

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
جامعة عمّار تليدج  
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT  
كلية التكنولوجيا  
FACULTE DES TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL

## *Mémoire de MASTER*

**Domaine :** Sciences et Technique  
**Filière :** Génie civil  
**Option :** Matériaux de construction

**Par:**  
**Righi Ridha**  
**Zakhrouf Ahmed Oussama**

## THEME

---

*Influence du métakaolin sur les propriétés  
physico-mécanique des mortiers à base de sable  
silico-calcaire*

---

Soutenu publiquement devant le jury composé de:

Mme : Bendjillali Khadra	MCB	Président
Mr : Ferhat Ahmida	MAA	Examineur
Mr : Makhloufi Zoubir	MCA	Rapporteur
Mr : Bederina Madani	Pr	Co-rapporteur

Année Universitaire 2015/2016

## *Remerciements*

*La présente étude a été réalisée au sein du département de Génie Civil de l'Université «Amar Telidji » de Laghouat.*

*Nous tenons à remercier :*

*Monsieur le Dr. MAKHLOUFI ZOUBIR à l'Université de Laghouat, qui a encadré ce travail, pour sa disponibilité, pour son écoute, pour ses grandes qualités pédagogiques, ainsi que pour sa rigueur scientifique, qu'il a su me communiquer pour mener au mieux ce travail de recherche.*

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à : Monsieur Pr*

*Bederina Madani Enseignant à l'Université*

*de Laghouat,*

*Nous souhaitons exprimer nos remerciements à MME BENDJILLALI KHADRA MCB, Mr FERHAT AHMIDA MAA, pour avoir bien voulu accepter de participer à ce jury, prouvant ainsi l'intérêt qu'ils portent à ce travail.*

*Et les enseignants de département de Génie Civil*

*Ainsi que tous les personnes du Production et du laboratoire de l'université et de L'Usine Lafarge M'sila.*

*Nous tiens à exprimer toute ma gratitude à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.*



## Liste de symboles

AFNOR: Norme française (association française de normalisation)

C : Compacité

D : Diamètre du granulat

ES : Equivalant de sable

M : Masse de matériau

$m_{app}$  : Masse volumique apparente

$m_{abs}$  : Masse volumique absolue

$M_f$  : Module de finesse

K : Constante de l'appareil de perméabilimètre de Blaine

P : Porosité

$R_f$  : Résistance à la flexion

$R_c$  : Résistance à la compression

E/L : Rapport eau/Liant

SA : Sable alluvionnaire

L/S : Rapport liant/sable

C3S : Silicate tricalcique (alite)

C2S : Silicate bicalcique (belite)

C4AF : Aluminate-ferrite tetracalcique

CaCO<sub>3</sub> : Carbonate de calcium

C3A : Aluminate tricalcique

CSH : Silicate de calcium hydraté

CEM I: Ciment Portland sans ajout

MK: Métakaolin

استخدام الإضافات في الإسمنت لتصنيع الملاط تقدم طور اقتصادي و بيئي مهم.

يحتوي على اضافات (جيرية,طف...) يتم انتاجه في المصانع الجزائرية وفق المعايير

الاوروبية.

عدة دراسات اجريت لدراسة تأثير هذه الاضافات الإسمنتية الفيزيوميكانيكية والاستدامة على المدى الطويل, مع ذلك فقد اجريت دراسات قليلة على الملاط المضاف اليه الميكاكولين الاستدامة في المدى الطويل.

الغرض الرئيسي من هذه الدراسة هي صياغة ملاط قادر على واستدامة على المدى الطويل .  
فيزيوميكانيكية

وقد تم تحضير الميكاكولين بحرق الكاولين 700 ° 04 ساعات, وقد اظهرت 25% من الاسمنت بالميتاكولين يزيد من قوة الضغط والشد على المدى الطويل وكذلك تحسين الاستدامة بواسطة التخفيض من امتصاص الماء والتقلص.

مفاتيح:ميكاكولي , , , , ,

## Résumé

L'utilisation des ajouts dans le ciment pour la fabrication des mortiers offrent des avantages économiques, et écologiques importantes.

Les ciments aux ajouts (calcaire, tuf, pouzzolane.....) sont fabriqués dans plusieurs cimenteries algériennes, et acceptés par les normes européennes.

Plusieurs travaux ont été réalisés sur l'effet de ces ajouts cimentaires sur les propriétés physico-mécaniques, et de durabilité des mortiers. Cependant, peu d'études ont été faites sur le comportement des mortiers à base de ciment au métakaolin local vis-à-vis des propriétés mécanique et de durabilité.

Le but principal de cette étude est de formuler et analyser la performance des mortiers à base de métakaolin local. La préparation du métakaolin a été réalisée par une calcination du Kaolin à une température de 700 °C pendant une durée de quatre heures.

Les résultats observés ont montré que le taux de substitution de 25% de métakaolin augmente la résistance à la traction et à la compression à long terme. La durabilité a été également améliorée par une diminution du retrait et d'absorptivité.

**Mots clés :** Métakaolin, calcination, résistance à la compression, résistance à la traction, absorptivité, retrait.

## ABSTRACT

The use of additions in cement for the manufacture of mortar offers economic and ecological advantages.

Cements with additions (Such as limestone, tuff.....) are produced in cement factories in Algeria, and accepted by Europe norms.

Several studies have analysed the effect of these additions on physico-mechanical properties, and durability of concrete. However, few studies have been done on the effect of local metakaolin on mechanical properties and durability of mortar.

The main purpose of this study is to designed and analyse the performance of mortar with local metakaolin. The preparation of the metakaolin was carried out by calcination of kaolin at a temperature of 700 ° C for a period of 4 hours. The observed results have shown that the rates of substitutions of 25% metakaolin increases the compressive strength and tensile strength at long term. The durability was also improved by reducing the coefficient of sorptivity and shrinkage.

**Key words:** Metakaolin, calcination, compressive strength, tensile strength, sorptivity, shrinkage.

# SOMMAIRE

---

**Résumé**

**Abstract**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

**Introduction générale**

I.1 Introduction.....	1
I.2 Le ciment.....	1
I.2.1. Définition .....	1
I.2.2 Historique.....	2
I.2.3 Composition et types.....	3
I.3. Hydratation du ciment portland .....	5
I.3.1. Introduction.....	6
I.3.2 Hydratation des composants du ciment Portland .....	6
I-3-2-1 Hydratation du silicate tricalcique C <sub>3</sub> S.....	6
I.3.2.2 Hydratation du silicate bi calcique C <sub>2</sub> S .....	7
I.3.2.3 Hydratation de l'aluminate tricalcique C <sub>3</sub> A .....	8
I.3.2.4 Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C <sub>4</sub> AF .....	9
I.3.3 Conclusion .....	9
I.4 Les caractéristiques du ciment portland.....	9
I.4.1 La prise ( NA230 NF EN 196-3).....	9
I.4.2 Le durcissement .....	13
I.4.3. La Finesse de Mouture finesse de Blaine- NA231 NF EN196-6 .....	15
I.4.4 Le Retrait ( NA440 NF P15 433 ).....	16
I.4.5 Chaleur d'hydratation (EN196-9 NF P15-436 ) .....	18
I.4.6 Résistance à la compression (NA 234 EN 196-1).....	19
I.6. Le métakaolin.....	19
I .6.1. Définition .....	19
I .6.2. Historique de l'utilisation du métakaolin .....	22
I .6.3 Production du métakaolin .....	22
. Principe.....	23
I.6.4 Calcination traditionnelle [11] .....	25
I.6.5 Caractéristiques des métakaolins .....	25
I .6.5.1.Granulométrie .....	25

# SOMMAIRE

---

I .6.5.2. Surface spécifique .....	26
I .6.5.3 Composition chimique .....	27
I .6.5.4 Propriétés minéralogiques .....	27
I .6.5.5 Propriétés Morphologique.....	29
I.6.6 Influence du métakaolin sur les propriétés du ciment.....	27
I .6.6.1 Influence du métakaolin sur l'hydratation du ciment.....	27
I .6.6.2 Influence du MK sur l'ouvrabilité.....	33
I .6.6.3 Effet du MK sur la microstructure .....	34
I .6.6.4 Influence du MK sur le temps de prise .....	35
I.6.6.5 La chaleur d'hydratation au présence du Métakaolin .....	36
I .6.6.6 Influence du MK sur les performances mécaniques .....	37
I .6.6.7 Influence du MK sur le retrait.....	39
I .6.6.8 Influence du MK sur l'absorption d'eau .....	39
I.7 Conclusion .....	37
II.1 Introduction .....	38
II.2 Essai de caractérisation des matériaux.....	38
II.2.1 Essais sur le sable .....	38
II.2.1.1 Masses volumiques.....	38
II.2.1.2 Analyse granulométrique.....	39
II.2.1.3 Equivalent de sable .....	40
II.2.1.4 Analyse chimique et minéralogique.....	41
II.2.2 Eau .....	46
II.2.3 Métakaolin .....	47
II.2.3.1 Traitement thermique.....	47
II.2.3.2 Composition chimique.....	49
II.2.4 Ciment.....	49
II.2.4.1 Masse volumique absolue.....	49
II.2.4.2 Surface spécifique.....	46
II.2.4.3 Consistance et Prise du ciment .....	47
II.2.4.4 Essai de Prise .....	49
II.2.4.5 Analyse minéralogique et chimique .....	54
II.2.4.6 Essai de stabilité .....	54
II.2.5 La diffraction des rayons X (D.R.X.) .....	56
II.3 Essai sur Mortier.....	57
II.3.1 Formulation du mortier à base de métakaolin.....	57

# SOMMAIRE

---

II.3.3 Préparation des éprouvettes .....	58
II.3.4 Essais réalisés sur mortiers à l'état frais.....	59
II.3.5 Détermination de la chaleur d'hydratation .....	57
II.3.6 Essais réalisés sur mortiers à l'état durci.....	60
II.4 Conclusions.....	65
III.1 Introduction .....	66
III. 2 Résultats expérimentaux.....	66
II.2.1 Sable .....	66
a <sub>1</sub> ) Masse volumique apparente ( $\rho_{app}$ ).....	66
a <sub>2</sub> ) Masse volumique absolue ( $\rho_{abs}$ ) .....	66
a <sub>3</sub> ) Compacité .....	67
a <sub>4</sub> ) Porosité .....	67
a <sub>5</sub> ) Analyse granulométrique .....	67
a <sub>6</sub> ) Module de finesse .....	68
a <sub>7</sub> ) Module d'uniformité.....	68
a <sub>8</sub> ) Coefficient de courbure.....	68
a <sub>9</sub> ) Equivalent de sable .....	68
III.2.2 Eau.....	66
III.2.3 Métakaolin.....	66
Traitement thermique .....	67
III.2.4 Ciment .....	69
III.2.5 Influence du taux d'ajout du métakaolin sur la stabilité du ciment.....	70
III.2.6 Essais sur mortiers.....	76
III.2.6.1 Etude du mortier à l'état frais .....	76
Effet du rapport E/L .....	76
Effet du taux deMK sur la chaleur d'hydratation.....	75
III.2.6.2 Etude des mortiers à l'état durci .....	76
III.2.6.2.1 Résistance à la traction par flexion.....	76
III.2.6.2.2 Résistance à la compression .....	78
III.2.6.2.3 Essai d'absorption d'eau par capillarité.....	81
III.2.6.2.4 Retrait .....	83
III.3 Conclusions .....	86

## Références bibliographiques

## Annexes

## **Introduction générale**

La valorisation des matériaux locaux présente une solution des problèmes de pollution. Parmi ces matériaux se distingue les ajouts cimentaires qui sont largement utilisés, dans les mortiers et bétons.

Le métakaolin (MK) est produit par traitement thermique contrôlé du kaolin est l'un des ajouts minéraux dans l'industrie du ciment et béton. L'utilisation du MK dans les mortiers et bétons a reçu une attention considérable ces dernières années en raison de sa haute réactivité pouzzolanique et de son amélioration de la durabilité à long terme.

Cette étude rentre dans le cadre de développement et d'amélioration des matériaux de construction à partir des matériaux naturels locaux.

Plusieurs études ont été effectuées sur l'effet de substitution de ciment par du métakaolin afin de savoir leurs formulations et de déterminer leurs caractéristiques et leurs comportements rhéologique et mécanique.

L'objectif de ce travail présente d'une part la substitution des mortiers à base de liants constitués de différents taux de substitution de ciment par du métakaolin à l'état frais et d'autre part, l'étude de des principales propriétés physico-mécaniques de ces mortiers à l'état durci.

Dans ce cadre, on s'intéresse en particulier à l'ouvrabilité, les résistances à la flexion et à la compression, l'évolution du retrait et l'absorption d'eau par capillarité. Le mémoire est présenté comme suit:

Une introduction générale est donnée en premier lieu.

Dans le premier chapitre on donne une synthèse bibliographique sur les différents ajouts utilisés pour obtenir les différents types de ciments, l'hydratation du ciment à base de métakaolin, les propriétés des mortiers et bétons à base de métakaolin à l'état frais et à l'état durci ainsi que leur durabilité.

