augmentation continue de l'absorption d'eau par capillarité dans les 13 compositions des mortiers fillarisés substitués par GP, MK et BW durant le temps de l'absorption.

Le mortier sans addition (C2-SP) est moins absorbant que les mortiers sans addition (C1), (C1-SP) et (C2) car c'est un mortier fillarisé et super plastifié.

Par contre, les mortiers élaborés à base de MK et à base de GP ont présenté une diminution de l'absorption d'eau par capillarité avec l'augmentation des taux de substitutions et présentent des augmentations avec le temps car GP est non absorbant et MK remplit les pores entre les grains.

Les mortiers élaborés à base de BW ont présenté une augmentation progressive de l'absorption d'eau avec l'augmentation de taux d'addition car la brique est un matériau plus poreux et ayant une finesse plus faible que celle du GP et du MK. L'absorption d'eau augmente avec le temps dans tout les cas.

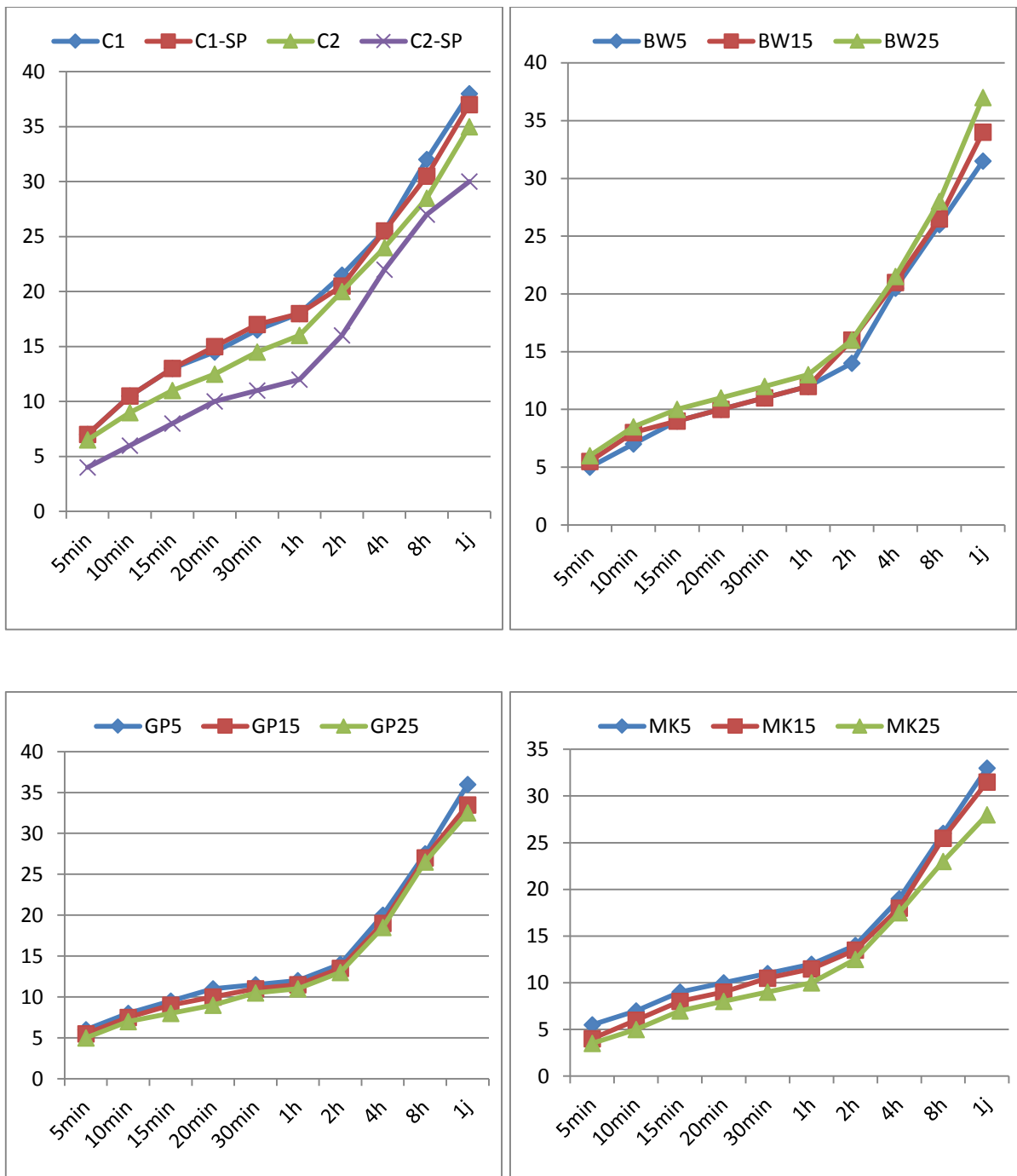


Figure 3.15 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des mortiers durant les temps des combinaisons unaires

L'influence du taux de l'addition sur l'absorption par capillarité du mortier est constatée sur la figure 3.15.

B/ Combinaisons binaire :

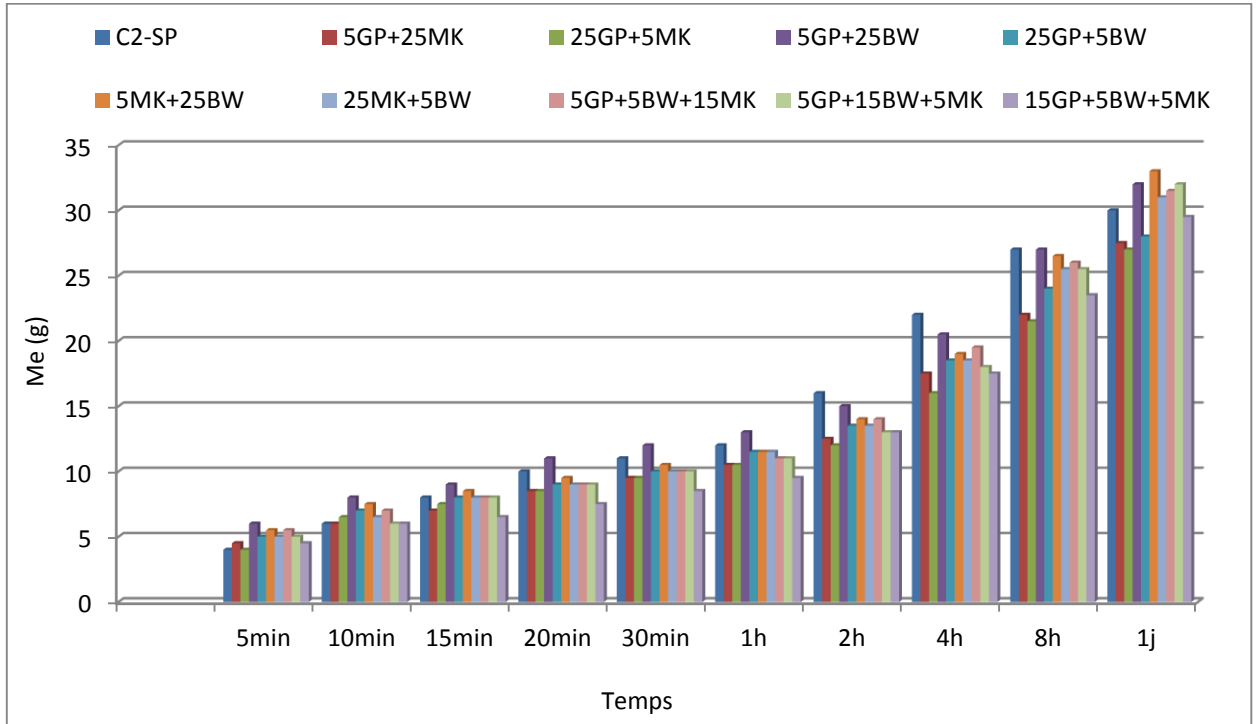
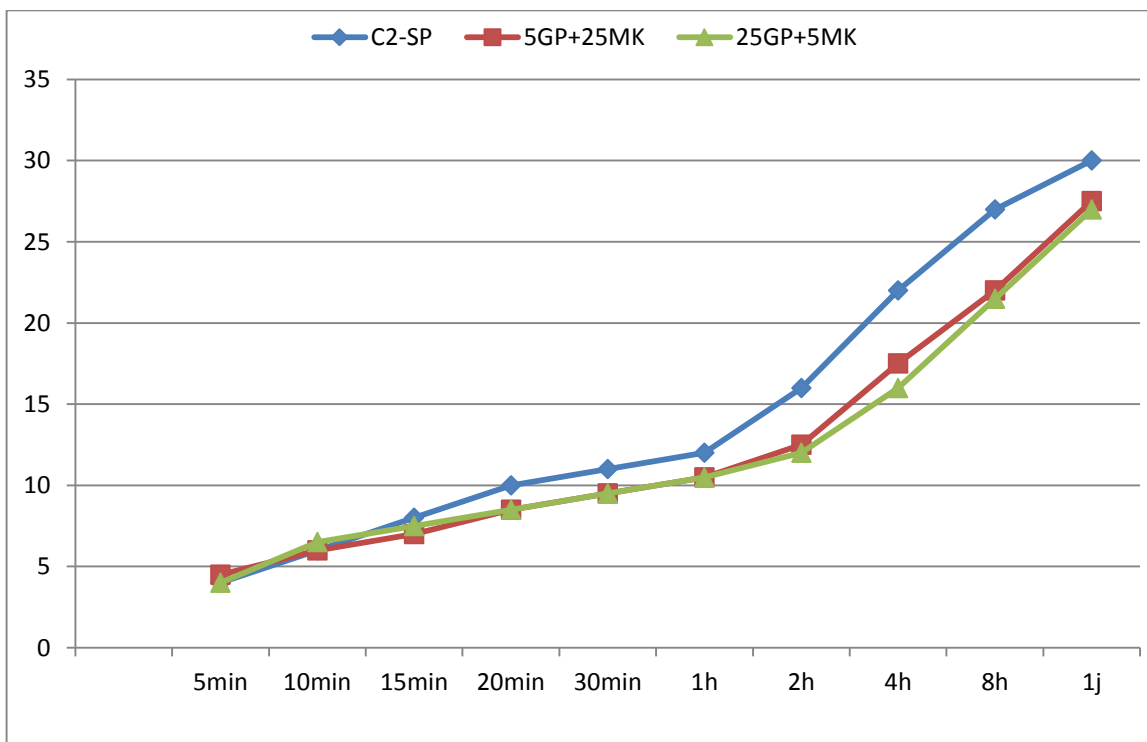
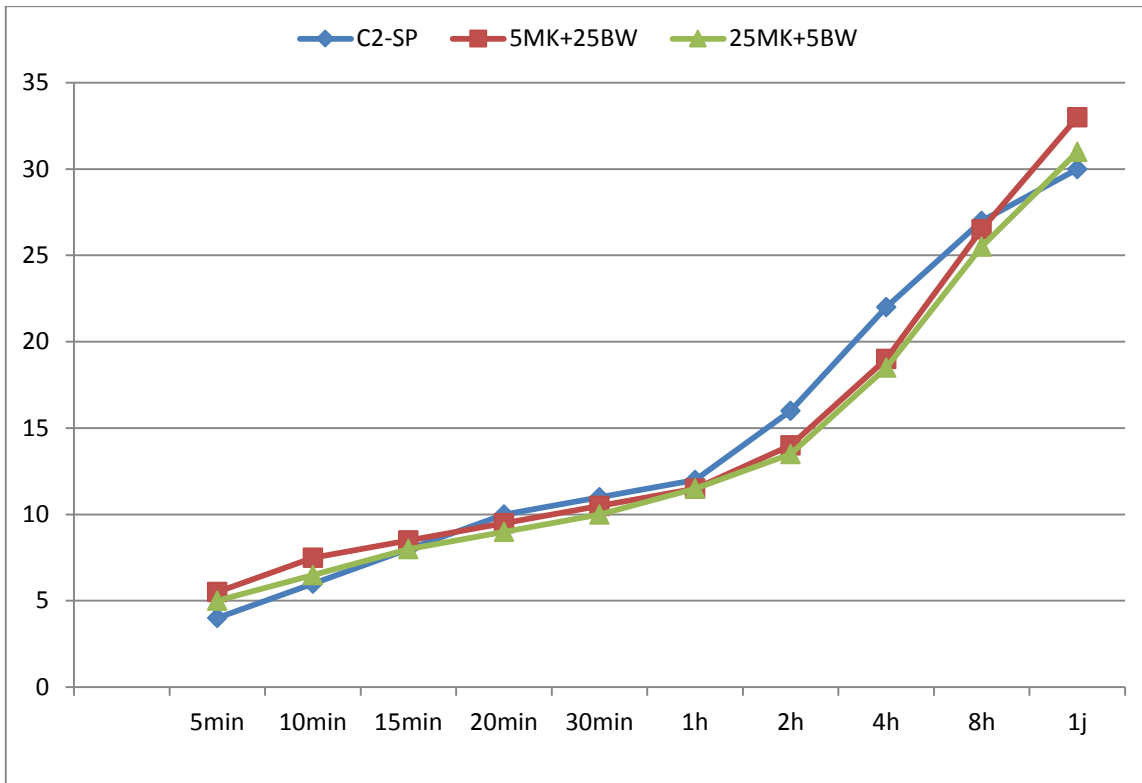


Figure 3.16 La cinétique d'absorption d'eau des combinaisons binaire et ternaire

La figure 3.16 montre clairement que ce sont les deux compositions (5GP+25MK), (25GP+5MK) qui donnent l'absorption d'eau capillaire les plus faibles.

Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que le MK possède la finesse la plus grande et pour cela il remplit le maximum des pores et rend la structure moins poreuse ce qui donne moins d'absorption d'eau par capillarité.

Aussi le GP c'est un matériau non absorbant de l'eau et lorsqu'il est mélangé avec MK qui possède aussi une faible absorption donne un mélange plus compact et résistant.



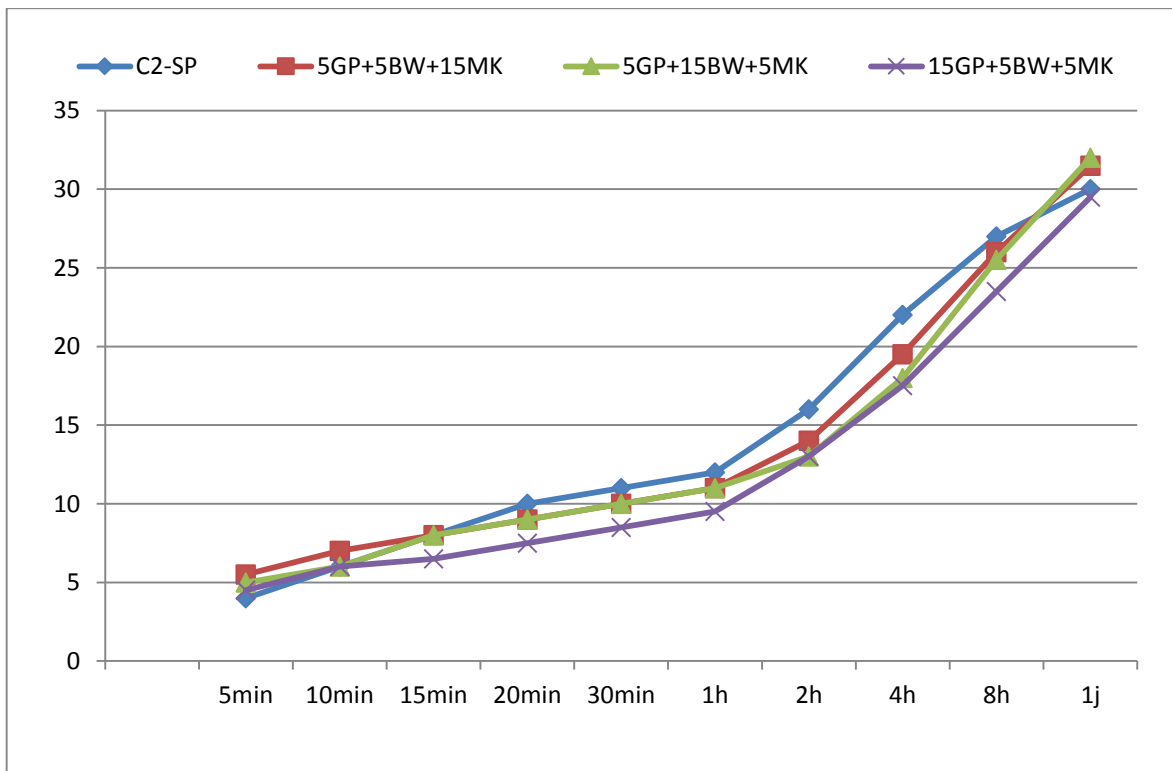
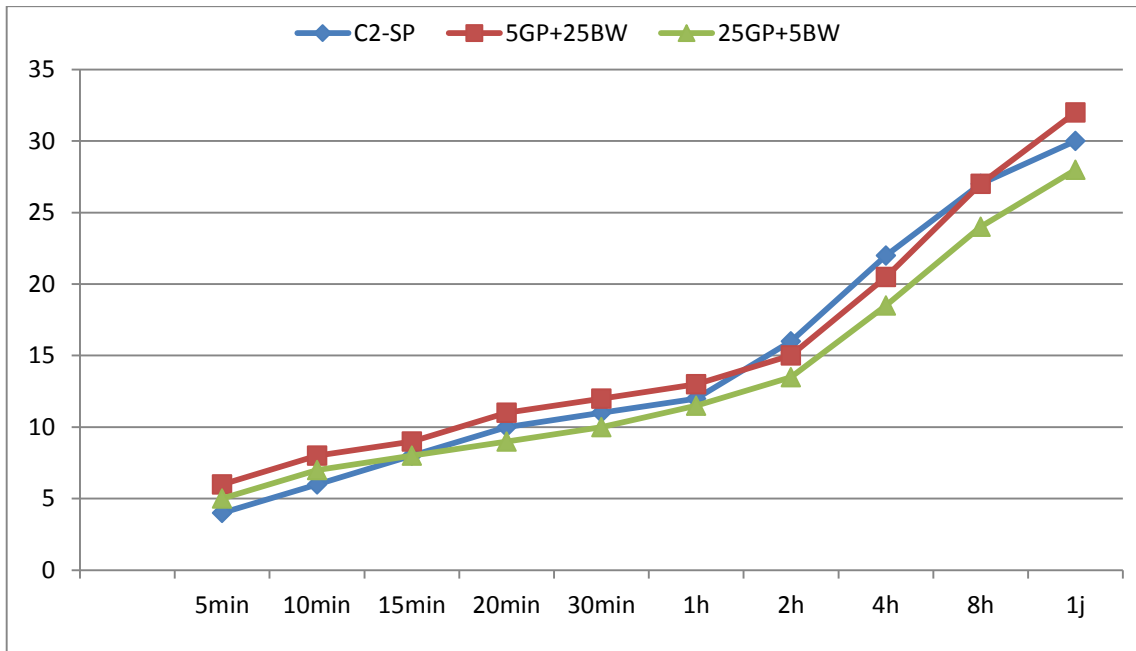


Figure 3.17 La cinétique d'absorption d'eau par capillarité des mortiers durant le temps des combinaisons binaires et ternaires

L'influence du taux de l'addition sur l'absorption par capillarité du mortier est très claire sur la figure 3.17.

Les combinaisons (5GP+25BW, 5MK+25BW et 5GP+15BW+5MK) donnent les valeurs les plus élevées de l'absorption d'eau par capillarité lorsqu'on augmente le taux de BW.

Ceci s'explique par le fait que BW est un matériau très absorbant et ayant la porosité la plus grande, l'absorption d'eau augmente en conséquence.

3.4.2.2 Coefficient d'absorption d'eau (i)

La figure 3.18 montre que le coefficient d'absorption capillaire de MK et GP diminue avec l'augmentation du pourcentage du métakaolin et de poudre de verre.

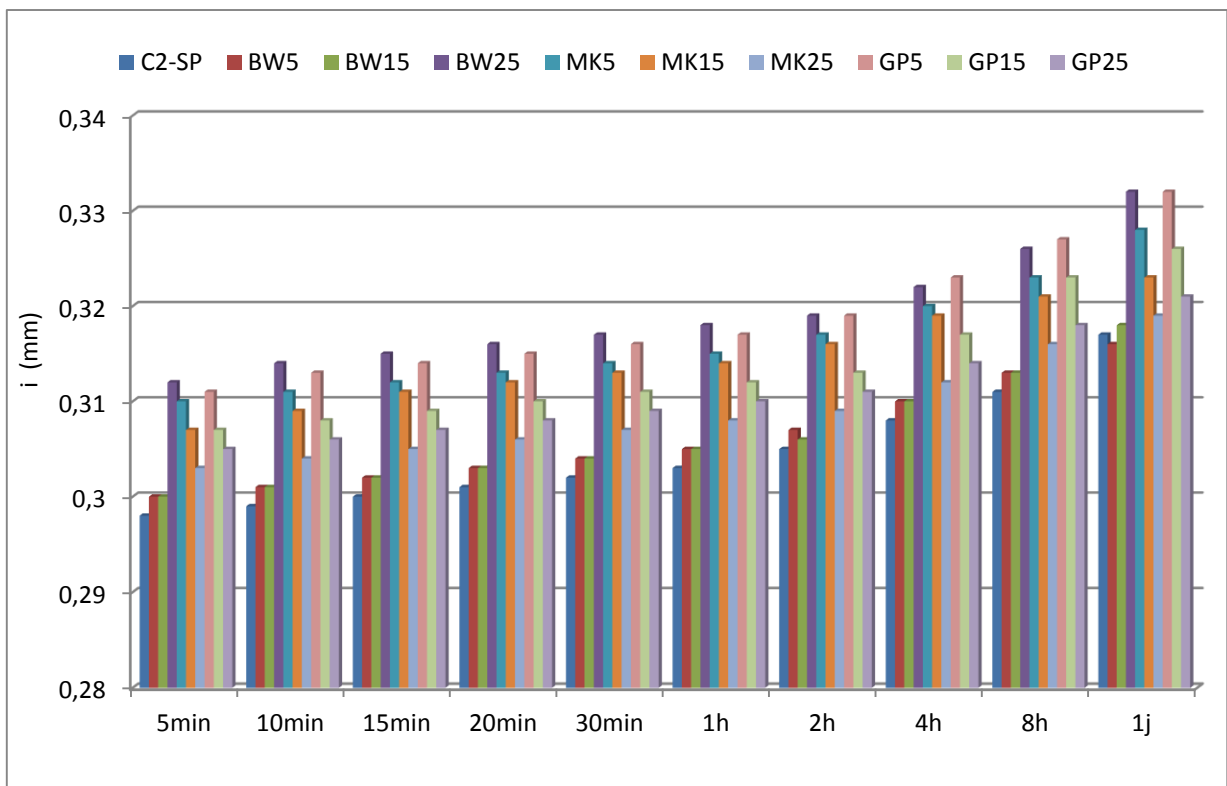


Figure 3.18 Influence des taux de substitution sur le coefficient d'absorption d'eau des compositions unaires

Cette diminution peut être expliquée par une structure de pores plus fine de MK et la non absorbativité de GP, ceci signifie que l'incorporation du métakaolin a un effet très positif sur la résistance des mortiers à l'infiltration de l'eau par capillarité c'est aussi le cas pour le GP.

L'introduction de filler de kaolin et le super plastifiant permettent de réduire le coefficient d'absorption d'eau.

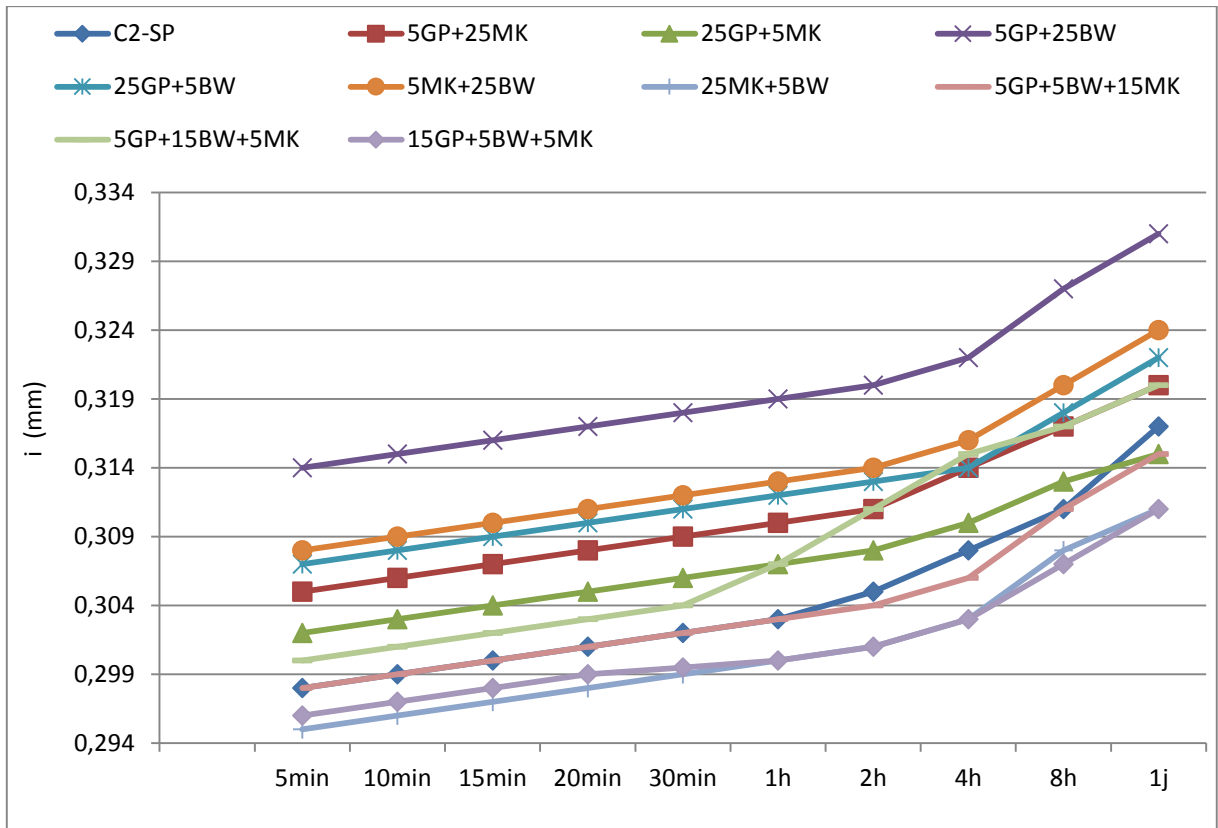


Figure 3.19 Influence des taux de substitution sur le coefficient d'absorption d'eau des compositions binaire et ternaire

La figure 3.19 montre que le coefficient d'absorption capillaire de différentes compositions de mortier augmente avec l'augmentation du temps de l'essai.

Le coefficient d'absorption d'eau de BW augmente avec l'augmentation du pourcentage de déchet de brique.

Les mélanges qui contiennent 25% de BW possèdent un coefficient d'absorption très élevé par contre les mélanges qui contiennent un taux élevée de MK ou de GP possèdent un coefficient d'absorption faible.

3.4.3 Essais de retrait

3.4.3.1 Variation dimensionnelle

A/ Combinaisons unaires

La figure 3.20 illustre les résultats du retrait endogène pour différents taux de poudre de verre, de déchet de brique et de métakaolin. Ainsi que celui des 4 mortiers avec et sans (filer de kaolin et super plastifiant).