Le deuxième chapitre est consacré à la partie expérimentale proprement dite réalisée sur des éprouvettes de mortier et de béton, une description détaillée des matériaux utilisés est donnée. La procédure expérimentale adoptée est aussi expliquée dans ce chapitre.

Dans le troisième chapitre on présente l'analyse et discussion des résultats expérimentaux. Enfin ce travail est achevé par une conclusion générale regroupant les principaux résultats de cette étude ainsi que des recommandations pour des futurs travaux.

## **I.1 Introduction**

Les ajouts cimentaires font désormais partie intégrante dans la formulation des bétons à haute résistance et à hautes performances. Ces ajouts cimentaires peuvent être des matériaux naturels, des déchets industriels, ou des sous-produits. Parmi les ajouts cimentaires utilisés, on trouve les cendres volantes, la fumée de silice, les laitiers granulés de hauts fourneaux, la cendre de cosse de riz et le métakaolin (MK). Il est utilisé en tant que matériau pouzzolanique dans les mortiers et les bétons. Dans ce chapitre, on présentera une vue d'ensemble des travaux menés sur l'utilisation du MK en tant que substitution au ciment dans les mortiers.

## **I.2 Le ciment**

### **I.2.1. Définition**

Le terme " ciment " est issu du latin *coementum* qui signifie mortier, liant des maçonneries. Ce sens étymologique a donc été à peu près conservé et il s'est toutefois restreint aux seuls liants dits hydrauliques parce qu'ils sont capables de durcir sous l'eau, dont le durcissement est dû aux réactions chimiques d'hydratation des silicates et des aluminates de chaux.

Le ciment est généralement fabriqué en cuisant vers 1 450 C<sup>0</sup> des mélanges de calcaire et d'argile. On obtient alors des nodules durs, appelés clinkers ; c'est en broyant très finement ceux-ci, additionnés d'un peu de gypse, qu'on produit le ciment Portland. D'autres types peuvent être obtenus en mélangeant ce clinker broyé avec des constituants, broyés également, qui présentent des propriétés hydrauliques ou pouzzolaniques : ce sont soit des laitiers de hauts fourneaux granulés, soit des cendres volantes ou encore des pouzzolanes, naturelles ou artificielles.

Il existe, en outre, des ciments spéciaux, tels les alumineux ou les sur sulfatés. La principale utilisation du ciment est le béton, dont il est le composant actif, mais il entre aussi dans la composition des mortiers pour maçonneries ou pour enduits.

### **I.2.2 Historique**

Aucun progrès ne fut accompli sur les liants pendant le Moyen Âge, dont les principales constructions cathédrales, châteaux doivent leur réussite surtout aux progrès réalisés dans l'art de tailler et d'assembler les pierres.

C'est seulement au XVIIIe siècle, les procédés de cuisson s'améliorant, que des chaux hydrauliques, intermédiaires entre les chaux et les ciments, furent produites. En 1756, l'Anglais Smeaton, en mélangeant celles-ci avec des pouzzolanes, obtint un mortier aussi dur que la pierre de Portland. Cette élaboration fut reprise par ses successeurs. Ainsi fut introduite progressivement dans le langage l'appellation de ciment Portland.

En 1817, le Français Louis Vicat, étudiant scientifiquement et non plus empiriquement, comme ses prédécesseurs, les chaux hydrauliques, découvrit les principes chimiques des ciments et définit leurs règles de fabrication. Aussi en est-il considéré comme l'inventeur.

En 1824, l'Anglais Aspdin prit un brevet pour la fabrication d'un ciment de Portland, mais celui-là comportait encore beaucoup de points obscurs. C'est seulement en 1845 que l'Anglais Johnson indiqua de façon précise les règles de fabrication de ce produit. À la fin du XIXe siècle, en France, Le Chatelier étudia la composition chimique des divers constituants des ciments ; son œuvre fut perfectionnée et achevée par l'Américain Bogue au XXe siècle.

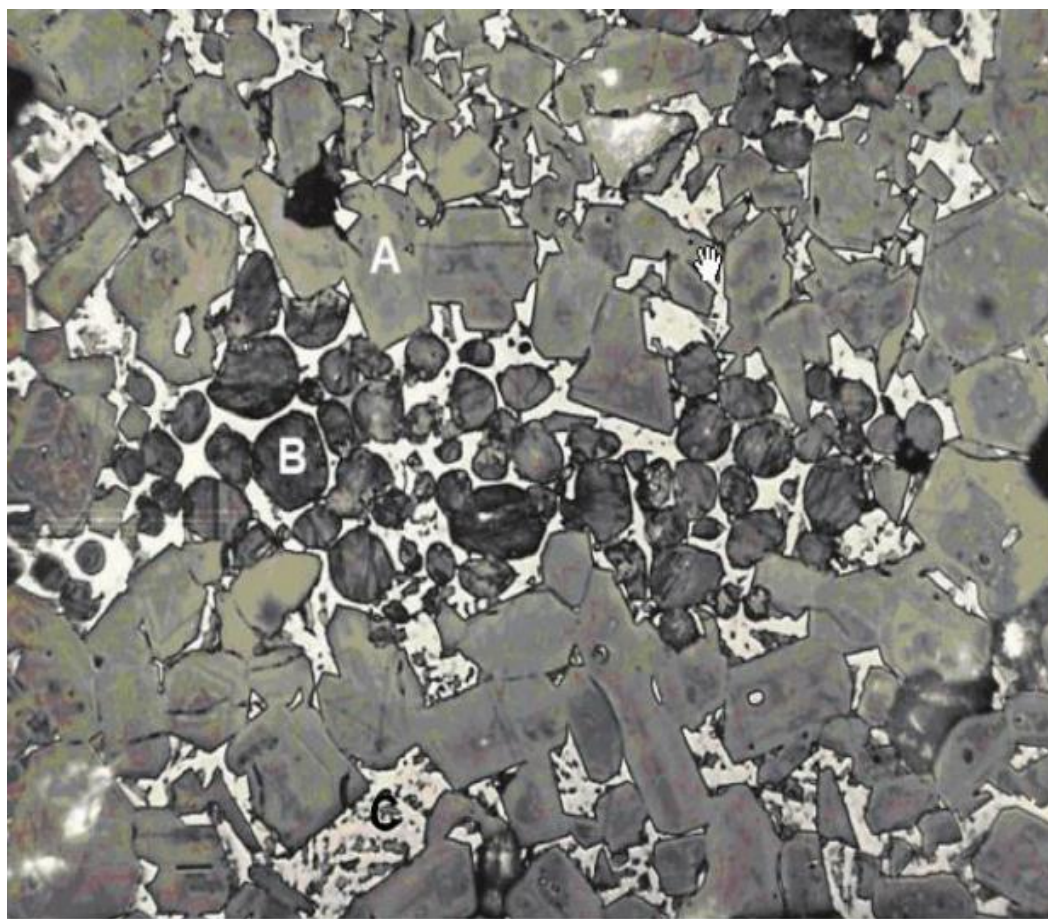
En 1890, on comprit l'intérêt du laitier granulé ajouté au ciment, et, après 1945, celui des cendres volantes. Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente : le ciment alumineux fut découvert par Bied, en 1908.

### I.2.3 Composition et types

La composition minéralogique moyenne du clinker de ciment portland est donnée dans le Tableau 1.1 Le caractère hétérogène de cette pierre

**Tableau I. 1** Composition minéralogique moyenne du clinker de ciment portland [1]

Constituants	Notation cimentaire	Formule brute	% massique des différentes phases dans le clincker.
Silicate tricalcique (alite)	C <sub>3</sub> S	Ca <sub>3</sub> SiO <sub>5</sub>	60-65
Silicate bicalcique (bélite)	C <sub>2</sub> S	Ca <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	10-20
Aluminate tricalcique	C <sub>3</sub> A	Ca <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	8-12
Aluminoferrite tétracalcique	C <sub>4</sub> F	Ca <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>10</sub> Fe <sub>2</sub>	8-10



**Figure I.1** Aspect Microscopique du clinker de ciment portland

**Figure 0.1** Aspect Microscopique du clinker de ciment portland

[1]

A= cristaux polygonaux de  $C_3S$  ou alite.

B=cristaux arrondis ou bélite.

C=phase interstitielle, liquide à la température de cuisson, formé de  $C_3A$  en microcristaux (gris) enchevêtrés avec  $C_4AF$  (blanc réfléchissant). La composition minéralogique du clinker varie légèrement d'une usine à l'autre du fait qu'aucune carrière n'est identique à une autre. En particulier en l'absence d'oxyde de fer, on obtient du clinker de ciment blanc qui ne contient pas d'alluminoferrite de calcium. A la sortie du four de cimenterie, après refroidissement rapide, le clinker est broyé avec du sulfate de calcium pour donner le ciment portland [2]. Dans les normes actuelles [2], les ciments portland sont classifiés doublement en fonction : de la présence ou non d'ajouts de la classe de résistance [2]. Les ciments courant sont divisés en 05 types selon leur composition :

D'après la norme ENV 197-1 définit 5 types de ciment dont la composition doit être conforme au Tableau 1.2

**Tableau I. 2** Les principaux types de ciments

Désignations	Notation	Clinker	Autres constituants	Constituants secondaires
Ciment Portland	CPA -CEM I	95-100	----	0-5
Ciment Portland composé	CPJ-CEM II/A	80-94	6-20	--- ---
	CPJ-CEM II/B	65-79	21-35	
Ciment de haut fourneau	CHF-CEM III/A	35-64	36-65	0-5
	CHF-CEM III/B	20-34	66-80	0-5
	CLK -CEM III/C	5-19	81-95	0-5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A	65-90	10-35	0-5
	CEM-CPZ IV/B	45-64	36-55	0-5
Ciment composé	CLC-CEM V/A	40-64	18-30	0-5
	CLC-CEM V/B	20-39	31-50	0-5

Les différents ajouts utilisés dans le ciment sont :

**a. Laitiers granulé de haut fourneau**

C'est un sous-produit de l'industrie métallurgique ayant des propriétés hydraulique. Il

est obtenu par refroidissement rapide (trempe) de certaines scories fondues provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut fourneau.

**b. Pouzzolanes naturelles**

Ce sont des produits naturels d'origine volcanique composés essentiellement de silice, alumine et oxyde ferrique ; ils sont employés en cimenterie pour leur aptitude à fixer de la chaux à la température ambiante et à former des composés ayant des propriétés hydrauliques, c'est-à-dire pouvant faire prise et durcir par hydratation [1].

**c. Cendres volantes**

Elles proviennent du dépoussiérage des gazes de combustion des centrales thermiques alimentées au charbon. On distingue : - les cendres volantes siliceuses (v) qui ont des propriétés pouzzolaniques -les cendres volants calciques (w) qui ont des propriétés hydrauliques et, parfois, pouzzolanique [2].

**d. Schistes calcinés**

Ce sont des schistes que l'on porte à une température d'environ 800°C. Finement broyés, ils présentent de fortes propriétés hydrauliques et aussi pouzzolaniques.

**e. Fumées de silice**

Les fumées de silice sont un sous-produit de l'industrie du silicium et de ses alliages. Pour entrer dans la composition du ciment en tant que constituant principal, elles doivent contenir au moins 85% (en masse) de silice amorphe et avoir une surface massique supérieure à 15 m<sup>2</sup>/g, les fumées de silice ont des propriétés pouzzolaniques[2].

**f. Fillers**

Ce sont des constituants secondaires'' des ciments, c'est-à-dire qu'ils ne peuvent jamais excéder 5% en masse dans la composition du ciment. Ce sont des matières minérales, naturelles ou artificielles qui agissent par leur granulométrie sur les propriétés physique des liants (maniabilité, et pouvoir de rétention d'eau).

**I.3. Hydratation du ciment portland****I.3.1. Introduction**

Le ciment est un liant hydraulique, il se combine à l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique. La réaction chimique

d'hydratation du ciment conduit donc à la formation d'une pâte qui, après prise, durcit progressivement à l'air ou dans l'eau.

Les mécanismes fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été mis en lumière, dès la fin du siècle dernier, par Henri Le Chatelier. Il a notamment décrit les trois phénomènes concomitants qui concourent au phénomène de prise [3]:

- La dissolution des constituants du ciment dans l'eau.
- La formation de solutions sursaturées par rapport aux différents hydrates.
- La précipitation et la cristallisation de ces hydrates dans le vide inter granulaire.

### **I.3.2 Hydratation des composants du ciment Portland**

Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec une forte libération de chaleur, cette période dite de pré-induction est de courte durée (10 – 20 minutes). Elle est suivie d'une période relative inactivée appelée période d'induction ou période dormante au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul.

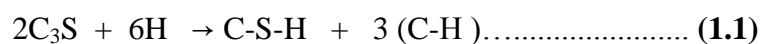
La durée de cette période peut varier entre 2 et 8 heures.