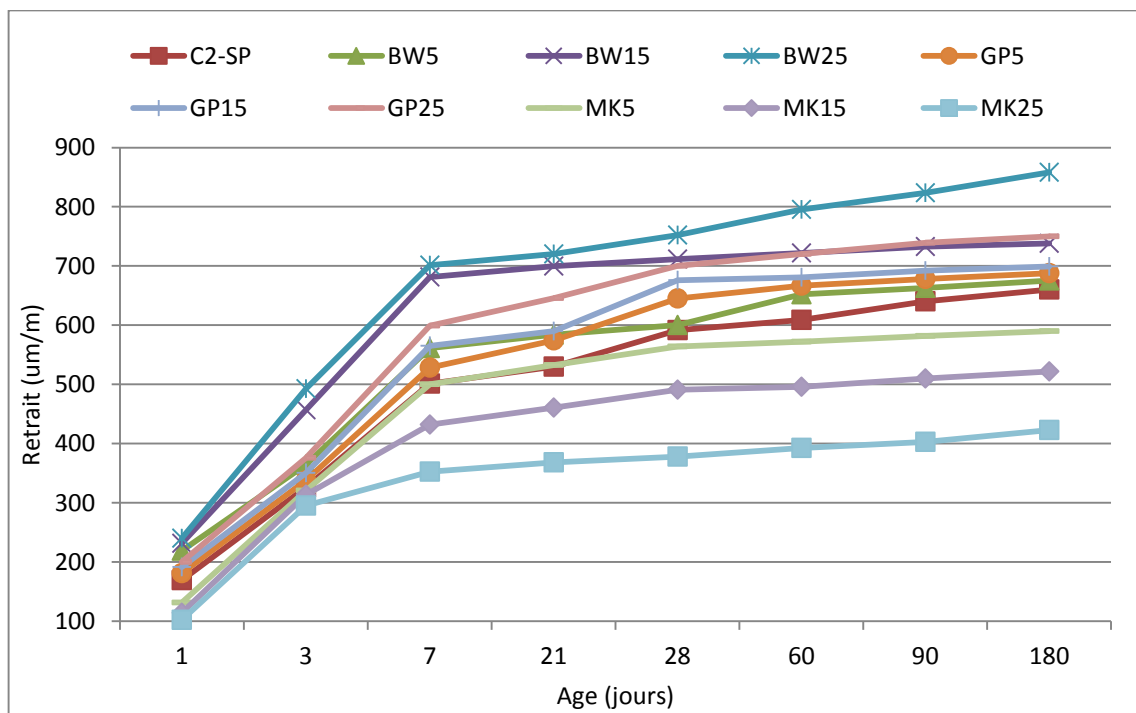
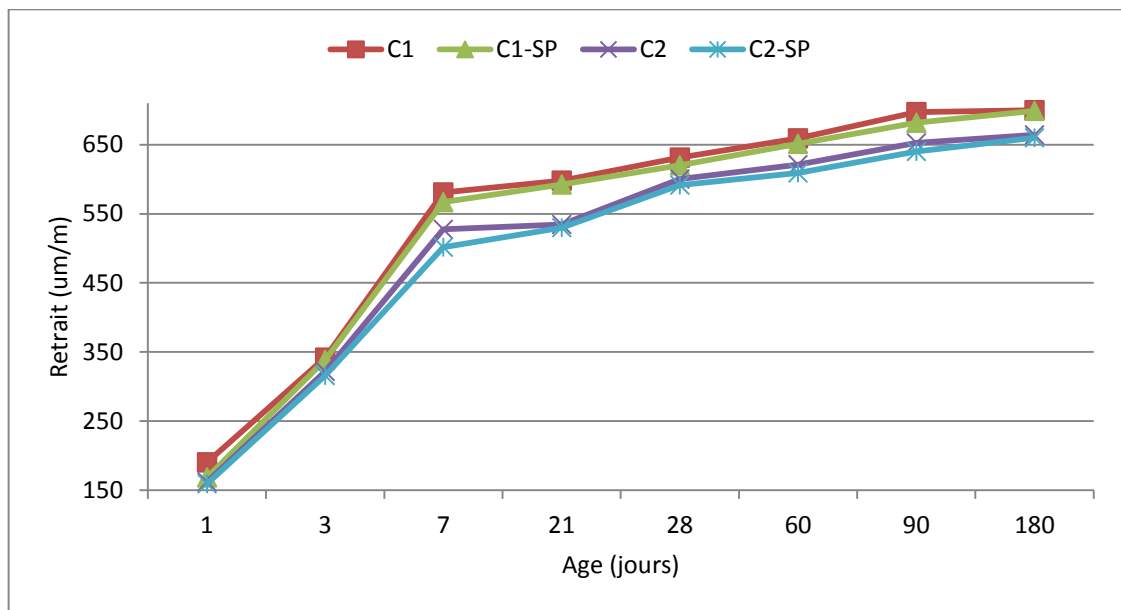


Figure 3.20 Evolution des variations dimensionnelles du retrait endogène des 13 compositions unaires des mortiers

La comparaison entre les quatre mortiers témoin (C1, C1-SP, C2 et C2-SP) a montré que :

Le retrait du mortier avec filler de kaolin (C2) est inférieur à celui du mortier sans filler (C1) à cause que le filler diminue la porosité engendrée par le ciment.

Le retrait des mortiers sans super plastifiant (C1, C2) est supérieur au retrait des mortiers avec super plastifiant (C1-SP, C2-SP) car le super plastifiant déflocule les grains de ciment, et son introduction permet de réduire l'eau de gâchage qui conduit à améliorer le retrait.

L'évolution de retrait des mortiers où le ciment est substitué par GP et BW montre une croissance avec l'augmentation des pourcentages des taux de substitution, mais par contre, le retrait décroît lorsque le ciment est substitué par MK.

Le retrait total des mortiers au BW montre une importante déformation dépassant celle du mortier témoin (C2-SP) mais ce dernier a un retrait plus important que celui de GP.

Donc : l'addition de poudre de verre et de brique pour des taux de (5, 15 et 25%) n'améliore pas le retrait endogène des mortiers, au contraire elle augmente sa cinétique à long terme.

L'addition de métakaolin pour des taux de 5%, 15% et 25% de la masse de ciment permet d'avoir une action anti-retrait importante surtout à fort dosage.

B/ Combinaisons binaire et ternaire

Les évolutions du retrait endogène en fonction du temps sont présentées dans la figure 3.21 pour les différentes compositions binaires et ternaires en comparaison avec le mortier témoin (C2-SP).

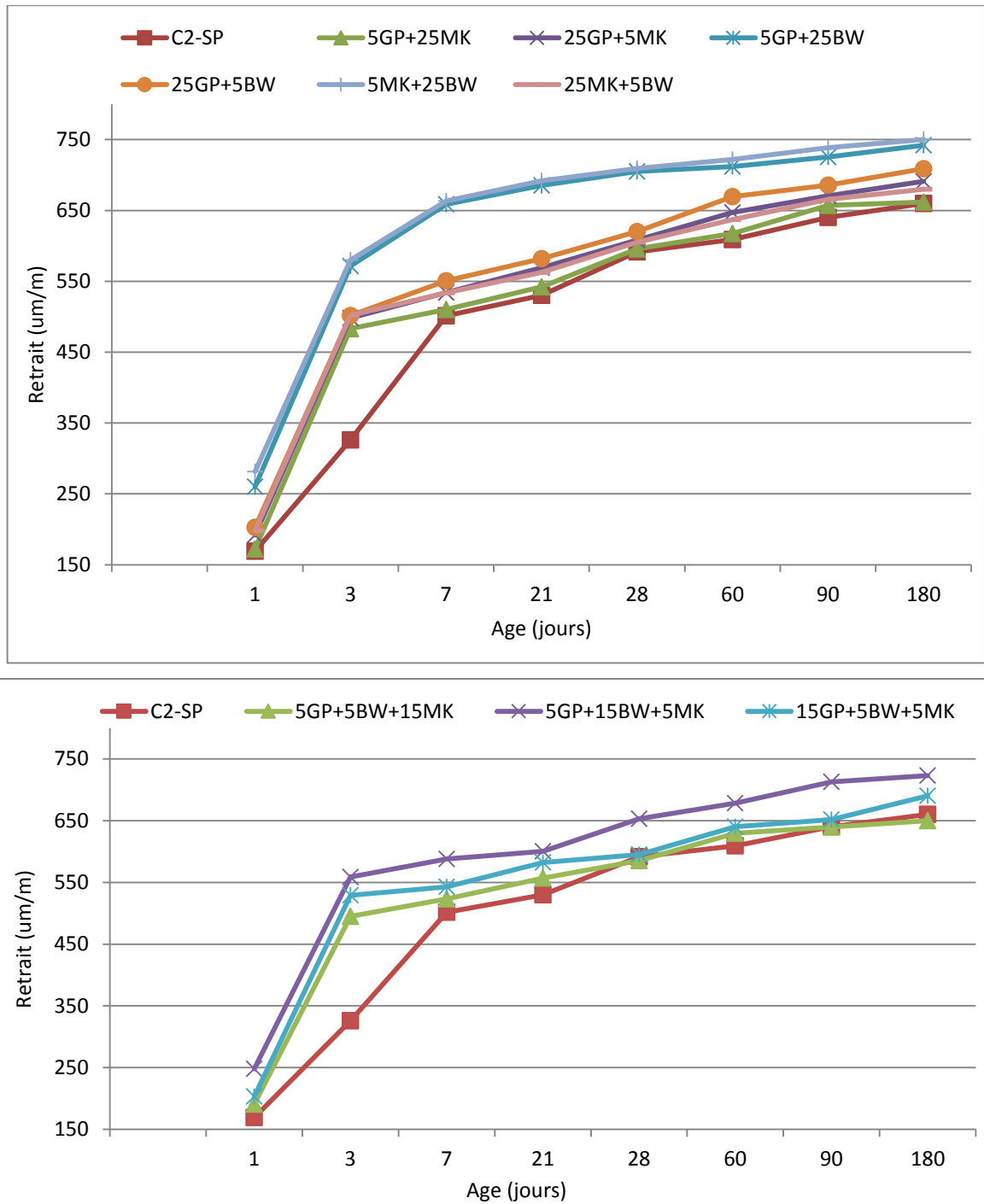


Figure 3.21 Evolution des variations dimensionnelles du retrait des 9 compositions binaires et ternaires des mortiers

Sur la figure 3.21, Le retrait des éprouvettes (5GP+25MK), (5GP+5BW+15MK) est un peu plus faible que celui du mortier témoin à cause de la petite porosité engendrée par le métakaolin qui permet à l'eau de s'évaporer et donc à provoquer relativement un plus faible retrait.

Le retrait des éprouvettes (5GP+25BW), (5MK+25BW) est supérieur à celui des mortiers contenant des mélanges de GP et MK à cause de la plus grande porosité qui permet

l'évaporation de l'eau non libre dans les grands capillaires en provoquant un retrait important et une perte de masse.

3.4.3.2 Perte de masse (à l'air libre)

A/ Combinaisons unaires

La variation de la masse des éprouvettes de mortiers élaborées en fonction du taux de GP, MK, BW a été mesurée en même temps que les mesures de retrait.

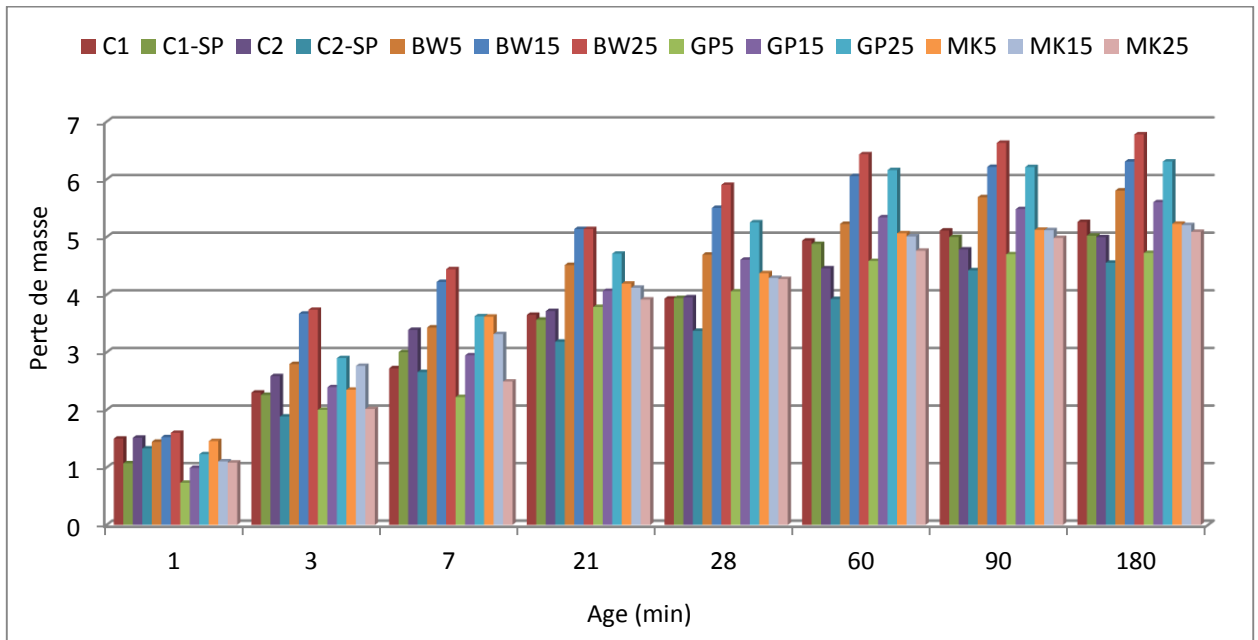


Figure 3.22 Variation massique des mortiers en fonction du temps et du pourcentage de GP, BW et MK à l'air libre des 13 compositions unaires.

La conservation des différentes compositions des mortiers est à l'air, la figure 3.22 montre que les pertes des masses des mortiers augmentent avec le temps puisque les éprouvettes perdent de l'eau par évaporation.

Cette perte augmente au fur à mesure que le taux de poudre de brique mis en place est important, le même constat peut être fait pour la poudre de verre qui possède une perte de masse importante pour les taux de 15% et 25% mais reste moins importante que le BW car ayant une absorption inférieure.

Par contre la perte de masse de MK diminue lorsque le taux de substitution augmente à cause de sa finesse et de son aptitude au remplissage des pores ce qui ne permet pas l'évaporation.

B/ Combinaisons binaires et ternaires

Les variations massiques des compositions binaires et ternaires des mortiers en fonction du temps et du pourcentage des substitutions sont présentées dans la figure 3.23 en comparaison avec le mortier témoin (C2-SP).