La période d'induction est très importante quant à l'ouvrabilité des bétons et mortiers, car à sa fin s'amorce la prise du ciment avec un fort dégagement de chaleur qui correspond à la période d'accélération associée au début de prise et de durcissement du ciment.

Pour comprendre les changements chimiques et physiques qui se produisent au cours de l'hydratation du ciment portland, il est essentiel d'étudier séparément les réactions des silicates et des aluminates.

#### **I-3-2-1 Hydratation du silicate tricalcique C<sub>3</sub>S**

L'hydratation des silicates produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de calcium. La réaction du C<sub>3</sub>S avec de l'eau est la suivante:



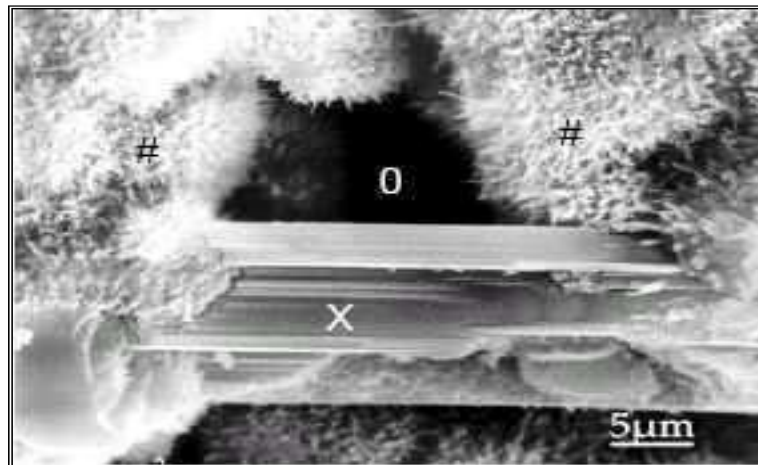
Où C-S-H représente le  $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (Silicate de calcium hydraté) et (C-H) représente le  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  ( figure 1.2 ) sont :

- Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) qui occupent entre 60 et 70% du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Ils ont une structure en feuillets formés de cristaux très petits et mal cristallisés.
- La surface spécifique est très élevée (100 - 700  $\text{m}^2/\text{g}$ ).
- La cohésion des feuillets de C-S-H est due aux forces de Van Der Waals entre leurs parties colloïdales.

L'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est l'hydroxyde de calcium C-H (ou Portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée.

La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique. Elle participe peu au développement de la résistance. En fait, la présence de la portlandite peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfate



**Figure I.2** C-S-H fibreux avec Cristal de Portlandite (X) [4]

**I.3.2.2 Hydratation du silicate bi calcique  $\text{C}_2\text{S}$**

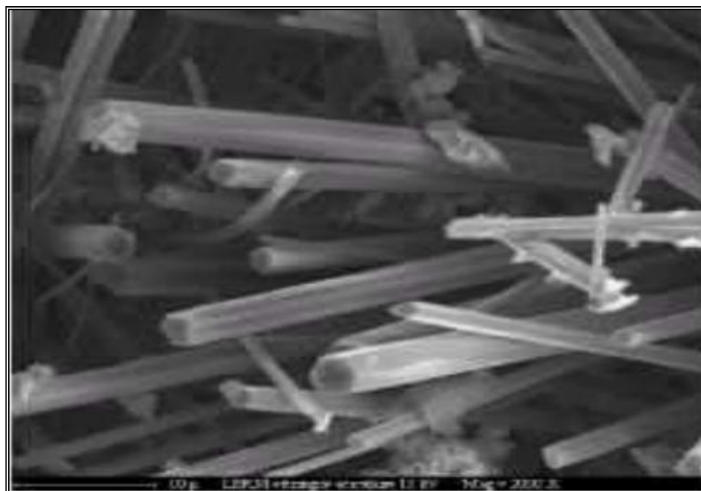
Une fois hydraté,  $\text{C}_2\text{S}$  donne aussi des C-S-H. La réaction est donnée par:



Les études calorimétriques ont montré des résultats semblables à ceux de l'hydratation de C<sub>3</sub>S mais avec moins d'évolution de la chaleur. Selon des calculs de stoechiométrie, l'hydratation de C<sub>3</sub>S produirait 61% de gel de C-S-H et 39% de CH alors que l'hydratation de C<sub>2</sub>S produirait 82% de gel de C-S-H et seulement 18% de CH, donc une quantité plus élevée de C<sub>2</sub>S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C<sub>3</sub>S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée.

**I.3.2.3 Hydratation de l'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A**

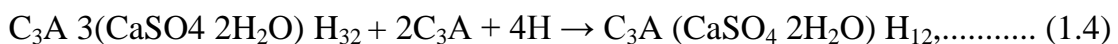
L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse (CaSO<sub>4</sub> 2H<sub>2</sub>O). En l'absence du gypse, la réaction de C<sub>3</sub>A avec de l'eau est très violente et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de prise rapide. En présence du gypse, les C<sub>3</sub>A réagissent d'abord pour former le trisulfoaluminate hydraté (Ettringite) qui se cristallise en aiguilles à base Hexagonale (figure 1.3). La réaction est donnée par:



**Figure I.3** Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire [5]

Le gypse ajouté au clinker (3 à 5% en poids) n'est pas en teneur suffisante pour transformer tous les aluminates en éttringite.

Il apparaît donc secondairement un monosulfoaluminate qui se cristallise en plaquettes hexagonales [8]. La réaction est donnée par :



Les aluminates hydratés ainsi obtenus occupent 15 à 20% du volume de la pâte de ciment complètement hydratée [6].

#### **I.3.2.4 Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C<sub>4</sub>AF**

Le C<sub>4</sub>AF réagit avec le gypse avec un mode semblable que celui de C<sub>3</sub>A, mais dans ce cas, la réaction est beaucoup plus lente.

Dans la première étape de la réaction, le C<sub>4</sub>AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C<sub>4</sub>AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate, ces sulfoaluminates occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte. La réaction du C<sub>4</sub>AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance [6]. L'hydratation des aluminates est de grande importance pratique parce qu'ils affectent les propriétés de prise du ciment.

#### **I.3.3 Conclusion**

La réaction d'hydratation du ciment combine les réactions d'hydratation des principaux composants du clinker et, éventuellement, celles de ses composants secondaires. Cependant, les réactions sont plus complexes du fait des interactions chimiques et thermiques qui se produisent au cours du processus d'hydratation et du fait des impuretés présentes dans la solution solide qui influencent beaucoup l'hydratation de chaque phase.

### **I.4 Les caractéristiques du ciment portland**

#### **I.4.1 La prise ( NA230 NF EN 196-3)**

Dès que le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence et les propriétés de la pâte ainsi obtenue sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée. Mais au bout d'un certain temps, les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange a changé de viscosité et se raidit, on dit qu'il se fait priser.

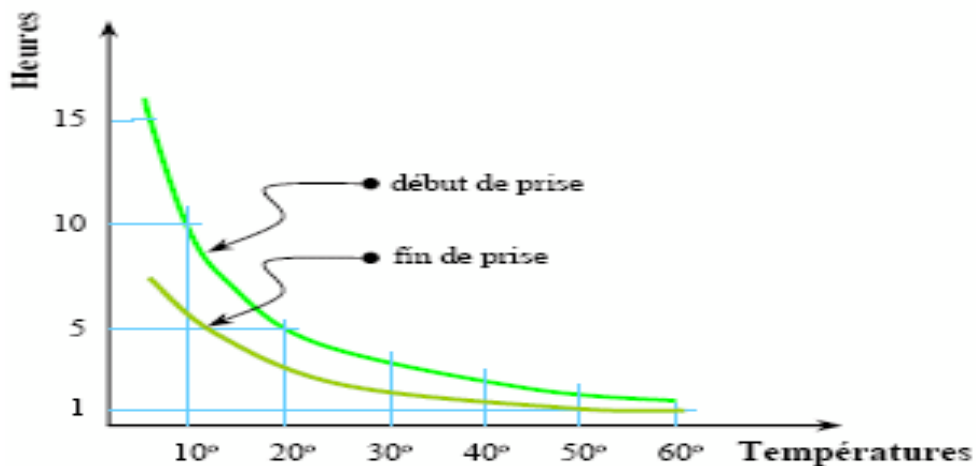
Le phénomène de prise du ciment est lié à de nombreux paramètres tels:

La nature du ciment, la finesse de mouture du ciment; plus son broyage a été poussé, plus le temps de prise est court, la température; alors qu'à zéro degré la prise est stoppée, plus la température ambiante est élevée plus la prise est rapide, pour un ciment donné le début de prise sera de 18 heures à 2 °C, de 5 heures à 10 °C, de 3h 30 à 20 °C et de 30 min à 35 °C (figure 1-6), la présence de matières organiques dans l'eau ou dans l'un des autres constituants du béton qui ralentit la prise, l'excès d'eau de gâchage qui a, entre autres inconvénients, une action retardatrice sur la prise (figure I.7).

En fonction de leur classe de résistance, les normes spécifient un temps de prise minimum qui est, à la température de 20 °C, de:

- 1h 30 pour les ciments de classes 35 et 45.
- 1h pour les ciments des classes 55 et HP.

Il est à noter que pratiquement tous les ciments ont des temps de prise largement supérieurs à ces valeurs minimales, l'ordre de grandeur étant de 2 h 30 à 3 h pour la majorité des ciments.



**Figure I.6** Evolution du temps de prise en fonction de la température

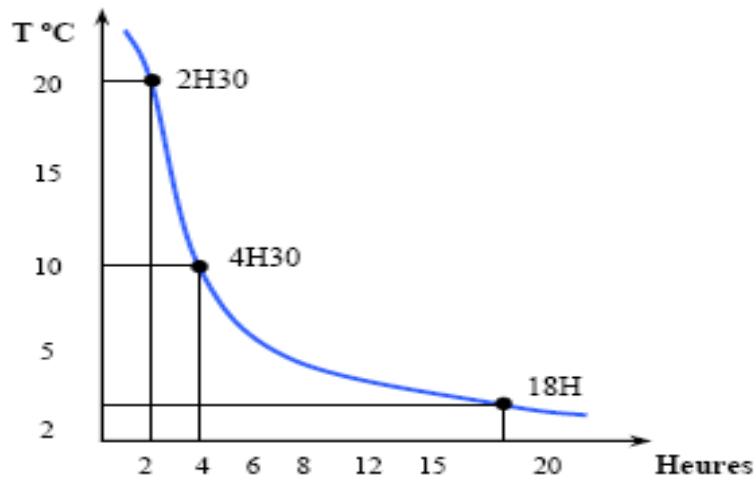


Figure I.7 Influence de la température sur la prise des ciments

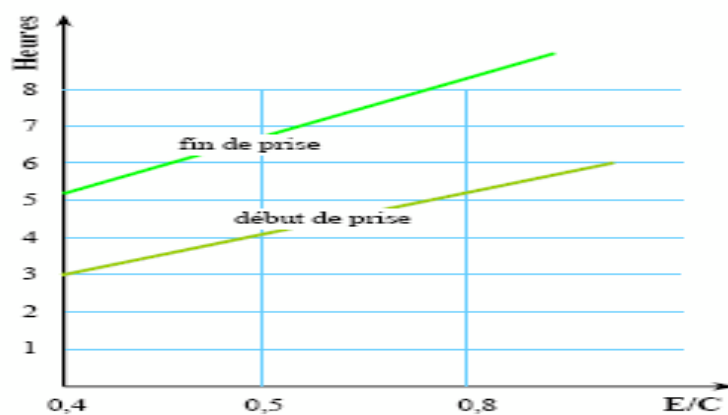


Figure I.0.1 Influence du E/C sur le temps de prise

### I.4.2 Le durcissement

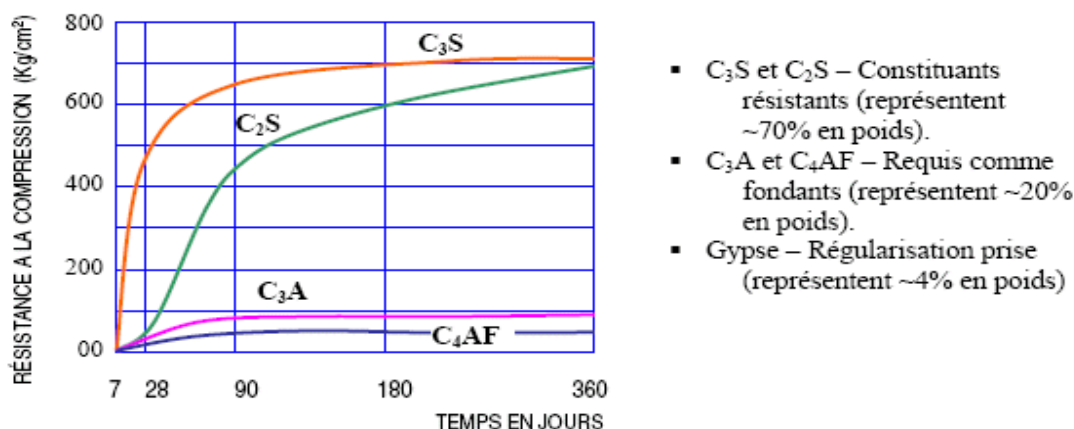
C'est la période qui suit la prise et pendant laquelle se poursuit l'hydratation du ciment, Sa durée se prolonge pendant des mois au cours desquels les résistances mécaniques continuent à augmenter.

Comme le phénomène de prise, le durcissement est sensible à la température, ce qui conduit notamment en préfabrication, à chauffer les pièces pour lesquelles on désire avoir des résistances élevées au bout de quelques heures.

La prise et durcissement des constituants du clinker :

Pour mieux comprendre les propriétés des ciments portland, il est intéressant d'étudier comment réagit en présence d'eau chacun des constituants anhydres du ciment pris isolément.

Le graphique ci-dessous montre le développement des résistances dans le temps des constituants purs du ciment portland.



**Figure I.9** Le développement des résistances dans le temps des constituants purs du CPA

Dans une poudre de ciment portland en contact avec l'eau, l'aluminate tricalcique (C<sub>3</sub>A) réagit en premier, se dissout et se recristallise. Vient ensuite la réaction d'hydrolyse, de l'alite- Silicate tricalcique (C<sub>3</sub>S) forme autour des grains une pellicule de gel et met en même temps des ions  $\text{Ca}^{2+}$  en solution. L'hydrolyse et la recristallisation de (C<sub>3</sub>A) sont rapides.

En gâchant le ciment avec l'eau, on obtient une pâte dans laquelle l'eau entoure chaque grain de ciment en formant un réseau capillaire (voir fig 1.9) Les composés anhydres du ciment sont alors attaqués en surface par l'eau pour produire des composés hydratés.

Dans le cas des silicates de calcium C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S, la chaux hydratée se dissout et il se dépose des cristaux de Ca(OH)<sub>2</sub> en plaquettes hexagones alors que les silicates de calcium hydratés forment un gel composé de fines aiguilles à la surface du ciment. Ces aiguilles se développent en dimension et en nombre tout en réduisant les interstices capillaires entre les grains. Quand les aiguilles entre les grains de ciment se rapprochent, la pâte devient plus raide. Cette rigidité est au début faible et peut encore être facilement détruite mécaniquement. C'est le début de la prise. Après quelques heures, les interstices capillaires sont partiellement comblées par le gel.

La pâte de ciment acquiert une certaine résistance. C'est le durcissement qui commence.

La résistance continue à croître à mesure que le gel devient plus compact, d'une part, parce qu'il y a un accroissement de la cohésion entre les aiguilles et accroissement du feutrage des aiguilles, d'autre part, parce qu'il se formerait des joints de soudure entre les aiguilles de tobermolite des divers grains de ciment.

Dans les pâtes de ciment durcies, il reste de ce fait toujours des grains de ciment non hydratés.

L'hydratation des grains de ciment continue non seulement des mois, mais des années durant, pour autant que le gel soit entouré d'eau, car le gel de tobermolite ne peut se former qu'en présence d'eau.

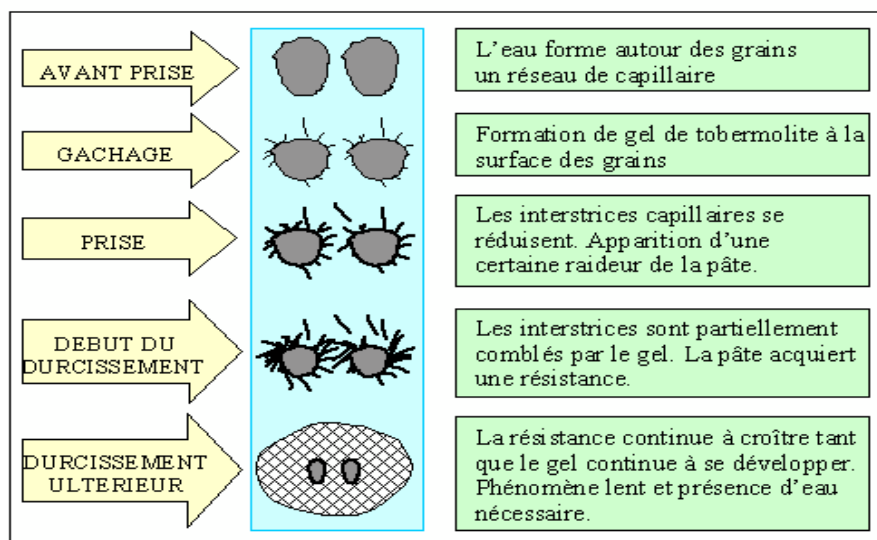
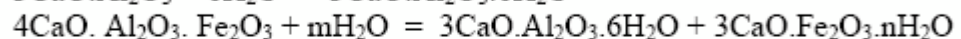
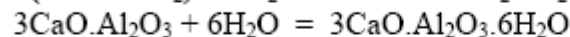
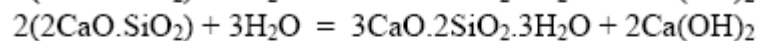
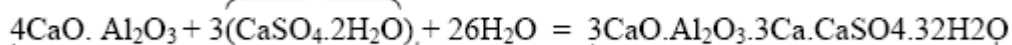


Figure I.10 L'évolution physico-chimique de la pâte de ciment

Quelques réactions chimiques importantes:



**GYPSE**



**CIMENT PORTLAND**

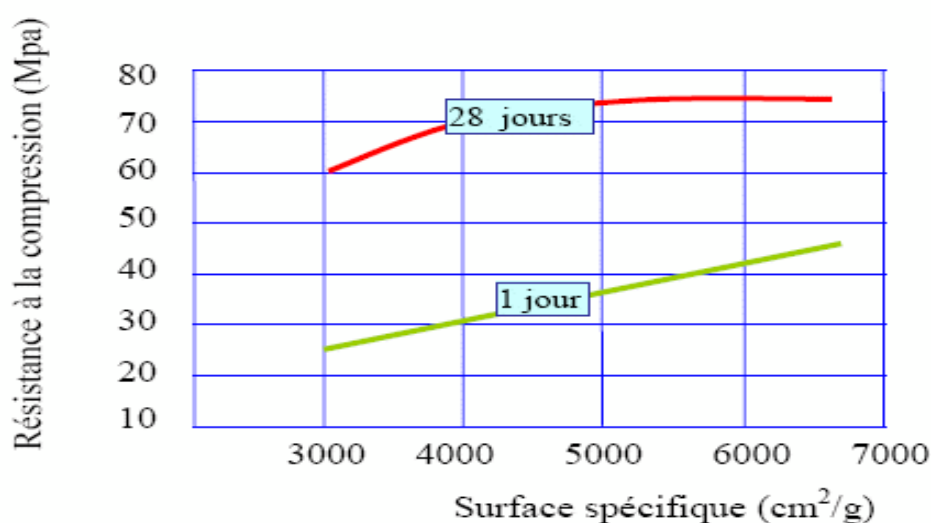
**HYDROSULFO-ALUMINATE CALCIQUE**

Les réactions d'hydratation du ciment Portland sont très complexes. Nous ne considérons que les quelques-unes utiles à connaître pour mieux comprendre les propriétés des ciments portlands.

### I.4.3. La Finesse de Mouture finesse de Blaine- NA231 NF EN196-6

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500  $\text{cm}^2/\text{g}$ .

Plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ces résistances mécaniques à un âge jeune sont grandes( figure I-10), par contre plus le ciment est sensible à l'éventellement et plus le retrait est important. En outre, la finesse de mouture influence la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée.



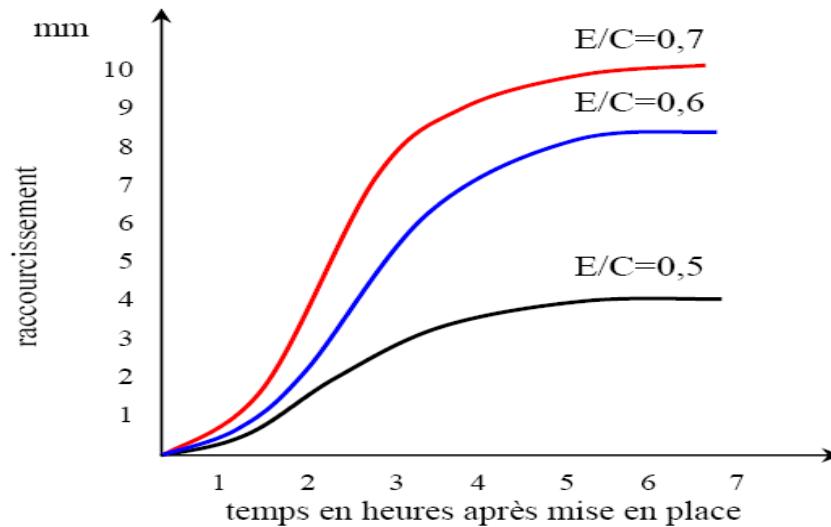
**Figure I.9** Influence de la surface spécifique sur la résistance à la compression

### I.4.4 Le Retrait ( NA440 NF P15 433 )

La pâte de ciment se rétracte dans l'air sec (alors qu'au contraire elle gonfle dans l'eau), ce phénomène se poursuivant dans le temps et ceci pendant des durées d'autant plus longues que les pièces sont massives.

C'est le retrait qui est cause des fissures que l'on observe dans des pièces en béton. En fait il existe plusieurs types de retrait :

- Le retrait avant prise dû essentiellement à la perte prématurée d'une partie de l'eau de gâchage par évaporation et dont l'amplitude est dix fois celle du retrait hydraulique classique. Ce retrait qui provoque des contraintes de traction supérieures à la résistance du béton à la traction, qui est alors pratiquement nulle, se traduit par l'apparition, à la surface du béton encore plastique, de grosses crevasses peu profondes, pouvant être refermées par talochage.
- Le retrait hydraulique, qui découle d'une part de la contraction Le Chatelier (le volume des hydrates est inférieur au volume des constituants de départ) et d'autre part du retrait de dessiccation (contraction au séchage), est de l'ordre de 0,2 à 0,4 mm/m pour les bétons. Dans le cas de béton à faible rapport E/C, la dessiccation d'origine "endogène" (consommation de l'eau de gâchage pour hydratation) peut être prépondérante sur la dessiccation par échange avec le milieu externe.
- Le retrait thermique, qui est dû à la contraction du béton lors de son refroidissement. L'importance du retrait hydraulique, en dehors du facteur de temps, est fonction de nombreux paramètres parmi lesquels:
  - la nature du ciment.
  - le dosage en eau (figure 1-13).
  - la propreté des sables.
  - la forme et la dimension des granulats.



**Figure I.10** Influence du E/C sur le retrait plastique des mortier.

#### I.4.5 Chaleur d'hydratation (EN196-9 NF P15-436)

La présente Norme européenne décrit une méthode de mesure de la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique, dite méthode de Langavant. L'essai a pour but de mesurer en continu la chaleur d'hydratation du ciment au cours des tout premiers jours.

L'échauffement du mortier est comparé à la température d'un échantillon inerte dans un calorimètre de référence. L'échauffement qui dépend principalement des caractéristiques du ciment est généralement compris entre 10 K et 50 K.

Le phénomène de prise du ciment s'accompagne d'une réaction exothermique dont l'importance dépend de différents paramètres, en particulier :

\* la finesse de mouture: plus le ciment est broyé fin, plus la chaleur d'hydratation est élevée.

\* la nature des constituants: les ciments CPA comportant presque exclusivement du clinker dégagent plus de chaleur que des ciments avec constituants secondaires.

\* la nature minéralogique du clinker: plus les teneurs en aluminat tricalcique (C3A) et silicate tricalcique (C3A et C3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte la température extérieure (voir tableau I-3).