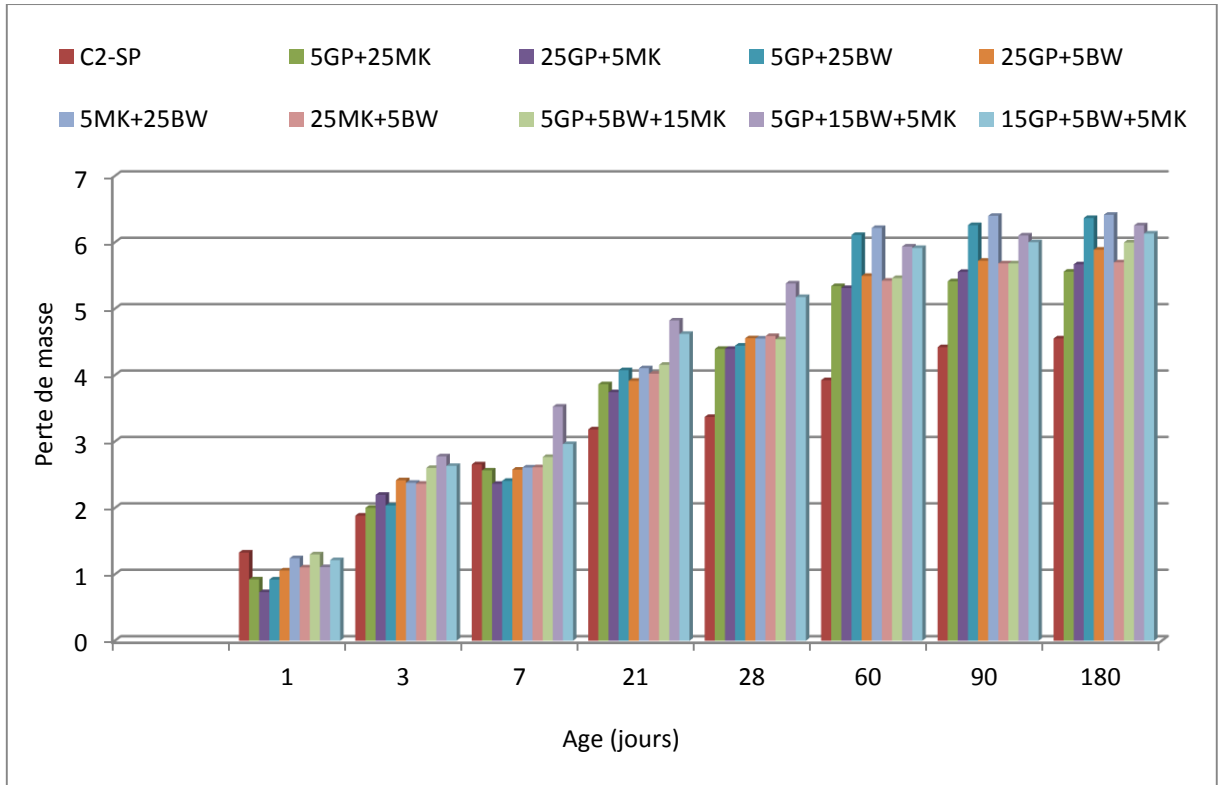


Figure 3.23 Variation massique des mortiers en fonction du temps et du pourcentage de GP, BW et MK à l'air libre des 9 compositions binaires et ternaires.

La figure 3.23 montre que :

Les pertes des masses sont importantes dans les mélanges qui contiennent un taux élevée de la poudre de brique (5GP+25BW) et (5GP+15BW+5MK) à cause de la grande porosité qui permet la grande évaporation de l'eau à l'air libre.

3.4.4 Essais de séchage mouillage

3.4.4.1 Résistance à la compression

Nous avons étudié l'influence des cycles de mouillage-séchage sur la résistance à la compression pour les différents types du mortier avec trois substitutions, et comparé avec la résistance à la compression du mortier témoin (C2-SP).

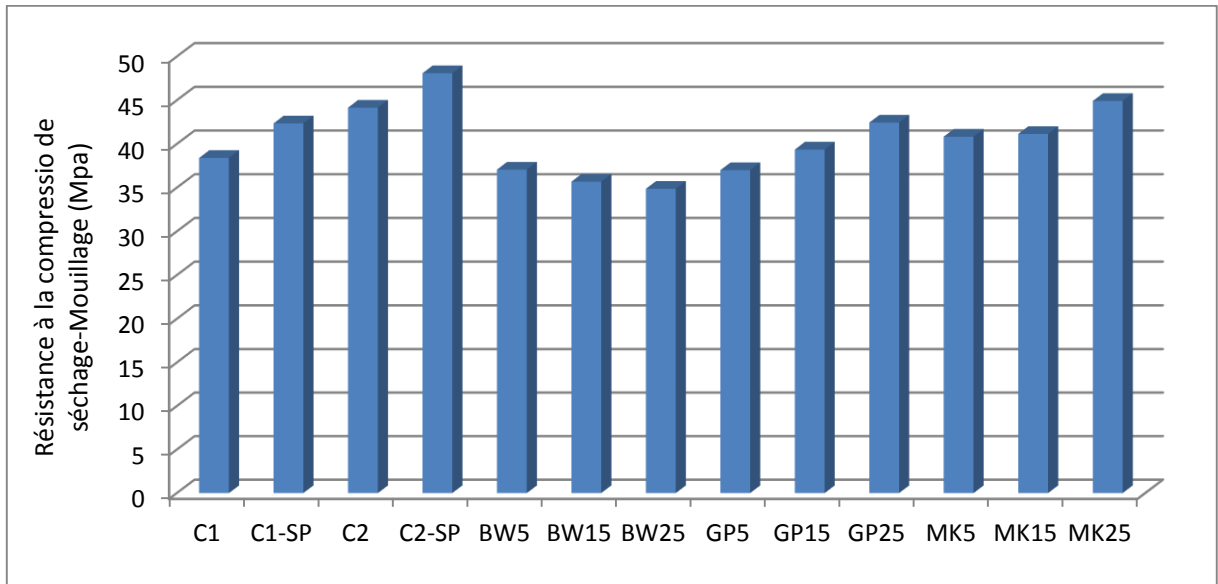


Figure 3.24 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la compression des 13 compositions unaires des mortiers

Après cet essai de durabilité on constate que l'augmentation du dosage de substitution des MK et GP agit favorablement sur les résistances du mouillage-séchage. Par contre l'augmentation du taux de BW agit défavorablement.

On remarque que l'ajout de filler de kaolin dans le sable de mortier augmente la résistance à la compression après mouillage-séchage par rapport au mortier ordinaire car le kaolin et le métakaolin ferme les pores entre les grains de ciment ce qui donne un matériau compact.

Cette observation montre que la poussière de filler de kaolin et la substitution de métakaolin et la poudre de verre dans le mortier influent l'effet de mouillage-séchage.

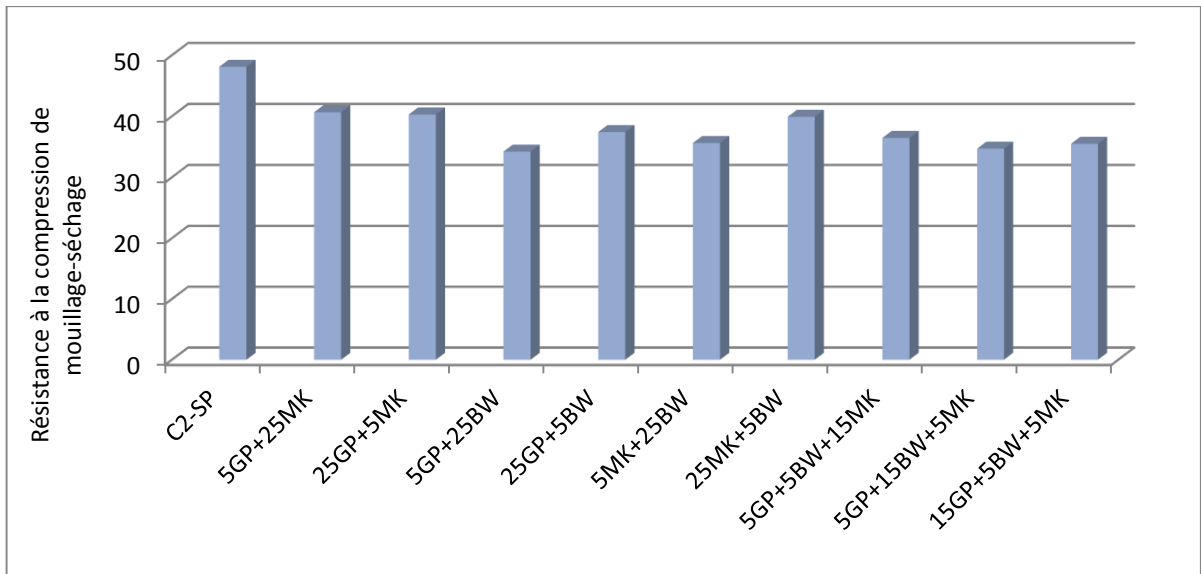


Figure 3.25 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la compression des compositions binaires et ternaires des mortiers

Pour les combinaisons binaire et ternaire ; la figure 3.25 montre la résistance à la compression de mouillage-séchage pour toutes les combinaisons, il a eu des chutes de résistance par rapport à celle du mortier témoin (C2-SP). Néanmoins, ces chutes sont moins importantes pour les combinaisons contenant du MK et/ou la GP au fort dosage.

Pour la combinaison contenant du BW, il a eu des chutes de résistance par rapport à celle du mortier témoin. Ces chutes sont importantes pour les combinaisons contenant 25% du BW.

3.4.4.2 Résistance à la traction

Nous avons étudié l'influence des cycles de mouillage-séchage sur la résistance à la traction pour les différents types du mortier.

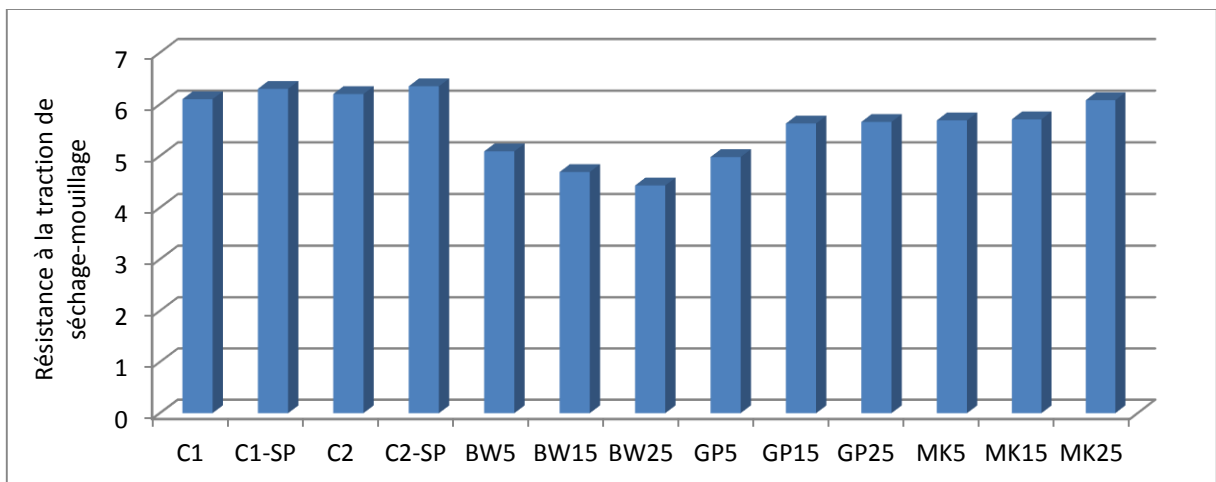


Figure 3.26 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la traction des 13 compositions unaires des mortiers

Le constat fait pour la compression est le même pour la traction, l'augmentation de la résistance à la traction après mouillage-séchage dans la figure 3.26 est proportionnelle à l'augmentation du dosage de substitution des MK et GP.

Par contre l'augmentation du taux de BW diminue la résistance à la traction.

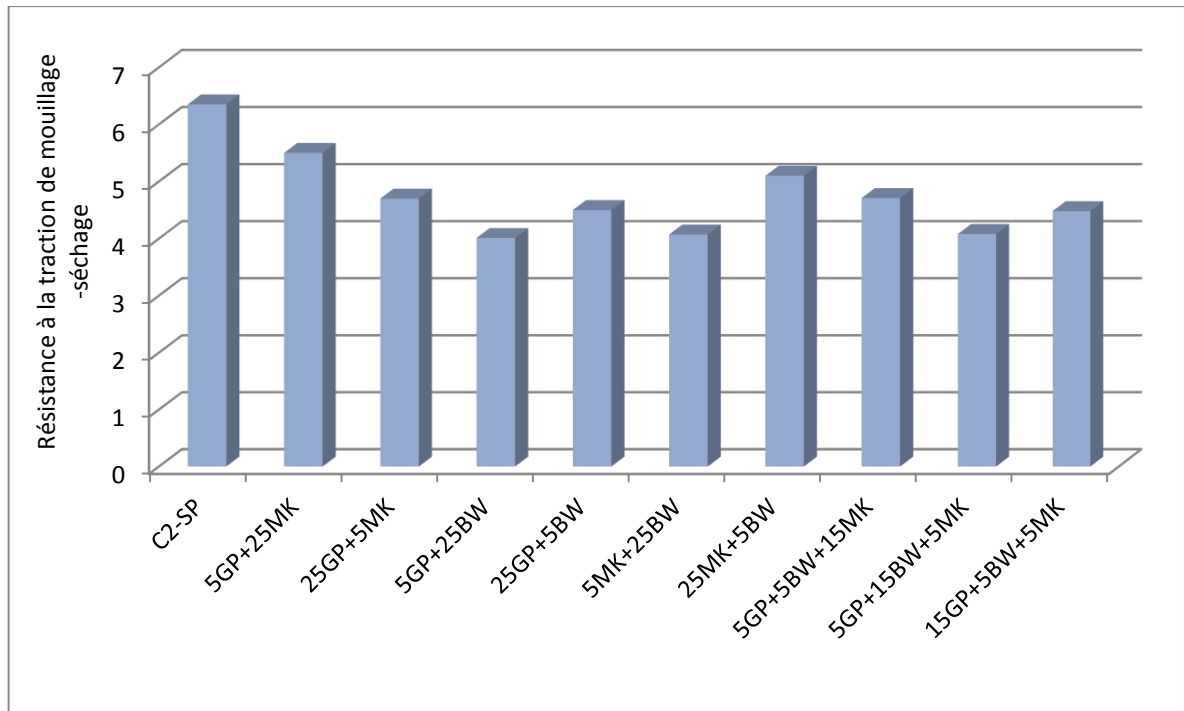


Figure 3.27 Influence du mouillage-séchage sur la résistance à la traction des 9 compositions binaires et ternaires des mortiers

La figure 3.27 montre la résistance à la traction après mouillage-séchage pour toutes les combinaisons, il a eu des chutes de résistance par rapport à celle du mortier témoin (C2-SP).