Tableau I.3 Le Comportement et le dégagement de chaleur du clinker

N <sup>o</sup>	CONSTITUANTS	COMPORTEMENT DES CONSTITUANTS PURS	CHALEUR DEGAGEE
1	C <sub>3</sub> S	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Fait prise et durcit rapidement.</li> <li>▪ Haute résistance atteinte à <i>court terme</i></li> </ul>	120 cal / gr
2	C <sub>2</sub> S	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Réagit lentement</li> <li>▪ Haute résistance atteinte à <i>long terme</i></li> </ul>	62 cal / gr
3	C <sub>3</sub> A	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Prise de façon très désordonnée et rapide</li> <li>▪ Faible résistance</li> </ul> <p style="text-align: center;"><i>(Pour régulariser la prise du C<sub>3</sub>A, il faut ajouter du gypse)</i></p>	207 cal / gr
4	C <sub>4</sub> AF	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Faible résistance</li> </ul>	100 cal / gr

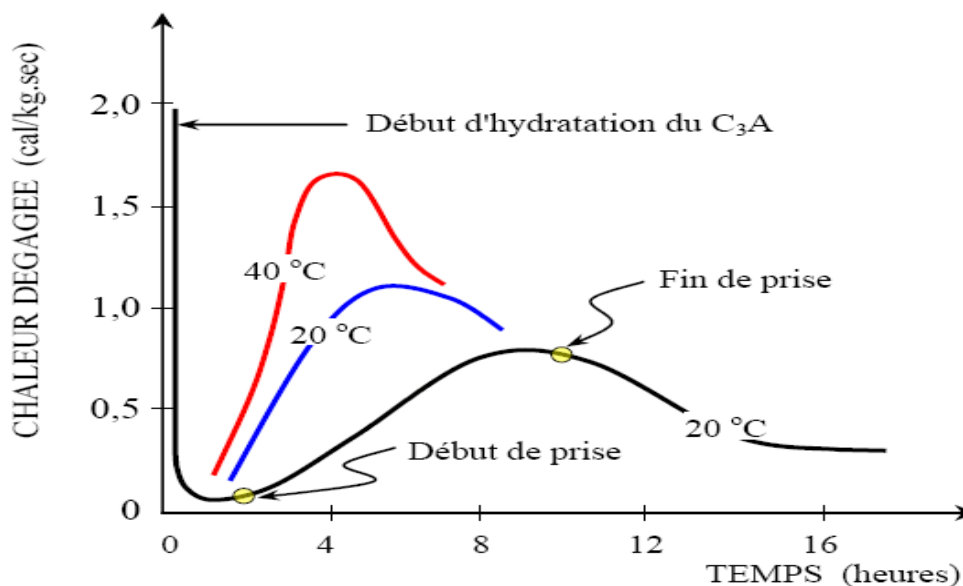


Figure I.11 Chaleur dégagée lors de l'hydratation du CPA.

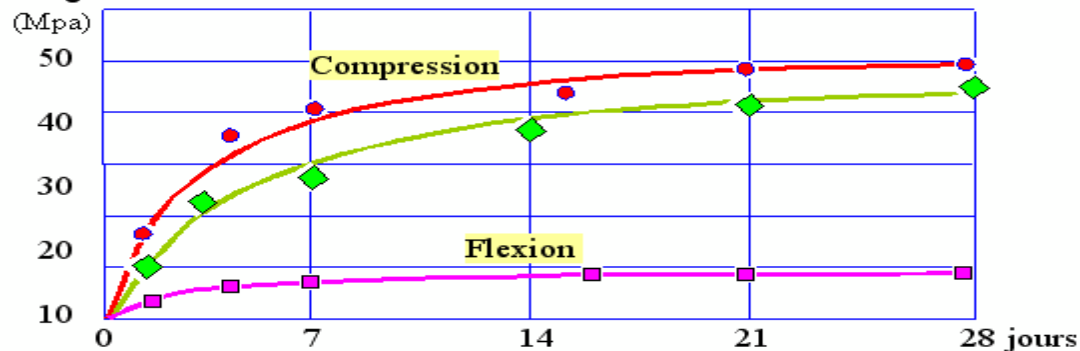
#### I.4.6 Résistance à la compression (NA 234 EN 196-1)

Les résistances mécaniques des ciments sont déterminées par les essais sur mortier dit "normal", à 28 jours d'âges en traction et en compression des éprouvettes

(40 x40 x160) mm<sup>3</sup>. La résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment. Elle dépend de la classe de ciment et est exprimée en MPa (voir Figure I-16). Le mortier utilisé est réalisé conformément à la Norme EN 196-1 .

Le sable utilisé est un sable appelé "sable normaliser CEN EN 196-1".

Pour chaque type de ciment, il existe effectivement plusieurs classes de résistances pour lesquelles les fabricants garantissent des valeurs minimales et maximales.



**Figure I.0.2** Résistance du mortier normal

Un projet de norme européenne est l'objet de travaux du Comité européen de normalisation (C.E.N.). Ce projet comprend trois parties :

- types de ciments par composition
- spécifications ;

. Vérification de la conformité aux normes.

. L'esprit des normes européennes est axé sur l'obtention de performances plus que sur la composition, qui ne diffère pas sensiblement de ce qui existe dans la norme Afnor. En ce qui concerne les résistances, le projet prévoit deux classes correspondant sensiblement aux classes 45 et 55 de la norme française, avec une sous-classe R garantissant des résistances à 2 jours : 10 et 20 méga pascals respectivement. Ces normes sont complétées par les spécifications physiques – temps de prise, expansion – et chimiques peu différentes de celles de la norme française.

Il faut enfin préciser que les normes étrangères les plus utilisées actuellement sont les normes américaines A.S.T.M., les normes allemandes D.I.N., et les normes anglaises B.S.A.

## **I.6. Le métakaolin**

### **I.6.1. Définition**

Le métakaolin résulte de la calcination d'une argile, la kaoline, associée à différents minéraux (phyllosilicates, quartz, oxydes de fer) en proportions variables suivant les gisements. Il est obtenu soit par calcination broyage soit broyage calcination dans des unités de production à fours rotatifs, à plateaux ou par calcination dite « flash », par exemples. Il est essentiellement composé de particules de silicate d'alumine amorphe. Le métakaolin est généralement utilisé dans les bétons en association avec plastifiant et/ou un superplastifiant.

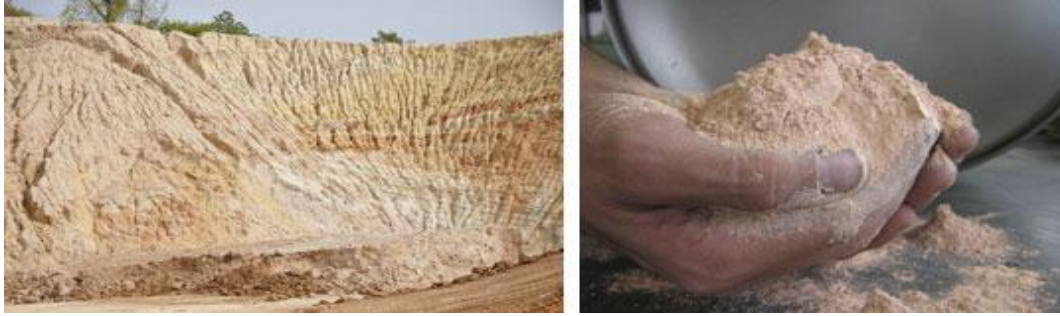
La kaolinite est l'élément essentiel du kaolin qui est la matière première du métakaolin artificiel.

Les plus grands gisements de kaolin connus sont d'origine sédimentaire et répartis sur la totalité de la planète, comme en Géorgie (Etats-Unis), en Amazonie (Brésil) ou dans le bassin de Charentais (France).

La thermo-activation de la kaolinite par calcination conduit à la production de métakaolin qui présente une activité pouzzolaniques (c'est-à-dire qu'il réagit en présence de chaux).

Le métakaolin est donc un bon candidat pour être utilisé comme addition de type 2 dans les bétons en substitution du ciment.

Des métakaolins ou des mélanges ciment-métakaolin sont déjà sur le marché dans certains pays comme les Etats-Unis, le Canada, l'Australie, l'Angleterre ou encore la Chine sous le nom commerciaux tels que « Super-Pozz ». Ces produits ont le plus souvent été utilisés pour des ouvrages d'art.



**Figure I.17.** Carrière du kaolin

### **I .6.2. Historique de l'utilisation du métakaolin**

L'utilisation du métakaolin remonte à l'année 1963 lorsqu'il a été intégré dans le béton du barrage Jupia au Brésil. Il est apparu sur le marché de l'Amérique du Nord au milieu des années 1980. La croissance de son utilisation est due aux avantages techniques qu'il confère au béton.



**Figure I.18** Barrage Jupia au Brésil

### **I .6.3 Production du métakaolin**

La kaolinite dont est issu le métakoalin est une argile naturelle. Elle peut provenir de gisements primaires ou secondaires. Les gisements primaires sont issus de l'altération sur place de roches granitiques. La kaolinite qui en résulte est relativement pure, avec peu d'inclusions d'éléments, comme le fer, le potassium le chrome... Les gisements secondaires sont obtenus après transport et dépôt de kaolin, postérieurs au processus de kaolinisation. Le kaolin présente alors une granulométrie plus fine. La plaquette de kaolinites sont mal cristallisées et sont enrichies en fer structural.

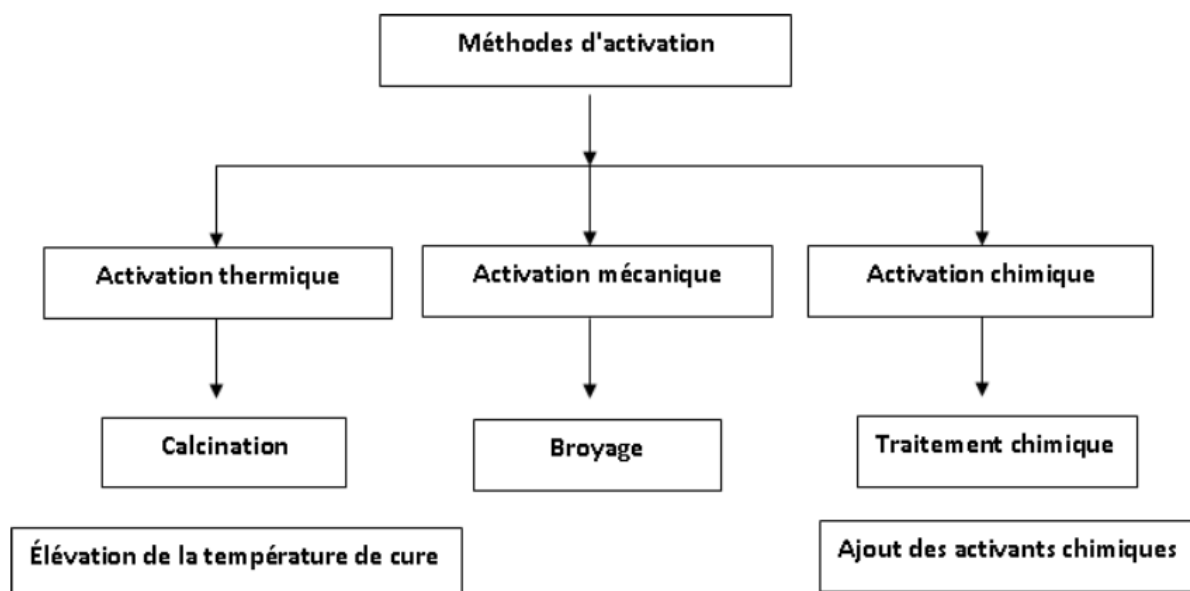


Figure I.19 Activation du MK

### Principe

La calcination de la kaolinite en métakaolin peut être effectuée entre 600<sup>0</sup>C et 900<sup>0</sup>C.

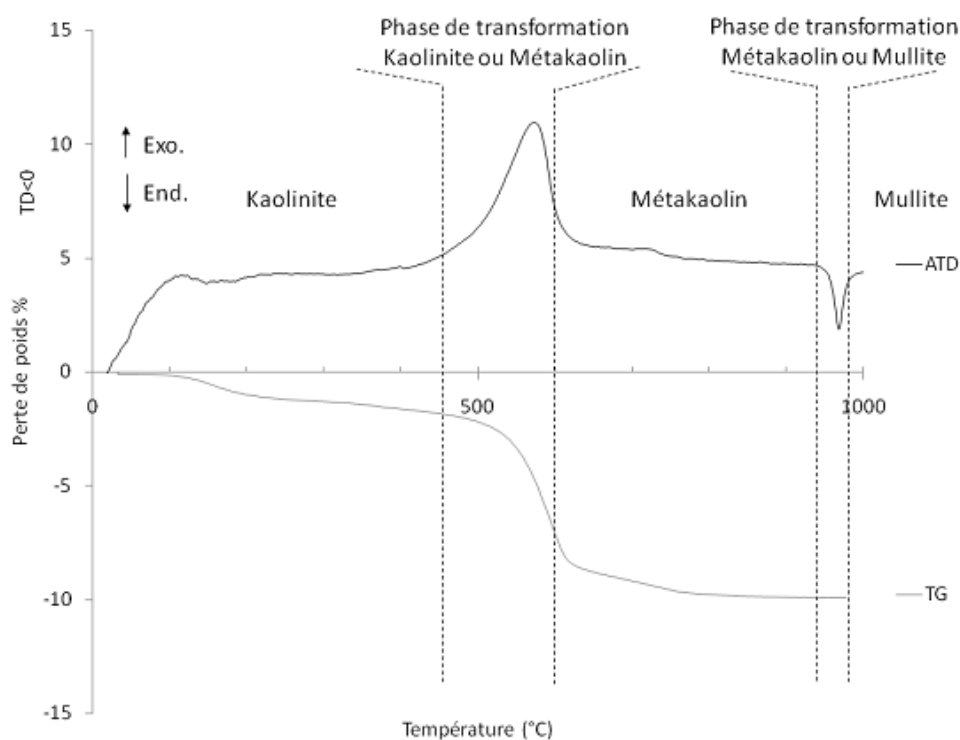
La température de calcination dépend du degré de pureté en kaolin [7].