Les résistances à la traction des éprouvettes composées en deux ou trois additions contenant MK est supérieure à cause de leur matrice compacte.

3.4.5 Essais de résistance aux sulfates

Les résultats de la résistance à la compression et à la traction par flexion des éprouvettes conservées dans un milieu agressif sulfatique préparé, une solution de Na_2SO_4 sont présentés dans les figures (3.28 et 3.29).

Les résultats montrent pour tous les mortiers montrent une augmentation progressive de la résistance à la compression et à la traction par flexion et ceux jusqu'à 90 jours d'immersion dans la solution de Na_2SO_4 au-delà de cette durée il y a une chute généralisée des résistances pour l'ensemble des mortiers.

Jusqu'à 90 jours de cure, l'augmentation de la résistance est due au processus encore en cours de l'hydratation des produits anhydres de ciment mais aussi à la réaction de Na_2SO_4 avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pour former le gypse qui colmate les micropores et qui donne une structure plus dense, ce qui influe positivement sur les résistances mécaniques.

La diminution de la résistance constatée à l'âge de 180 jours est sûrement due à l'effet expansif de l'attaque des sulfates, la formation d'un hydrate sulfaté gonflant (expansif) conduit à la création de microfissures signe d'une déstructuration ultérieure du matériau. Cela est conforme à l'explication obtenue par d'autres chercheurs [74-75]

En ce qui concerne les additions séparés, on voit clairement que l'augmentation du pourcentage de substitution influence positivement la résistance aux attaques de Na_2SO_4 pour le cas du MK et à un degré moindre pour GP. Par contre, c'est l'effet contraire qu'on observe dans le cas de BW, ainsi pour 25% de substitution on constate même une pulvérisation complète de l'éprouvette à l'âge de 180 jours d'immersion dans la solution de Na_2SO_4 (figure 3.31).

Dans le cas d'additions combinés, On observe que les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de BW telles que (5MK+25BW et 5GP+25BW) présentent les résistances les plus faibles aux attaques d'acide. A l'opposé, les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de MK telles que (25MK+5BW et 25MK+5GP et 5GP+5BW+15MK) présentent les résistances les plus fortes. Ceci s'explique par le fait que l'addition de BW donne une structure non compacte à cause de sa grande porosité ce qui conduit à la grande absorption de la solution sulfatique qui a dégradé les performances des mortiers surtout pour les fortes teneur en BW.

Par contre, On constate que l'aspect extérieurs des éprouvettes de la figure 3.30 ne se dégrade pas ce qui s'explique par le fait que la réaction pouzzolanique du MK participe à la fermeture

des pores surtout dans le mélange GP+MK et qui conduit à consolider la structure qui résiste mieux aux agressions extérieures et évite la détérioration de l'éprouvette.

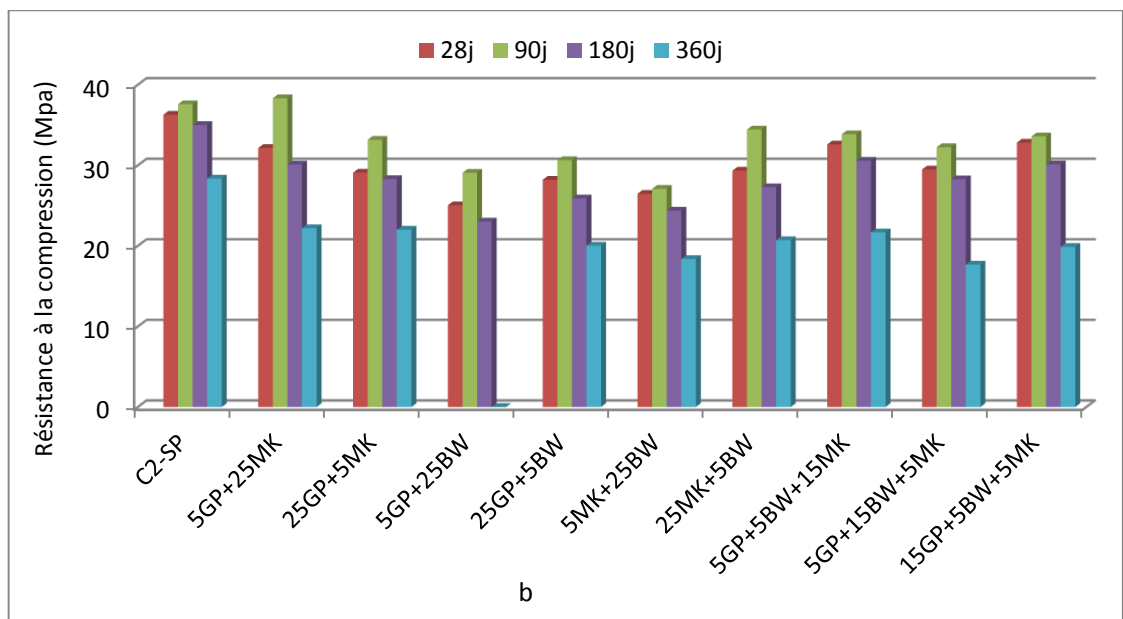
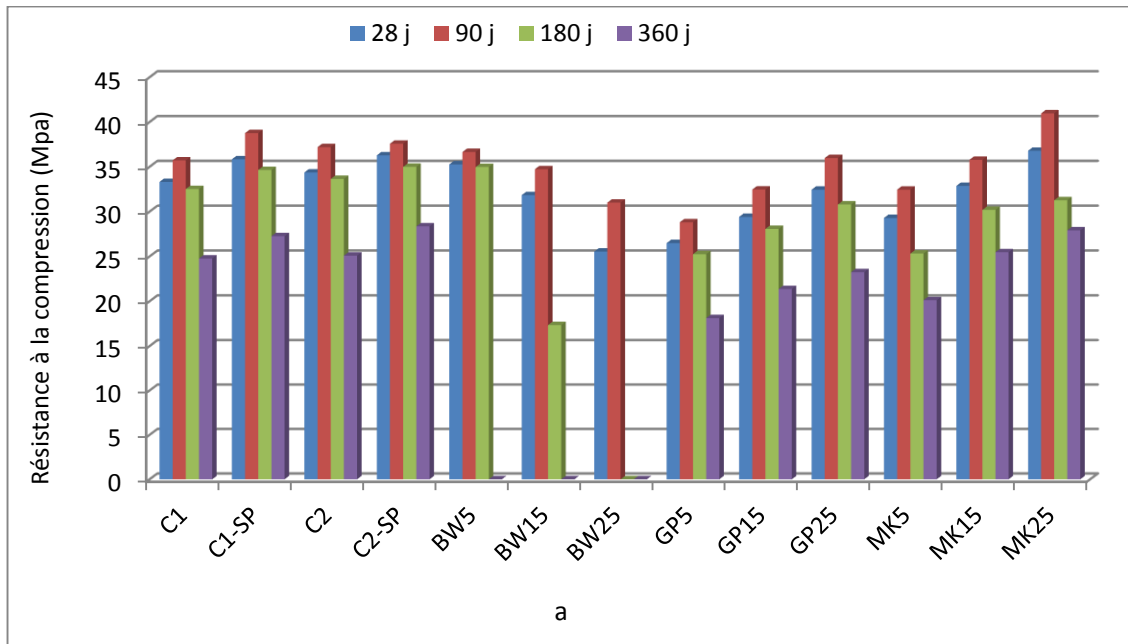


Figure 3.28 Résistance à la compression des éprouvettes immergées dans Na₂SO₄
 (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés

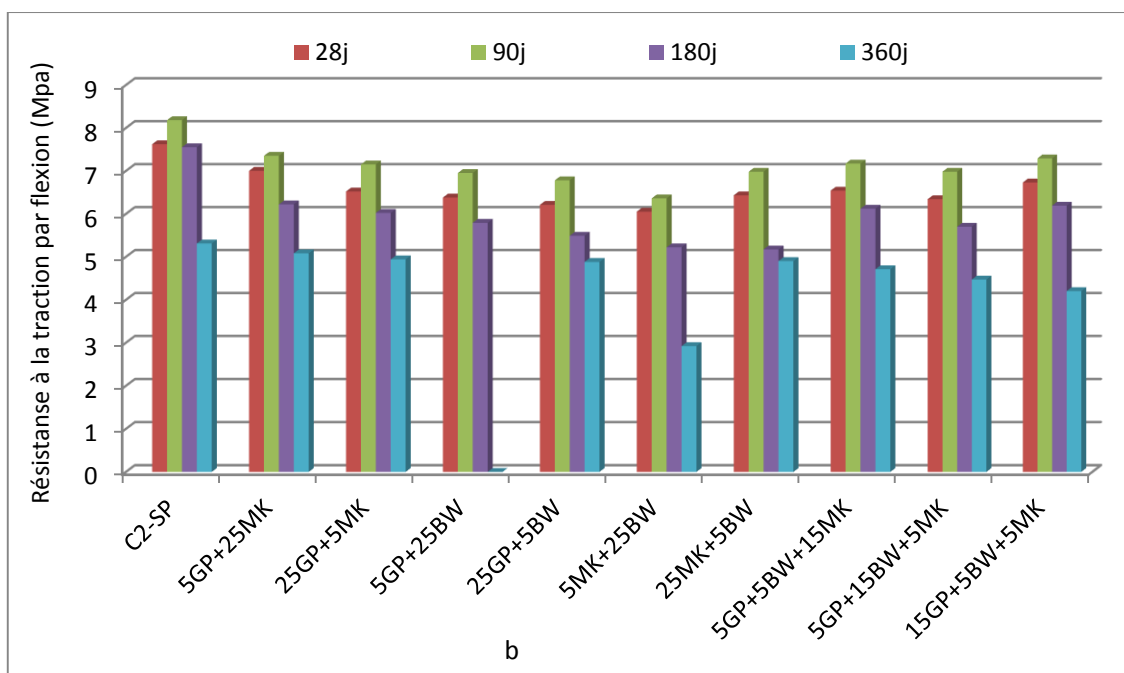
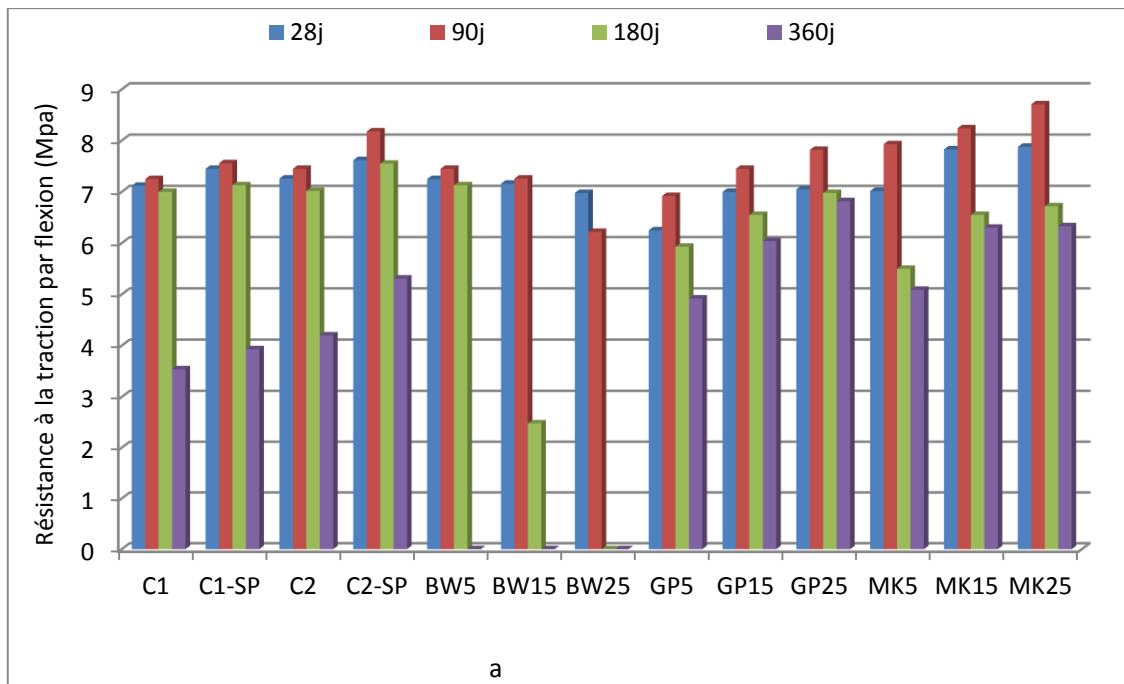


Figure 3.29 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans Na₂SO₄
 (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés



Figure 3.30 Eprouvettes du mortier à 25% de MK après 6 mois d'immersion dans la solution de Na_2SO_4



Figure 3.31 Eprouvette de mortier à 25% de BW à l'âge de 180 jours

3.4.6 Essais de résistance à l'eau de mer

Les résultats de la résistance à la compression et à la traction par flexion des éprouvettes conservées dans l'eau de mer aux différents âges après une cure de 28 jours dans l'eau sont présentés dans les figures (3.32 et 3.33).

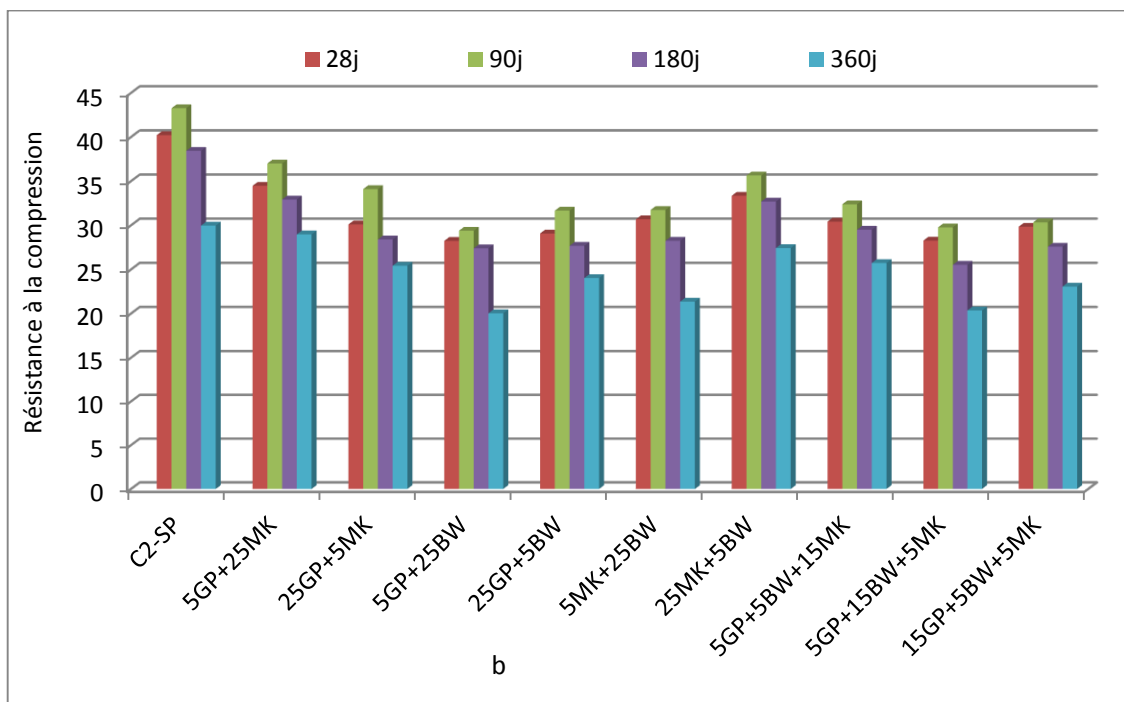
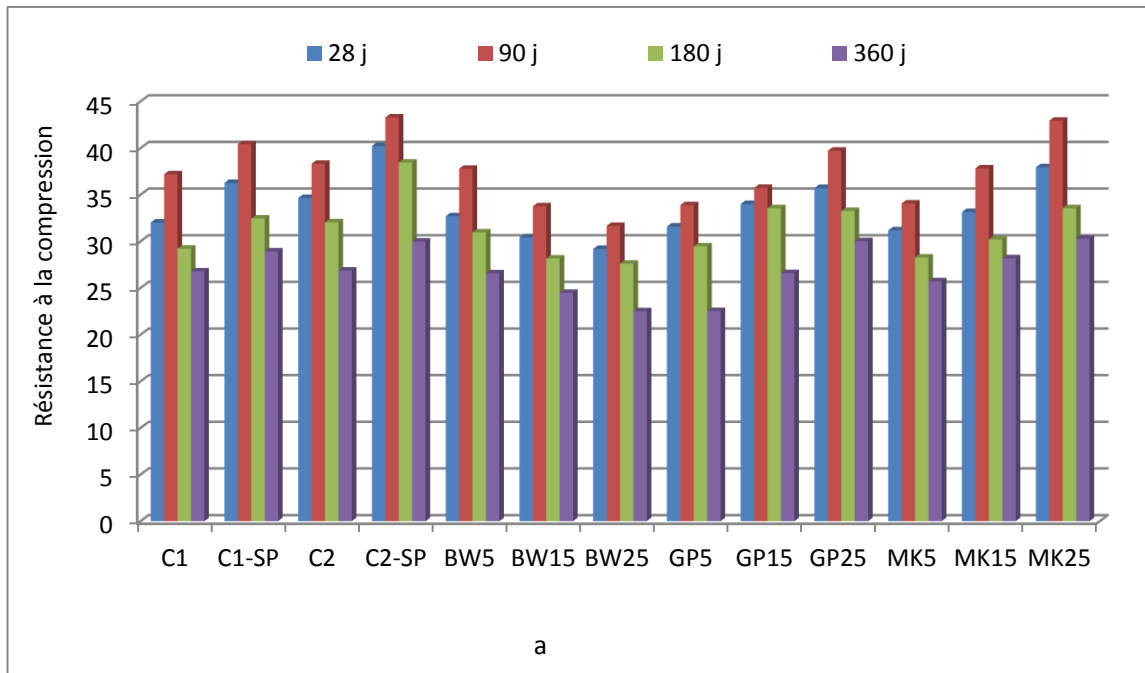


Figure 3.32 Résistance à la compression de l'éprouvette immergée dans l'eau de mer

(a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés

Les résultats montrent pour tous les mortiers affichent une augmentation progressive de la résistance à la compression jusqu'à 90 jours et à la traction par flexion jusqu'à 180 jours d'immersion dans l'eau de mer au-delà de cette durée il y a chute généralisée des résistances pour l'ensemble des mortiers.

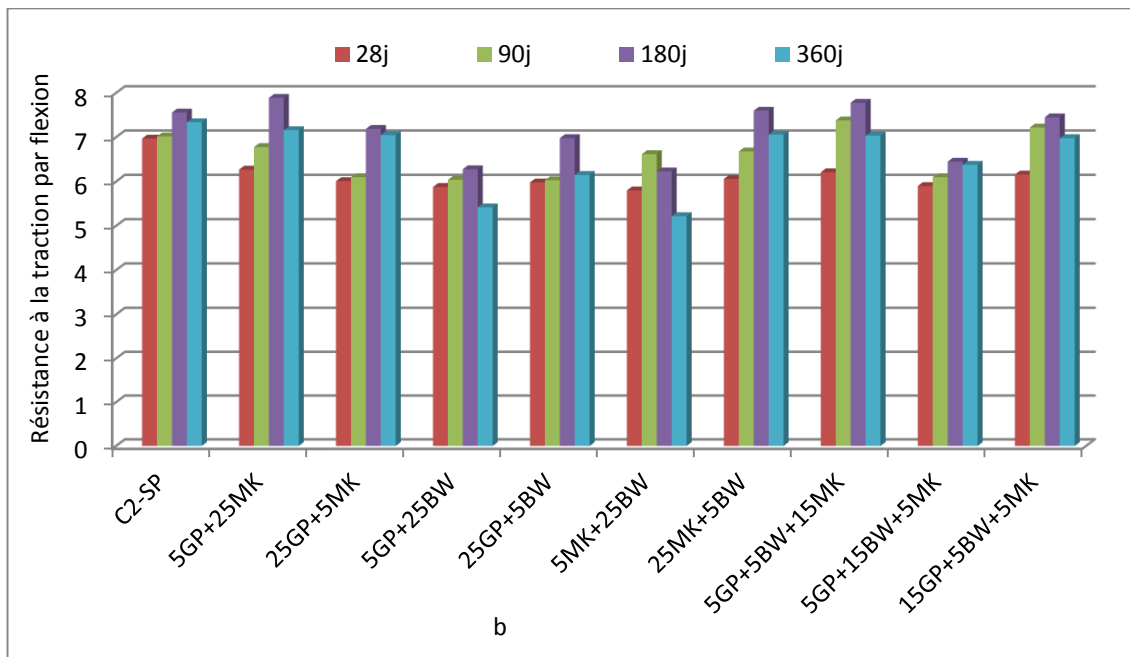
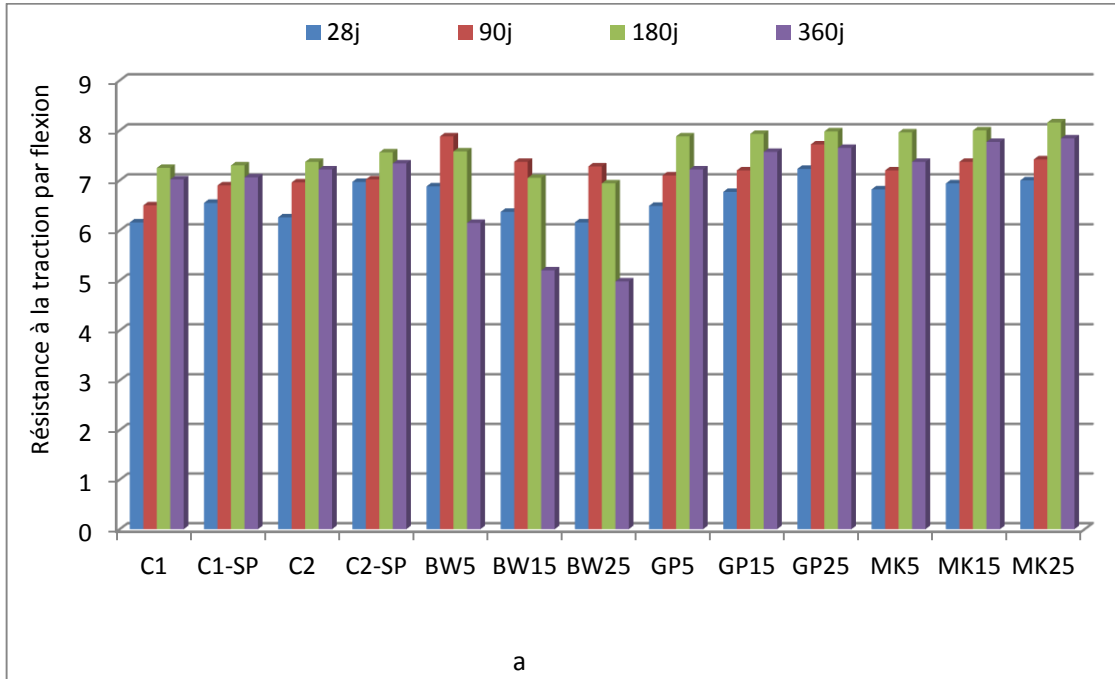


Figure 3.33 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans l'eau de mer

(a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés

Au delà de 90 jours de cure pour Rc et 180 jours de cure pour Rt , l'eau de mer fait la réaction chimique au sein de la matrice cimentaire initiées par les nombreux ions dissous dans l'eau de mer (chlorures, sulfates et carbonates pour les principaux) par un mécanisme de dissolution et lixiviation du calcium des composés calciques du mortier $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et C-S-H. Ces réactions provoquent un accroissement de la porosité du mortier.

La diminution de la résistance constatée à partir de l'âge de 180 jours est sûrement due à l'effet expansif (ettringite) de composés insolubles plus ou moins protecteurs, la formation d'un hydrate gonflant (expansif) conduit à la dégradation du matériau.

En ce qui concerne les additions séparés, on voit clairement que l'augmentation du pourcentage de substitution influence positivement sur la résistance aux attaques de l'eau de mer pour le cas du MK et à un degré moindre pour GP. Par contre, c'est l'effet contraire qu'on observe dans le cas de BW, ainsi pour 25% de substitution on constate même une chute élevée des résistances de l'éprouvette à l'âge de 180 jours d'immersion.

Dans le cas d'additions combinés, On observe que les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de BW telles que (5MK+25BW et 5GP+25BW) présentent les résistances les plus faibles aux l'attaques de l'eau de mer. A l'opposé, les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de MK telles que (25MK+5BW et 25MK+5GP et 5GP+5BW+15MK) présentent les résistances les plus fortes.

Ceci s'explique par le fait que l'addition de BW donne une structure non compacte a cause de sa grande porosité ce qui conduit à la grande absorption de l'eau de mer qui a dégradé les performances des mortiers surtout pour les fortes teneur en BW avec non dégradation de l'aspect exterieures des éprouvettes.

3.4.7 Essais de résistance à l'eau douce (comparaison)

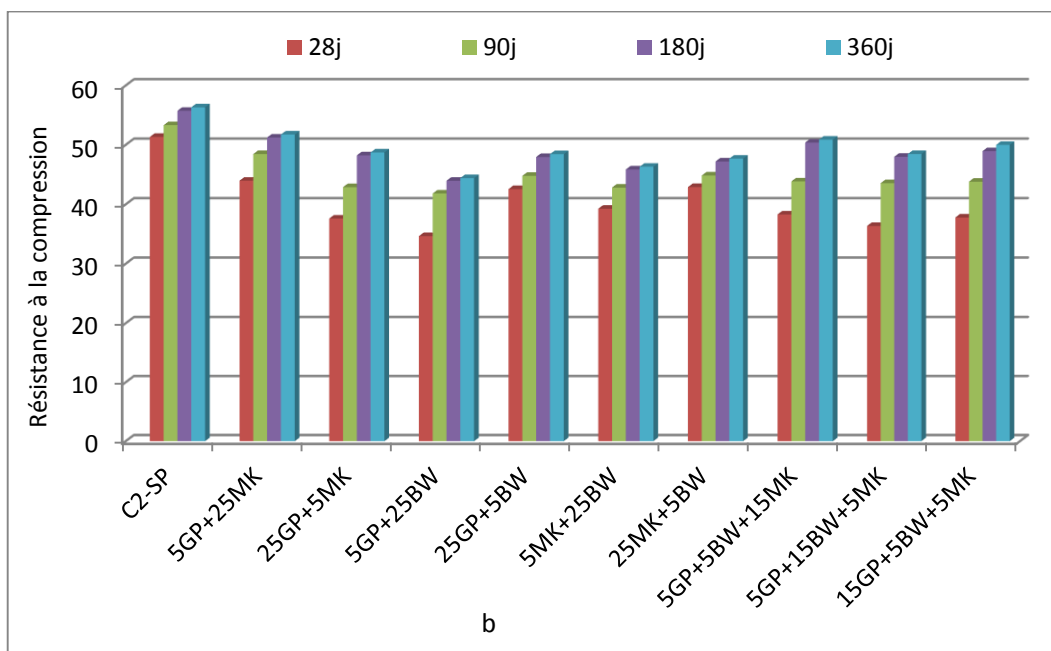
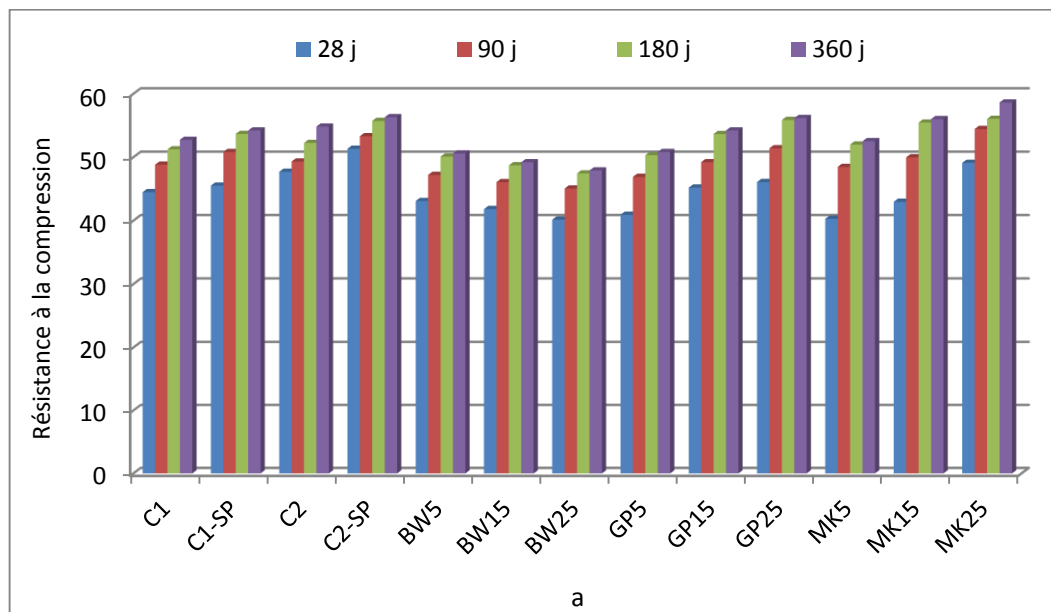


Figure 3.34 Résistance à la compression des éprouvettes immergées dans l'eau (H₂O)

(a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés

Nous constatons que la résistance à la compression en fonction de l'âge de tous les mortiers utilisés conservés dans l'eau douce augmente régulièrement avec l'âge et ne présente aucune chute jusqu'à l'âge de 360 jours.