La calcination entraîne de déshydroxylation qui conduit à une destruction de la cristalline initiale de la kaolinite selon l'équation suivante [8-10].



Le composé formé est la métakaolinite (kaolinite calcinée). Sa composition stœchiométrique est de type :  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_{0,24}$ . [8]. Selon le taux de pureté du kaolin initial, le métakaolin formé peut contenir d'autres phases mineurs telles que le Quartz ou les Feldspaths...

La durée du traitement thermique est couramment de cinq heures dans un four rotatif lorsque l'argile du traitement kaolinique est montée en température, son système cristallin se transforme et selon la température à laquelle est arrêtée la calcination nous obtenons différents espèces comme la Figure I.16.



**Figure I.20** spectres d'analyses thermique (TG) et différentielle de la kaolinite (ATD) [9]

La courbe du haut représente l'ATD c'est-à-dire le suivi de l'évolution de la différence de température (DT) entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte, (c'est-à-dire dépourvu d'effets thermiques dans la température étudié).

Cette courbe met en évidence plusieurs phénomènes :

- De 20°C à 100°C : nous remarquons que la courbe croit ; cette augmentation est due à l'évaporation de l'eau non liée présente dans l'échantillon.
- De 100°C à 480°C : on peut observer un palier, la poudre reste dans son état sans subir de transformation.
- De 480°C à 600°C : on observe un pic correspondant à la déshydroxylation de la poudre (les hydroxyles structuraux sont éliminés de la kaolinite). C'est dans cet intervalle de température que le métakaolin est formé<sup>5</sup>. Par intégration du pic on peut déterminer la quantité de métakaolin qui peut être potentiellement formée.
- De 600°C à 940°C : nous avons de nouveau un palier, donc entre ces températures il n'y a pas de transformation.

- De 940°C à 1000°C : on observe un pic qui représente la transformation du métakaolin en mullite (inerte) selon l'équation suivante.



#### **I.6.4 Calcination traditionnelle**

La calcination en traditionnelle est dite lente car le plateau de température dure en général plusieurs heures (cinq heures environ pour la transformation du kaolin en métakaolin) [10].

#### **I.6.5 Caractéristiques des métakaolins**

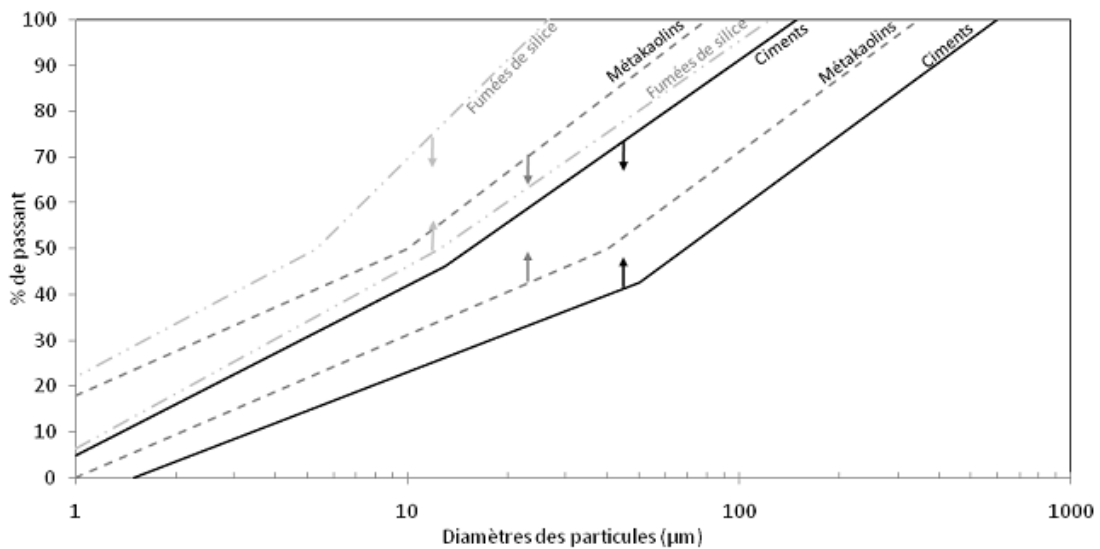
##### **I.6.5.1. Granulométrie**

Les particules de métakaolin ont une granulométrie comprise entre celle des ciments et celle des fumées de silice. Le métakaolin contient ainsi plus de fines que le ciment et moins que les fumées de silice et il présente une étendue granulaire supérieure à celle du ciment, ce qui peut être intéressant pour améliorer le squelette granulaire de la phase liante ( $10\text{-}30\text{m}^2/\text{g}$ ,  $<20\mu\text{m}$ ).

Grace à plusieurs sources bibliographiques concernant les granulométries des poudres présentes dans les bétons [11], nous avons représenté sur un même graphique les fuseaux des répartitions granulométriques des ciments, fumées de silices et métakaolins déjà étudiés.

##### **Remarque :**

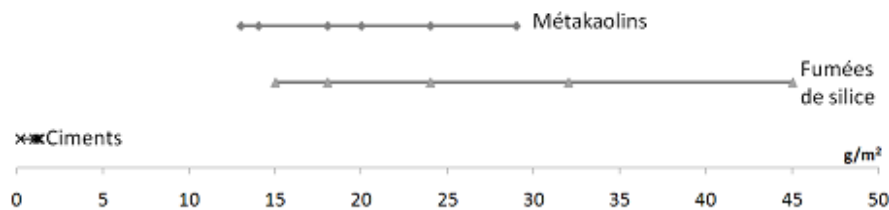
Les courbes granulométriques peuvent être très révélatrices de la taille des particules pour des fines dont la forme des particules est sphérique. Cependant, pour des particules comme le métakaolin qui sont sous forme de feuillets (cf. morphologie) cette analyse n'est pas suffisante et il est préférable de la coupler avec la surface spécifique et d'utiliser des analyses granulomorphologiques.



**Figure I. 0.1.** Fuseaux représentatifs de la distribution granulométrique des métakaolins, fumées de silice et ciments

**I .6.5.2. Surface spécifique**

La surface spécifique des métakaolins est très étalée et largement supérieure à celle des ciments. Cette grande surface spécifique permet d’offrir une plus grande surface de réaction. Cependant elle augmente la demande en eau a une influence sur la maniabilité [12]



**Figure I.0.2.** Surfaces spécifiques de ciments, fumées de silice et métakaolins issus de la bibliographie

**I .6.5.3 Composition chimique**

Les métakaolins sont essentiellement formés d’oxydes d’aluminium et de silicium (>90%). Les autres éléments qui composent les 10% restants sont le plus souvent (dans l’ordre décroissant) des oxydes de fer, de titane, de potassium, de phosphore, de sodium, de calcium, de magnésium...

## I.6.5.4 Propriétés minéralogiques

On analyse la minéralogie des métakaolins par diffraction x (figure 1.23 et 1.24). les métakaolins sont formés d'une partie amorphe caractérisée par un halo centré sur  $3,8\text{\AA}$  ( $2^\circ\theta$  Co  $\text{K}\alpha = 27,07^\circ$ ), et d'une autre partie cristalline telle que du quartz, de l'anatase,...visible en analyse des rayons x grace aux pics caractéristiques de ces produits.

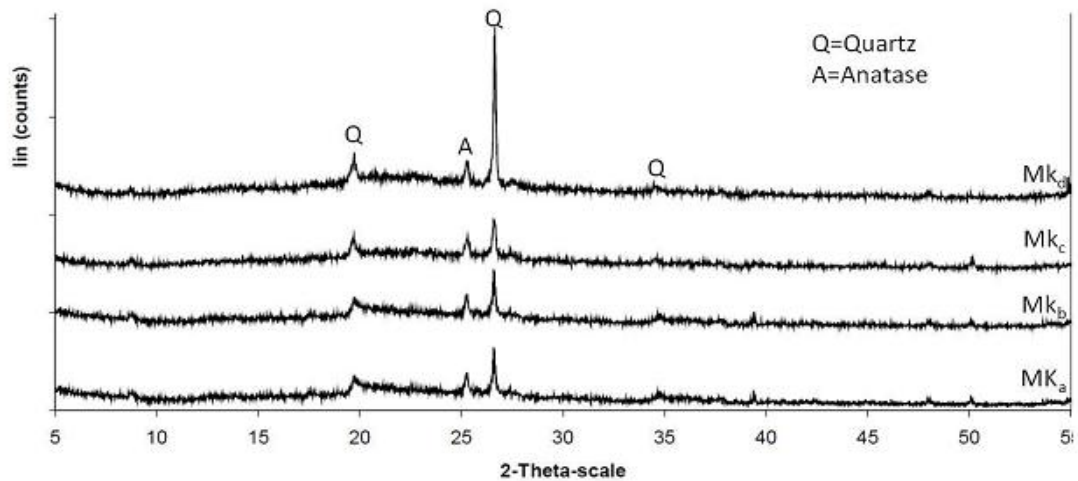


Figure I.19 Diffractogrammes de rayons x de différents métakaolins [10]

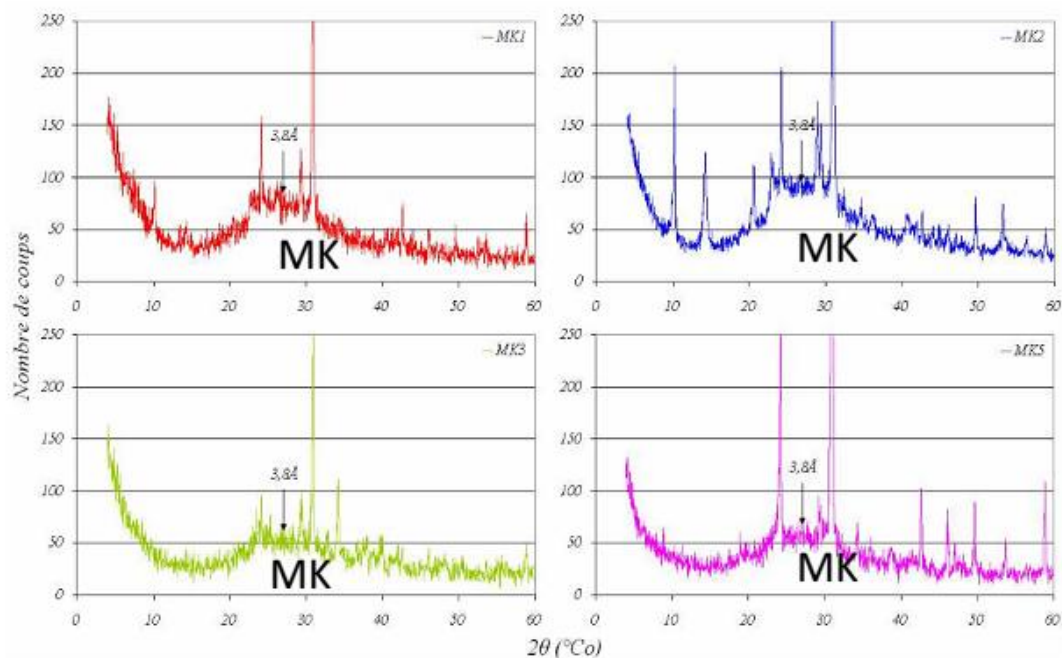
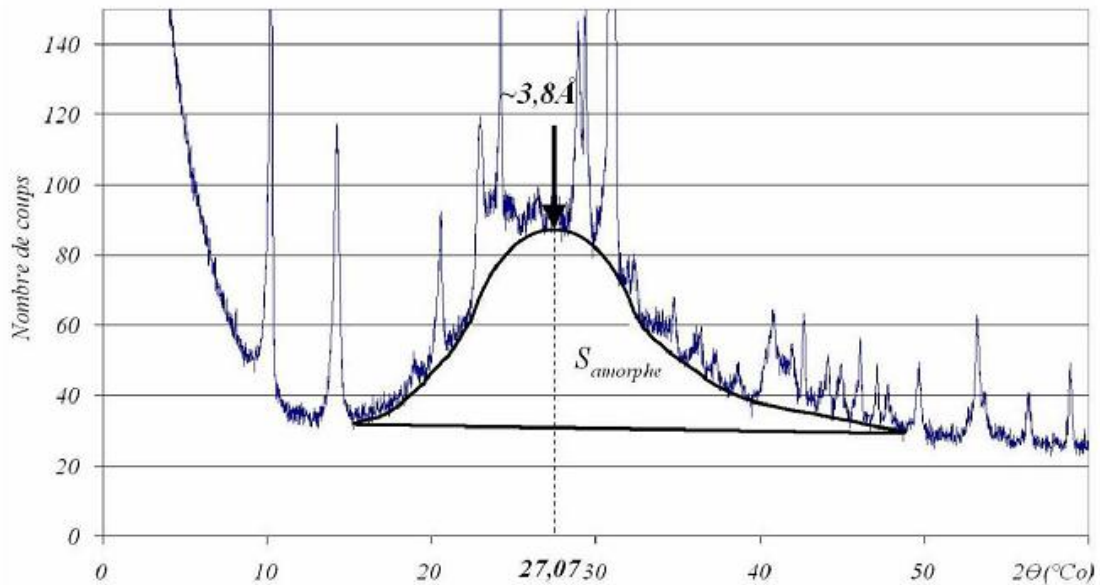


Figure I.20 Observation de la phase amorphe de métakaolins à partir de la surface du halo centré [11]

Si l'on s'intéresse plus précisément à la partie métakaolinite amorphe, on peut évaluer sa proportion dans un échantillon grâce à une analyse Rietveld [13] qui évalue l'aire en dessous de la courbe donnée par les spectres de diffraction x [14] comme présenté sur la Figure I.21 [11].

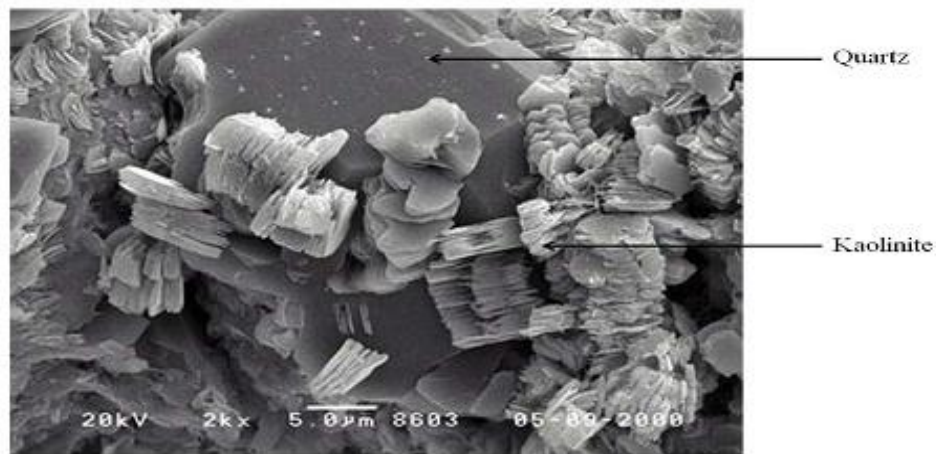


**Figure I.21** Principe de détermination de la surface du halo de la phase du MK par DRX [11]

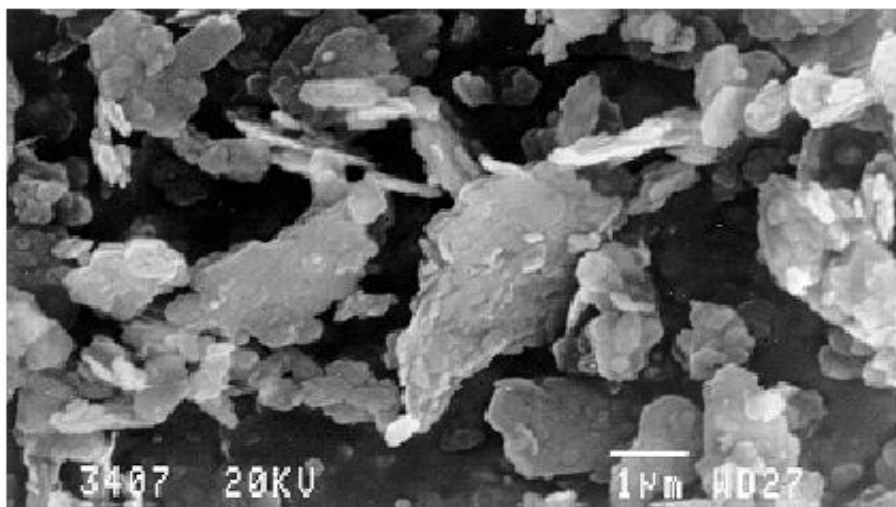
#### I.6.5.5 Propriétés Morphologique

La morphologie des métakaolins est ordinairement proche de la morphologie de la kaolinite de départ, cette dernière se présentant sous forme de feuillets hexagonaux, accolés les uns aux autres et d'une épaisseur de quelques angströms.

Lors de transformation de la kaolinite en métakaolin, les feuillets s'écartent en libérant l'eau libre de l'interfeuille comme nous pouvons l'observer sur les images au microscope électronique à balayage (Figure I.22 et Figure I.23). de plus l'altération notable que nous pouvons observer est certainement la conséquence du broyage qui intervient après la phase de déshydroxylation dans le processus de calcination habituel.



**Figure I.22** Photographie au MEB de kaolinite



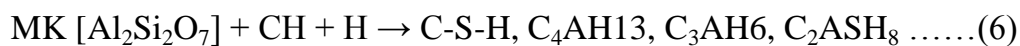
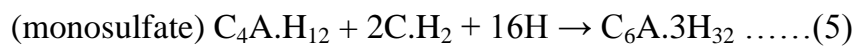
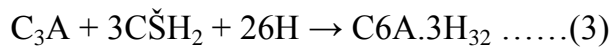
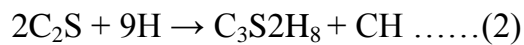
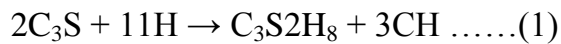
**Figure I.23** photographie au MEB de métakaolin [15]

## **I.6.6 Influence du métakaolin sur les propriétés du ciment**

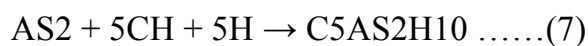
### **I.6.6.1 Influence du métakaolin sur l'hydratation du ciment**

Mélangé au ciment, le métakaolin (MK) possède un très bon effet pouzzolanique. La réaction pouzzolanique se produit en solution (dissolution / précipitation) entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution du MK, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment [16-17]. Cette réaction donne des C-S-H qui précipitent [18] et des aluminates de calcium hydratés. La présence du métakaolin a un immense effet sur l'hydratation du ciment Portland. Lorsque le ciment Portland s'hydrate seul, en général 20 à 30% de la masse de pâte résultante est l'hydroxyde de calcium (CH). Cependant, lorsque le métakaolin est

introduit, il réagit rapidement avec le CH pour produire un silicate de calcium hydraté supplémentaire (C-S-H) selon les réactions suivantes :



Donc, on peut dire que La stoechiométrie de la réaction pouzzolanique est donnée par l'équation suivante :



Où  $C_5AS_2H_{10}$  est une composition moyenne représentant un mélange de C-S-H (silicate de calcium hydraté dit secondaire),  $C_4AH_{13}$ ,  $C_3AH_6$  (hydrogrenat), et  $C_2ASH_8$  (straetlingite) [18]. Ces produits néoformés à partir de la Portlandite sont particulièrement denses. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à une densification de la matrice cimentaire. En général, les ajouts cimentaires avec une teneur plus élevée en alumine, tel que le métakaolin, tendent à avoir des capacités pouzzolaniques plus élevées parce que la formation de C-A-H a une demande élevée en CH. C'est critique, car le CH n'apporte pas une contribution significative à la résistance du béton et peut être nuisible à la durabilité. Son élimination ou sa réduction par la réaction secondaire avec le métakaolin peut considérablement augmenter les performances du béton [19, 21]. La détermination du degré de la réaction pouzzolanique peut être accomplie par l'intermédiaire d'un procédé sélectif de dissolution, comme celui développé par Oshawa et al. [22] et Li et al. [23]. Le procédé est fondé sur l'hypothèse que la majorité de la pouzzolane non réagie est insoluble en acide. Dans une pâte de ciment avec ajout pouzzolanique, la pouzzolane réagit avec le CH pour former des produits acides solubles hydratés. Ainsi, il est possible de dissoudre le ciment non réagi et les produits d'hydratation du ciment et de la pouzzolane, laissant le résidu insoluble de la pouzzolane non

réagi. Le degré de réaction pouzzolanique accomplie est défini comme le pourcentage de la pouzzolane restante non réagie par rapport à la quantité initiale de pouzzolane présente dans la pâte de ciment. Les résultats des évaluations sélectives de dissolution, effectuées par Poon et al. [21], ont prouvé que le degré de réaction pouzzolanique était plus élevé à un niveau de substitution de 5% métakaolin par rapport à 10% et 20% pour tous les âges. Des résultats semblables ont été observés avec la fumée de silice, bien que les valeurs de 5% fumée de la silice n'ont jamais dépassé les valeurs de 5% métakaolin. Ce taux plus élevé de réaction pouzzolanique dans les pâtes contenant un faible niveau de substitution est probablement attribué à la grande quantité de ciment, et aussi à une concentration plus élevée de CH, disponible pour la réaction avec la pouzzolane. Plusieurs facteurs influencent la réaction pouzzolanique : - les caractéristiques chimiques du MK : composition, minéralogie, degré de cristallinité, coefficient d'amorphisation [24],

- la pureté et la teneur initiale en kaolin [25],
- le processus thermique d'obtention (température de calcination, durée [25].
- le process post calcination (broyage, désagglomération),
- la morphologie des particules de MK (forme, degré d'agglomération, surface externe, surface totale, porosité intragranulaire),
- les caractéristiques du ciment utilisé au travers de la production d'hydroxyde de calcium formé.

De plus, il existe deux cinétiques de réaction pouzzolanique entre CH et MK :

- à court terme, une cinétique liée à la surface externe des particules de MK, caractérisée par le contact immédiat des réactants en présence,
- à long terme, une cinétique liée à l'indice d'agglomération caractérisé par la pénétration du front réactionnel à l'intérieur de l'agglomérat poreux. Par ailleurs, la substitution de MK peut engendrer un effet accélérateur sur l'hydratation des grains de C3S autant sur le début de prise [26] que sur la fin de prise [27]. Cet effet accélérateur peut s'expliquer par un grand nombre de site de nucléation propice au

développement des produits d'hydratation grâce à la surface spécifique importante du MK [28].

- La quantité totale d'hydroxyde de calcium qu'une pouzzolane est capable de fixer qu'on l'évalue par le test « Chapelle ».

Selon le tableau II-4, le métakaolin s'avère donc une addition très intéressante au vu de sa haute réactivité pouzzolanique.

**Tableau I.4** Réactivité pouzzolanique (mg de Ca(OH)<sub>2</sub> / g de matériau)

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

#### **I.6.6.2 Influence du MK sur l'ouvrabilité**

Khatib et Clay [29] ont trouvé que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK, ceci pour compenser les pertes dans l'ouvrabilité. Qian et al. [30] ont également trouvé que l'affaissement diminue progressivement avec la teneur en MK dans des bétons contenant 1% de superplastifiant naphthalène-sulfonate. Cependant, On augmentant le dosage de superplastifiant à 1,2%, l'affaissement a montré seulement une variation mineure avec l'augmentation de la teneur en MK. Ding et Li [31] ont montré dans leur étude que les mélanges contenant 5% et 10% de MK ont eu un affaissement légèrement plus élevé que le béton control. Ils ont trouvé aussi qu'avec 15% de MK, l'affaissement du béton a diminué de 10% par rapport au béton témoin. Le souci majeur du MK réside dans sa demande en eau importante car cette addition possède une structure complexe et une surface spécifique importante [8]. Pour maintenir une fluidité constante, deux solutions sont envisagées : - soit on augmente la quantité d'eau [32] ce qui entraîne une diminution des performances à l'état durci (résistance et durabilité). - Ou bien le mélange est adjuvante avec un superplastifiant haut réducteur d'eau [33].

### **I.6.6.3 Effet du MK sur la microstructure**

Du point de vue microstructural, l'incorporation de MK influence les propriétés de diverses manières. L'ajout de MK entraîne: - l'augmentation de la compacité de la matrice à cause de la modification de la granulométrie de la forme des grains et du degré d'agglomération, - la modification de la porosité d'ensemble [34] et de la distribution porosimétrique (taille des pores) [35] relative à la modification de l'empilement granulaire, de la porosité intrinsèque du MK et du taux d'avancement de la réaction pouzzolanique, - l'amélioration de l'auréole de transition (zone interfaciale entre le granulat et la matrice cimentaire mesurant environ 50  $\mu\text{m}$ ); en général, l'ajout d'ultrafines tend à réduire l'épaisseur de l'interface pâte granulats; l'incorporation de MK modifie la structure de l'auréole de transition grâce à l'effet filler par densification [36] mais aussi grâce à l'effet pouzzolanique par la prolifération de C-S-H secondaire [37].

Les caractéristiques même du MK laissent penser que lors de son incorporation dans un matériau cimentaire, ses propriétés risquent d'être affectées à l'état frais (rhéologie) ainsi qu'à l'état durci (performance mécanique, durabilité...). Indépendamment de la réactivité d'un ajout cimentaire, si ce dernier est finement broyé, il donnera généralement un certain avantage aux mortiers et aux bétons. Les petites particules, qui peuvent se disposer entre les grains de ciment, améliorent la compacité de la pâte, qui à son tour réduit le ressuage et abaisse la taille moyenne des pores capillaires [38].

L'empilement des particules améliore l'interface pâte-granulats et donne par conséquent une zone de transition avec une microstructure plus dense et plus homogène.