Ainsi, nous remarquons que la résistance est maximale dans le ciment au métakaolin MK25 à l'âge de 360 jours.

La résistance des mortiers contenant (15% ou 25%) de poudre de verre et (5%, 15% ou 25%) de métakaolin est plus proche de celle du mortier témoin (C2-SP).

A 90 jours la résistance du mortier de ciment au métakaolin et à la poudre de verre dépasse les autres ciments. Ce phénomène s'explique par l'activité lente de la réaction pouzzolanique, cette réaction qui se déclenche entre la silice réactive, qui se situe dans la partie vitreuse de la pouzzolane ou le métakaolin, et la portlandite Ca(OH)_2 libérée par l'hydratation du CPA. La réaction pouzzolanique n'est pas prédominante au jeune âge, ceci mène à une hydratation moins intense aux jeunes âges en induisant de faibles résistances.

Cet effet est dû au fait qu'à long terme, la réaction pouzzolanique continue son effet en formant un C-S-H supplémentaire qui améliore l'interface pâte-granulat, ainsi qu'à la diminution de la porosité capillaire du mortier.

La comparaison des différentes compositions conservées dans trois milieux (Na_2SO_4 , l'eau de mer et l'eau douce) montrent que :

- Chute des résistances au delà de 90 jours des mortiers immergés dans la solution Na_2SO_4 et au delà de 180 jours pour l'eau de mer avec des résistances des éprouvettes conservées dans l'eau de mer supérieures à celles de l'attaque sulfatique.
- La détérioration des éprouvettes contenant un taux élevé de BW dans le milieu sulfatique et chute de résistance avec non détérioration dans l'eau de mer.
- Les éprouvettes conservées dans l'eau douce montrent des augmentations des résistances jusqu'à 360 jours; par contre, il y a augmentation des résistances des éprouvettes conservées dans Na_2SO_4 et dans l'eau de mer jusqu'à 90 jours et des chutes des résistances dans l'âge 180 jours.
- Les résistances des éprouvettes immergées dans l'eau douce sont supérieures à celles des deux autres milieux de conservation.

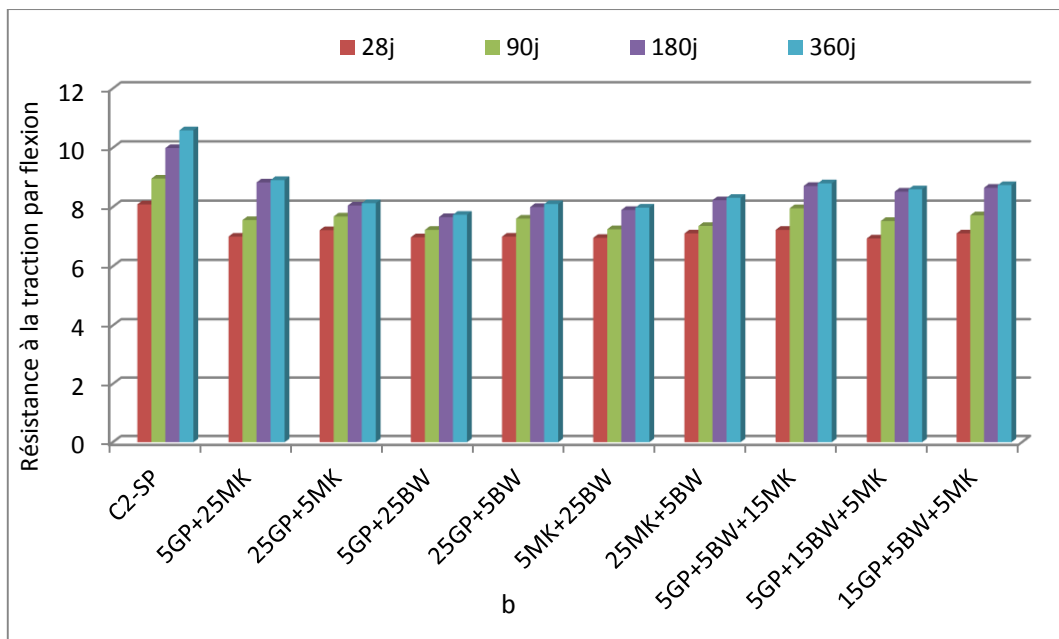
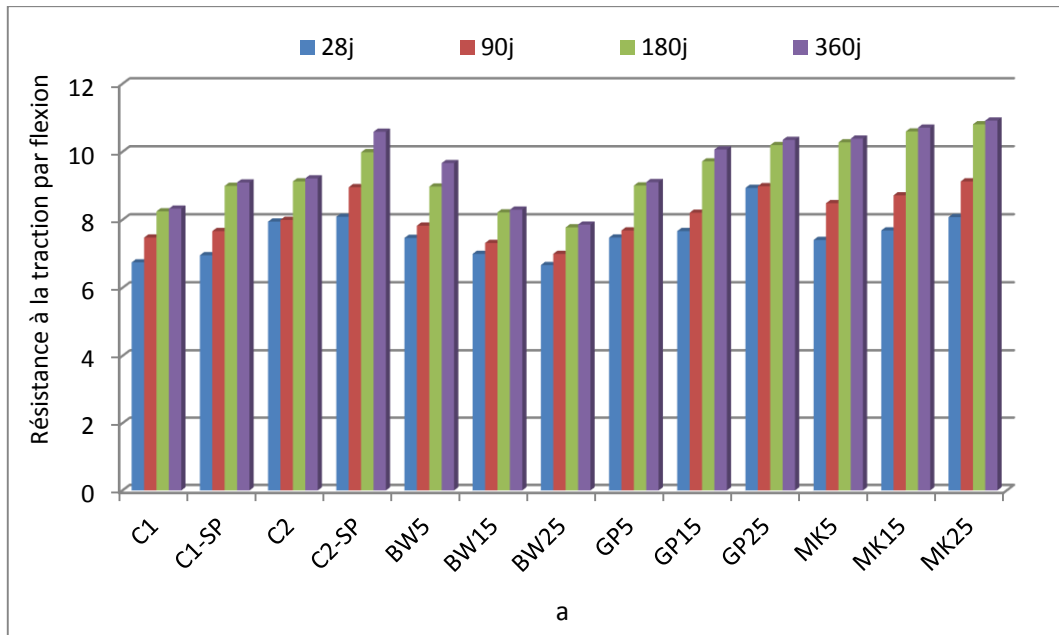


Figure 3.35 Résistances à la traction des éprouvettes immergées dans l'eau (H₂O)
 (a) : ajouts séparés ; (b) : ajouts combinés

3.5 Conclusion

L'ensemble de ce travail expérimental sur la possibilité d'exploitation des matériaux locaux (kaolin et métakaolin) et déchets récupérés (le déchet de verre et le déchet de brique) semble bien possible.

Nous avons constaté qu'il y a un gain appréciable dans l'utilisation de ce type de matériaux pour la fabrication des nouveaux mortiers.

Dans le cas d'additions combinées, On observe que les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de BW telles que (5MK+25BW et 5GP+25BW) présentent les résistances les plus faibles aux attaques de l'eau de mer et une détérioration complète de l'éprouvette dans le cas de l'attaque de la solution sulfatique. A l'opposé, les mortiers obtenus avec une combinaison contenant une forte teneur de MK telles que (25MK+5BW et 25MK+5GP et 5GP+5BW+15MK) présentent les résistances les plus fortes à l'eau de mer par rapport aux attaques sulfatiques.

La comparaison avec l'eau douce montre que :

Jusqu'à 90 jours ; toutes les résistances augmentent quelque soit le milieu de conservation (solution sulfatique, eau de mer ou eau douce.)

Au delà de 90 jours ; les résistances des mortiers immergés dans l'eau douce augmentent par contre les résistances des mortiers immergés dans la solution sulfatique ou dans l'eau de mer, diminuent.

Les 22 compositions des mortiers résistent à l'attaque de l'eau de mer mieux qu'à l'attaque de la solution de sulfate Na_2SO_4 .

CONCLUSION GENERALE

Le but principal de cette étude est de combiner les effets positifs de l'utilisation de fillers dans le sable d'une part et des substitutions minérales au ciment d'une autre part pour l'obtention de mortiers de haute performance mécanique et de bonne durabilité vis-à-vis des attaques sulfatiques et de l'eau de mer.

Les fillers utilisés sont ceux du kaolin, les additions minérales utilisées sont la poudre de verre, la poudre de brique et le Métakaolin.

Afin d'étudier l'influence des différentes additions minérales utilisées, 22 mélanges de mortiers ont été composés. Des mortiers à combinaison unaire comportant une seule addition, d'autres ont été formulés à partir de combinaisons binaires et ternaires. Pour chaque composition 3 éprouvettes ont été testées.

Une étude préliminaire nous a permis d'apprécier l'influence du pourcentage de filler dans le sable. Nous avons utilisés un taux de filler de 10% mais ce pourcentage a conduit à la diminution de la compacité et a donné des effets néfastes sur la résistance et la durabilité du mortier. Nous avons alors opté pour un pourcentage de filler de kaolin dans le sable égale à 5 %.

Les combinaisons d'ajouts minéraux adoptées comportent les dosages de (5 et 25 %) pour six combinaisons binaires et (5, 5 et 15 %) pour trois combinaisons ternaires.

Commentaires

- L'utilisation de l'argile calcinée (métakaolin) à fort dosage (25%) contribue à améliorer les résistances mécaniques des mortiers et la durabilité à cause de leurs réactivités pouzzolaniques qui diminuent la porosité et aussi l'absorption d'eau qui conduit à limiter l'expansion des agressions chimiques et la dégradation du matériau.
- La poudre de verre à fort dosage (25%) contribue aussi à améliorer les résistances mécaniques des mortiers et la durabilité à cause de leurs réactivités pouzzolaniques qui diminuent la porosité et aussi l'absorption d'eau.
- L'utilisation de la poudre de brique à faible dosage (5%) contribue à améliorer les résistances mécaniques des mortiers et la durabilité car elle diminue la porosité et aussi l'absorption d'eau. Par contre le fort dosage de la poudre de brique diminue la résistance

mécanique et augmente l'absorption d'eau par capillarité de l'éprouvette ce qui favorise l'infiltration des agressions extérieures et par conséquent la détérioration du matériau. A cet effet, le BW doit être employé à des teneurs minimales limitées (à 5% dans notre cas).

- La combinaison binaire 5GP+25MK et la combinaison ternaire 5GP+5BW+15MK ont permis d'obtenir des mortiers plus résistants et plus durables.
- Le coefficient d'absorption capillaire de MK et GP diminue avec l'augmentation du pourcentage du métakaolin et de poudre de verre. Cette diminution a été expliquée par une structure de pores plus fine de MK et le non absorbativité de GP, ceci signifie que l'incorporation du métakaolin MK ainsi que le GP a un effet très positif sur la résistance des mortiers à l'infiltration de l'eau par capillarité.
- L'introduction de filler de kaolin et le super plastifiant permettent de réduire le coefficient d'absorption d'eau.
- Après l'essai de mouillage-séchage on constate que l'augmentation du dosage de substitution des MK et GP agit favorablement sur les résistances du mouillage-séchage. Par contre l'augmentation du taux de BW agit défavorablement.
- On remarque que l'ajout de filler de kaolin dans le sable de mortier augmente la résistance à la compression de mouillage-séchage par rapport au mortier ordinaire car le kaolin et le métakaolin ferme les pores entre les grains de ciment qui donne un matériau rigide.
- L'addition de poudre de verre et de brique pour des taux de (5, 15 et 25%) n'améliore pas le retrait endogène des mortiers, au contraire elle augmente sa cinétique à long terme. Par contre l'addition de métakaolin (MK5, MK15 et MK25) pour des taux de 5%, 15% et 25% de la masse de ciment permet d'avoir une action anti-retrait importante surtout à fort dosage.
- La perte de masse est importante au fur et à mesure que le taux de poudre de brique mis en place est important, même constat pour la poudre de verre. Cette dernière possède une perte de masse importante dans 15% et 25% mais reste moins que le BW car ayant une absorption inférieure.

- Les pertes des masses sont importantes dans les mélanges qui contiennent un taux élevée de la poudre de brique (5GP+25BW) et (5GP+15BW+5MK) à cause de la grande porosité qui permet la grande évaporation de l'eau à l'air libre.
- Par contre la perte de masse dans le cas de MK diminue lorsque le taux de substitution augmente à cause de sa finesse et de son aptitude de remplissage des pores qui ne permettent pas l'évaporation.
- Toutes les compositions des mortiers résistent à l'attaque de l'eau de mer mieux qu'à l'attaque de sulfate Na_2SO_4 .

Une importante partie des résultats de ce travail a fait l'objet d'une publication internationale: Construction and Building Materials [76]

Les résultats de ce travail sont très intéressants et très prometteurs quand à l'utilisation d'ajouts minéraux issus de la récupération dans la fabrication de mortiers performants et durables. Des travaux sont en cours dans le laboratoire LGCH et d'autres en perspective pour étudier l'impact de la combinaison de ces additions en substitution d'une partie du ciment sur les propriétés mécaniques du béton.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIE

- [1]. Bessa A- Badreddine., "Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers ", Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise, France, 2004.
- [2]. NF P18-506, "Additions pour béton hydraulique-laitier vitrifié moulu de haut fourneau", 1992, 4p
- [3]. NF EN 206-1, "Spécification, performances, production et conformité", Béton partie I, 2002, 77p.
- [4]. NF EN 450, "Cendres volantes pour béton- définition, exigences et contrôle de qualité", 1995
- [5]. NF P18-508, "Additions pour béton hydraulique- additions calcaires-spécification et critères de qualité", 1994, 4p
- [6]. Pierre-Discount.com, "La Pouzzolane", <http://www.pierre-discount.com/pouzzolane.html>.
- [7]. Kwan A.K., "Use of condensed silica fume for making high-strength self-consolidating concrete", Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 27, 2000, pp.620-627.
- [8]. Lewandowski R., "Versuchsreihe mit Flugasche – Ein fluss von Flugasche-Stauben unterschiedlicher Qualität auf die betoneigenschaften", Baugewerbe, 1983, pp. 44-49.
- [9]. Baron J., Ollivier J.P., "Les bétons : bases et données pour leur formulation", Edition Eyrolles, 1997, 522p.
- [10]. Kara A.R., "Influence des additions minérales sur le besoin en eau et les résistances mécaniques des mélanges cimentaires", Thèse de doctorat, l'université de Cergy-pontoise, 2002, 202p.
- [11]. Lawrence p., "l'activité des cendres volantes et des additions minérales chimiquement inertes dans les matériaux cimentaires", Thèse de doctorat de l'INSA, Toulouse, 2000.
- [12]. Kronolof A., "Effect of very fine aggregate on concrete strength", Materials and Structures, Vol.27, 1994, pp. 15-25.
- [13]. Feldman R.F., Cheng-GIM., "Hydration reactions in Portland cement silica-fume blends", Cement and Concrete Research, Vol.15, 1985, pp.585-592.
- [14]. Gutteridge W.A., Daziel J.A., "Filler cement: the effect of the secondary component on the hydration of Portland cement", Cement and Concrete Research, Vol. 20, 1990, pp. 778- 782.
- [15]. Neville A.M., "Les propriétés des bétons", Edition Eyrolles, 2000, 806p.

- [16]. Caré S., Linder R., Baroghel-Bouny V., Larrard F., Charonnat Y., "Effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons- Plan d'expérience et analyse statique", LCPC, février 2000, 102p.
- [17]. Jiang S., Van Damme H., "Influence des fillers de nature différente sur l'hydratation et la texture des pâtes de C3S", Rapport de CRMD-ATILH, Université d'Orléans, France, 1996.
- [18]. Benezet J.C., Benhassaine A., "The influence of particle size on the pozzolanic reactivity of quartz powder", Powder Technology, Vol. 103, 1999, pp.26-29.
- [19]. Waller V., "Relations entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression", Thèse de Doctorat, Ecole nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1999, 297p.
- [20]. Von Euw V., "Ciment contenant des additions minérales", Preceding of the 8ème Congrès International de la Chimie des Ciments. RIO de Janeiro-Brasil, V7, 1986, pp 170-177.
- [21]. De Larrard F., "Formulation et propriétés des bétons à très hautes performances", Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées, N0 149, France, 1987.
- [22]. Manai K., "Etude de l'effet d'ajouts chimiques et minéraux sur la maniabilité, la stabilité et les performances des bétons autonivelants", Mémoire de maîtrise ès sciences appliquées, Sherbrooke, Canada, 1995.
- [23]. Byars. E.A., Meyer. C., Zhu. H., "Use of waste glass for constructive products legislative and technical issues"; Proc., Int. Symp. on Recycling and Reuse of Waste Materials, Dundee, 2003.
- [24]. Tagnit-Hamou. A., " Note de cours GCI 710 : Liants Hydrauliques", Université de Sherbrooke, Quebec, Canada. [Automne 2006].
- [25]. Buathier S., " Modélisation en régime dynamique d'un four tournant". Rapport de DEAP rocède, Systèmes, Matériaux, Université Paul Sabatier de Toulouse, 1998.
- [26]. Davies T.W, " Equipment for the study of flash heating of particules suspension". High Temperature Technology. Vol. 3, 1984, p141-147.
- [27]. Henin J.P, Pinoncely A, " FCB et la calcination flash". Mines et Carrières Technologie, Vol.6, 1986, p249-252.
- [28]. Salvador S, "Production de pouzzolanes de synthèse par calcination flash de sols argileux: étude des produits et conception d'une installation". Thèse INSA de Toulouse, 1992, 177p.

- [29]. LIU, J.N. "Strength and hydration of an activated aluminosilicate material", Pennsylvania. State University, USA, 1998.
- [30]. DYER, T. D., THIR, R. K. "Use of glass cullet as a cement component in concrete", Proceeding of international symposium organised by the concrete technology unit and held at the University of Dundee, Scotland, UK, ISBN 0-7277-2994-2, 19-20 march 2001, 292 p.
- [31] Zeghichi L and Mezghiche B, "The effect of replacement of natural aggregates by slag products on the strength of concrete". Word Journal of Engineering No. 3(1) (2006) 42-48.
- [32] Padmini A.K, Ramamurthy K and Mathevs M.S, "Behavior of concrete with low-strength bricks light-weight coarse aggregate", Mag. Concr. Res. No. 53(6) (2001) 367-375.
- [33] Akhiazaman A.A and Hasnat A, "Properties of concrete using crushed brick as aggregate", Concrete International: Design and Construction No. 5(2) (1983) 58-63.
- [34] Guemmadi Z, Houari H and Toumi B, "Performance of concrete made with crushed bricks as coarse aggregate", The 6th International Conference on Concrete Technology for Developing countries, Jordan, Amman (2002) 473-478.
- [35] Husain M.H, Abdul Hafidh M.S and Mustafa K.H, "The use of crushed pretreated with cement syrup as coarse aggregate for concrete", The 6th International Conference on Concrete Technology for Developing countries, Jordan, Amman (2002) 473-478.
- [36] Léa F.M, "The chemistry of cement and concrete", Third Edition, 1971.
- [37] Debied F et Kenai S, "Évaluation de la durabilité des bétons recyclés à base de granulats de brique cuites concassées", Le 1^{er} Congrès International sur la Technologie et la Durabilité des Bétons, Algérie, Alger (2004).
- [38] Chen P.Y, Lin M.L, Zheng Z, " On the origin of the name kaolin and kaolin deposits of the Kauling and Dazhou areas", Kiangsi, China, Applied Clay Science, Vol. 12, 1997, p125.
- [39] Murray H.H, " Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite : a general overview", Applied Clay Science, Vol. 17, 2000, p207-221.
- [40] Antsiferov V.N, Porozova S.E, Bekker V.Y, Makarova N.O and Karmanov V.I, " A Comparative Characterization of Kaolins of Provenance from the Prosyanskoie and Kyshtymkoie Deposits Subjected to Mechanochemical Activation in an Aqueous Medium ", Refractories and Industrial Ceramics, Vol.42, Nos.9-10, 2001, p 369- 371.

- [41] Ogacho A.A, Aduda B.O, Nyongesa F.W, " Thermal shock behaviour of a kaolinite refractory prepared using a natural organic binder", J. Mater. Sci., DOI 10.1007/s10853- 006-1007-6. 2005.
- [42] Kolli M, Hamidouche M, Loucif K, Osmani H, Majoubi M/A, Bouaouadja N, Gonon M, Fantozzi G, " Caractérisation Rhéologique des kaolins de Djebel Debbagh", 6^{ème} Congrès de la Société Algérienne de Chimie "SAC", CA 6-62, 2002.
- [43] Saadi L, Jabry E, Moussa R, Gomina M, " Etude des propriétés physico-chimiques et mécaniques de matériaux céramiques élaborés à partir d'une argile du Maroc : Partie I", Silicates Industriels, 3-4, 1993, p 51-57.
- [44] Laure N.K.L.G, " Transformations thermiques, organisation structurale et frittage des composés kaolinite-muscovite", Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2004.
- [45] Saikia N.J, Bharali D.J, Sengupta P, Bordoloi D, Goswamee R.L, Saikia P.C, Borthakur P.C, " Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam" , India, Applied Clay Science, Vol. 24, 2003, p 93-103.
- [46] Rabehi B, " Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djebel Debbagh", Thèse de Doctorat UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES, 2012/2013.
- [47] Renac C, Assassi C.F "Formation of non-expandable 7Åhalloysite during Eocene-Miocene continental weathering at Djebel Debbagh, Algeria. A geochemical and stable-isotope study". Sedimentary Geology, 217, 2009, 140-153.
- [48] Gridi-Bennadji F, " Matériaux de mullite à microstructure organisée composés d'assemblages muscovite – kaolinite", Thèse de doctorat de université de limoges, Le 4 décembre 2007.
- [49] Bouzidi N "Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson". Thèse de doctorat de l'université A/Mira-Bejaia (Algérie) et de l'école nationale supérieure de mines de Saint-Etienne (France), le 23 Septembre 2012.
- [50] Perlot C, Rougeau P, "Intérêt des métakaolins dans les bétons", Paris, CERIB, 2007.
- [51] Chen C.Y, Tuan W.H, "The processing of kaolin powder compact", Ceram. Int. 27 (2001). 795-800.

- [52] Imai T, Yamamoto T, Urabe K, Nakano H, Ohyanagi M, "Structural Change of Fired Halloysite of the Democratic and People's Republic of Algeria", *Journal the Ceramic Society of Japon*, 113 [9] (2005),620-625.
- [53] Brindley G.W, Nakahira M, "The kaolinite-mullite reaction series: I Survey of outstanding problems. II Metakaolin. III The high temperature phase". *Journal of American Ceramic Society*, vol. 42, 1959, p311-324.
- [54] Brindley G.W, Sharp J.H, PATTERSON J.H, NARAHARI A, "Kinetics and mecanism of dehydroxylation processes". *American Mineralogy*, vol. 52, 1967, p201-211.
- [55] Horvath I, Kranz G, "A thermoanalytical study of high temperature dehydration of kaolinites with various structural arrangements". *Silikaty*, vol. 24, 1980, p149-156.
- [56] Gniewek J, " Réactivité des Montmorillonites calcinées. Utilisation dans le génie civil". Thèse. Lyon : INSA de Lyon, 1987, p184
- [57] Taylor H.F.W, " Homogenous and inhomogenous mechanisms in the dehydroxylation of minerals". *Clay Mineral Bulletin*, vol. 5, 1962, p44-55.
- [58] Meinhold R.H, Atakul H, DaviesS T.W, Slade R.T.C, "Flash calcinations of kaolinite studied by DSC, TG and MAS-NMR" . *Journal of thermal analysis*, vol. 38, 1992, p2053-2065
- [59] Meinhold R.H, Atakul H, Davies T.W, Slade R.T.C, " Flash calcinations of kaolinite: kinetics of isothermal dehydroxylation of partially dehydroxylated: flash calcines and flash calcinations itself" *Journal of materials chemistry*, vol. 2, 1992, p913-921.
- [60] Bormans P., "ceramics are more than clay alone". Cambridge international science publishing, 2004.
- [61] Eppler A.R. "Glazes and glass coatings"; The American Ceramic Society. Published 2000.
- [62] Kolli M. "Elaboration and characterization of a refractory based on Algerian kaolin", *Ceramics international* N° 33, 2007, pp 1435–1443.
- [63] Pasquet J.F, "Le kaolin, mémento roches et minéraux industriels", *Chapitre I. Généralités sur les argiles, les kaolins et leurs applications industrielles* 33, BRGM, 1988.
- [64] Helgeson H.C, Garrels R.M, Mackenzie F.T. " Evaluation of irreversible reactions in geochemical processes involving mineral and aqueous solutions: II applications *Geochim. Cosmochim*". *Acta*, 33, 1969. 455-481

- [65] Cases J.M, Cunin P, Grillet Y., Poinson C, Yvon J.. "Methodes of analysing morphology of kaolinites : relations between crystallographic and morphological properties " Clay Minerals, Vol.21, 1986, pp. 55-68.
- [66] Rosenthale E." Pottery and Ceramics", Penguin Books, Middiesex, U. K., 1949.
- [67] Cherait Y , Nafa Z, "Eléments de matériaux de construction et essais", Collection : le livre de génie civil, Direction de la publication universitaire de Guelma. (2007).
- [68] Norme Française P18-598., "Granulats, essai d'équivalent de sable", Éditions AFNOR, Paris, 1991.
- [69] AFPC-AFREM. Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, Compte-rendu des journées techniques AFPC-AFREM « Durabilité des bétons », Toulouse, (1997).
- [70] ASTM D 559 - 57, Wetting-and-Drying Tests of Compacted Soil - Cement Mixtures.
- [71] Yahia A., Tanimura M., Shimoyama Y., "Reological properties of highly flowable mortar containing limestone filler-effect of powder content and w/c ratio", Cement and concrete research, vol 35, 2005, pp. 532-9.
- [72] Bonavetti V., Donza H ., Rahhal V., IrassarE., "Influence of initial curing on the properties of concrete containing limestone blended cement", Cement and concrete research , vol 30,2000,pp. 703-8.
- [73] Menendez G., Bonavetti V., Irassar EF., "Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast-furnace slag", Cement and concrete composites, vol 25, 2001, pp. 61-7.
- [74] Al Dulianjan S.U et Al, "Sulfate resistance of plain and blended cements exposed to varying concentrations of sodium sulfate, Cement. Concrete composites 25, 2003, 429-437.
- [75] Turker F et Al, "Effects of magnesium sulfate concentration on the sulfate resistance of mortars with and without silica fume". Cement and concrete research.Vol 27. 1997.205-214.
- [76] Harbi R, Derabla R et Nafa Z, "Improvement of the properties of a mortar with 5% of kaolin fillers in sand combined with metakaolin, brick waste and glass powder in cement". Journal Construction and Building Materials.Vol 152. 2017. pp. 632-641.