Un autre facteur important à considérer lorsqu'on utilise les ajouts cimentaires, c'est la dilution. Lorsqu'ils sont utilisés comme substitution au ciment, les mélanges de béton éprouveront un certain effet de déplacement du ciment du système de réaction. En tant que tels, à moins que l'ajout cimentaire commence à réagir immédiatement, il y aura généralement une réduction du taux d'évolution de la chaleur et de gain de résistance proportionnellement à la quantité de ciment étant

remplacé. Le métakaolin, possédant une finesse élevée et une grande réactivité, peut surmonter l'effet de dilution, contribuant ainsi à l'augmentation de la chaleur d'hydratation et à l'évolution des résistances mécaniques aux jeunes âges.

#### **I.6.6.4 Influence du MK sur le temps de prise**

Le temps de prise est la limite pour laquelle le béton ou le mortier peuvent être manipulés, il représente le début de solidification d'un béton en liquide. Le développement de la résistance et donc de la solidification dépend principalement du taux d'hydratation du clinker tandis que dans les mélanges béton- métakaolin le développement de la résistance dépend de la combinaison de l'hydratation du clinker pour le béton et de l'activité pozzolanique pour le métakaolin. Des recherches antérieures indiquent que les temps de prise des bétons sont influencés par un certain nombre de facteurs comme le rapport E / C, la température de durcissement, le dosage, et le type d'adjuvants ainsi que la composition du ciment [39]. Badogiannis et Tsvilis [40] ont effectué des essais de prise sur quatre différents types de métakaolin grec à taux de substitution allant de 10% à 20% de ciment. Le début et la fin de prise sont affectés par le type et le taux de substitution de métakaolin. Les ciments avec 10% de métakaolin, présentent généralement une structure similaire à celle du béton témoin, tandis que pour 20% de MK un retard est enregistré par rapport au ciment contrôle (Tableau I-5).

#### **I.6.6.5 La chaleur d'hydratation au présence du Métakaolin**

Selon Wu et Young, l'effet accélérateur est dû à la finesse du métakaolin (surface spécifique importante), celle-ci constituant un grand nombre de sites de nucléation favorables au développement des hydrates lors de l'hydratation du ciment. L'augmentation de la vitesse de réaction d'hydratation de la pâte « ciment plus métakaolin » s'accompagne d'une augmentation de la chaleur dégagée. Les auteurs cités ont constaté que pour un taux d'incorporation de 10 % en métakaolin, le pic de chaleur dégagée est à son maximum dans les deux premiers jours. Il en est de même pour le même taux en fumée de silice. Au-delà de ce taux de substitution, le dégagement de chaleur est limité par l'effet de dilution.

**Tableau I.5** Propriétés physique du ciment métakaolin [40]

	Métakaolin (% w/w)	demande en eau (% w/w)	Temps (min)	
			Initial	Final
PC	--	27.5	105	140
MK 1-10	10	29.0	75	130
MK 2-10	10	29.0	85	130
MK 3-10	10	32.0	105	160
MK 4-10	10	32.5	155	180
MK C-10	10	31.0	95	130
MK 1-20	20	32.0	105	160
MK 2-20	20	31.5	110	165
MK 3-20	20	38.5	120	160
MK 4-20	20	41.0	205	230
MK C-20	20	37.5	140	170

Brooks et Megat Johari [41] ont trouvé que le MK a un effet de retardateur de prise sur le béton et cela est attribué a la substitution de la quantité de ciment ainsi qu'à l'utilisation de super-plastifiant qui ont un effet retardateur sur le béton.

**I.6.6.6 Influence du MK sur les performances mécaniques**

Said-Mansour [42] Khatib et al. [43] ont montré que le MK augmente la résistance mécanique en compression des mortiers. A long terme, cette augmentation est d'autant plus visible que la réaction pouzzolanique s'est développée dans le temps et a conduit à une densification de la matrice. La substitution du ciment par le MK semble posséder un optimum situé entre 10 et 30% . En effet, le grand nombre de modifications successives de la microstructure incorporant du MK, montre qu'il existe différentes valeurs optimales de substitution selon l'âge du matériau (tableau I-5 ).

**Tableau I.6** Taux de substitution optimale selon l'âge du matériau [44]

Substitutions optimales selon l'âge du matériau			
Age du matériau j (en jours)	3 < j < 7	7 < j < 28	j > 28
Taux de substitution optimal de ciment par du MK (en masse)	10%	15 à 20%	20 à 25%

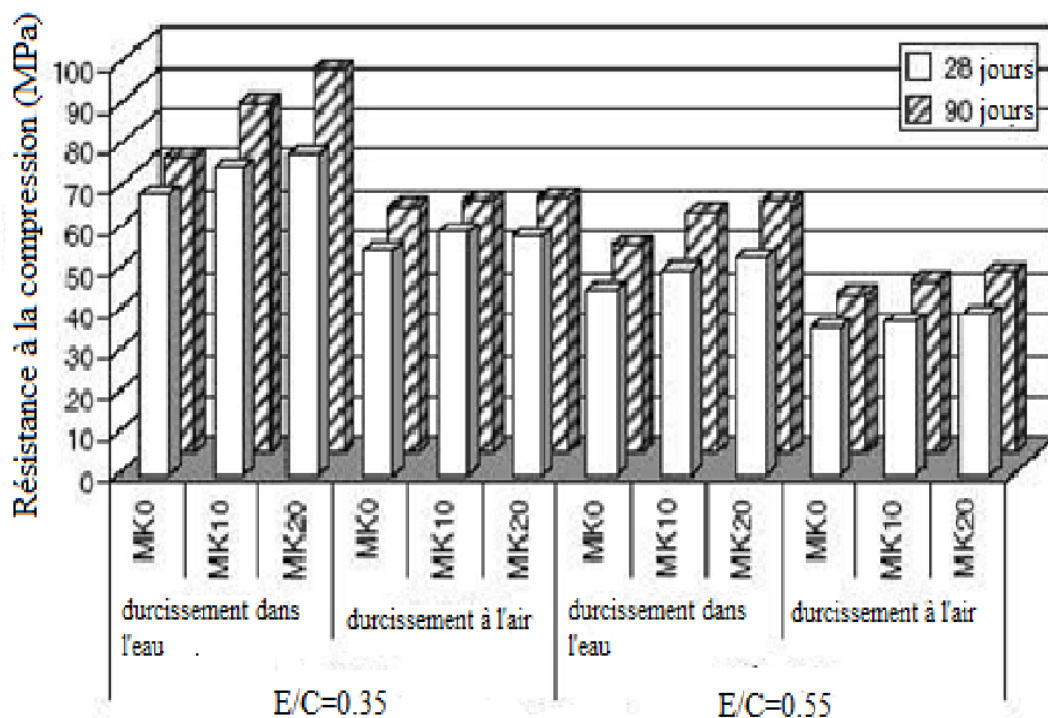
Brooks and Johari [45] ont également signalé que la résistance à la compression augmente avec l'augmentation de la teneur en MK (Tableau I.6). Des pâtes de ciment contenant 5% à 20% MK ont données des résistances à la compression plus

élevées que la pâte de ciment sans ajout à tous les âges (3 à 90 jours), l'optimum a été de 10% MK.

**Tableau I.7** Résistance à la compression des bétons contenant le MK [45]

Mélanges	Résistance à la compression (Mpa)
CEM I	87,0
MK5	91,5
MK10	104,0
MK15	103,5

Badogiannis et al. [26] ont traité thermiquement un kaolin grec médiocre, le MK produit a été finement broyé, et comparé à un MK commercial (MKC) de grande pureté. Dans les bétons, le MK a remplacé le ciment ou le sable avec les pourcentages de 10% ou de 20% en poids du contenu de ciment control. Le développement de la résistance du béton à base de MK a été évalué en utilisant le coefficient d'efficacité (K). Le coefficient K a été défini comme le rapport de la masse du ciment à la masse du MK quand ils ont eu un effet équivalent sur le rapport eau/ciment. Le MK produit ainsi que le MKC ont montré un comportement semblable en ce qui concerne la résistance du béton. Les deux métakaolins ont montré des valeurs de coefficient d'efficacité très élevées (environ 3.0 à 28 jours) et ont été caractérisés en tant que matériaux pouzzolaniques fortement réactifs qui peuvent mener à la production de béton à hautes performances. Lorsque le MK a été utilisé comme substitution au sable, la résistance du béton de MK a largement dépassée celle du béton sans MK à tous les âges jusqu'à 90 jours. Lorsque le MK a été utilisé comme substitution au ciment, son effet positif sur la résistance du béton a généralement commencé après 2 jours. Güneyisi et al. [38] ont étudié l'influence de la teneur en MK (10 et 20%) et du rapport E/L (0.55 et 0.35) sur le développement de la résistance à la compression des bétons jusqu'à 120 jours. Ils ont trouvé que la résistance aux jeunes âges (1 à 7 jours) et à long terme (120 jours) des bétons contenant le MK sont à 5-23% et 10-30% plus élevées que la résistance du béton témoin respectivement. Ils ont trouvé aussi qu'à 28 jours, la diminution du rapport E/L provoque une augmentation de 25% de la résistance du béton contenant 10% MK par rapport au béton témoin (Figure I.28).



**Figure I.28** Résistance à la compression du béton a base de MK

#### I.6.6.7 Influence du MK sur le retrait

Pour les déformations de retrait, l'incorporation de MK est aussi favorable. Dans un premier temps, cette substitution peut diminuer partiellement le retrait endogène au jeune âge mais cela dépend du taux de substitution. De même, le retrait total est d'autant plus diminué que le taux de substitution en MK est important. Finalement, le retrait de dessiccation est fortement diminué par la présence de MK dans la matrice cimentaire [43].

Concernant le fluage, l'incorporation de MK est bénéfique diminuant d'une part le fluage total mais aussi le fluage endogène [43].

#### I.6.6.8 Influence du MK sur l'absorption d'eau

##### Absorption d'eau

La porosité d'un matériau représente le volume de tous les capillaires cumulés. Il est important de bien faire la distinction entre porosité et perméabilité.

C'est ainsi qu'un matériau peut être peu poreux et à la fois très perméable (par exemple un béton à structure semi-caverneuse) ou, au contraire, être relativement poreux mais ne pas se laisser traverser par la moindre goutte d'eau (cas d'un béton compact mais de qualité très moyenne). La porosité s'exprime en volume. L'absorption d'eau par immersion est donc le résultat des mouvements capillaires dans les pores du béton qui sont ouverts sur le milieu ambiant. Elle est déterminée par immersion d'une éprouvette de béton dans l'eau jusqu'à masse constante et en mesurant l'augmentation de masse. Elle est exprimée en pourcentage de la masse sèche de l'éprouvette.

L'absorption d'eau par immersion (Abs) est exprimée en pourcentage de la masse sèche et est calculée par la relation suivante

$$: \frac{M_{humide} - M_{sèche}}{M_{sèche}} * 100$$

Avec ;

- M humide, la masse humide constante de l'éprouvette après immersion ;
- M sèche, la masse sèche constante de l'éprouvette après séchage à l'étuve.

À la fin des années 1980, l'absorption a été utilisée pour décrire les propriétés de transport de béton. La perméabilité a été souvent utilisée comme un substitut à la durabilité, mais ce n'est pas tout à fait exact. La perméabilité concerne le mouvement de l'humidité à travers un milieu poreux saturé sous un gradient de pression. Contrairement aux matériaux entièrement saturé, où les forces capillaires sont absentes, l'absorption capillaire devient la principale cause de l'infiltration de liquide dans les structures en béton. Le béton dans les superstructures, est exposé au soleil et au vent sec de la région tandis que l'infrastructure reste à un haut degré de saturation. Ce différentiel de saturation crée des forces capillaires qui deviennent le mécanisme de transport dominant. Mc Carter 1993[46]. L'application du test d'absorption au béton est devenue plus important car il y avait une préoccupation mondiale au sujet de la durabilité médiocre des structures en béton, la forme la plus dominante de détérioration étant la corrosion des armatures d'acier due à la pénétration d'humidité à travers la surface externe du béton. Il a été montré que l'absorption peut être sensible à la qualité de la peau du béton. Des recherches supplémentaires ont montré que le test d'absorption est également sensible à la profondeur du béton. Les échantillons qui ont été testés à des

profondeurs différentes ont donné des résultats différents, ce qui pourrait être du à des ségrégations ou de saignements [46]. (La figure I.29) montre l'augmentation de l'absorption à la surface de l'échantillon. Vers le milieu des années 1990, il était généralement admis que le béton de bonne qualité été représenté par des valeurs faibles en absorption. Un travail considérable avait été fait sur l'influence de divers facteurs sur l'absorption d'eau. Il a été montré que la qualité du béton augmenté avec le temps de durcissement, et que cela variait selon la source et le type de matériau utilisé. L'utilisation d'adjuvants et la source de ciment Portland a également eu une grande influence sur la qualité du béton décrit par le teste d'absorption [46].

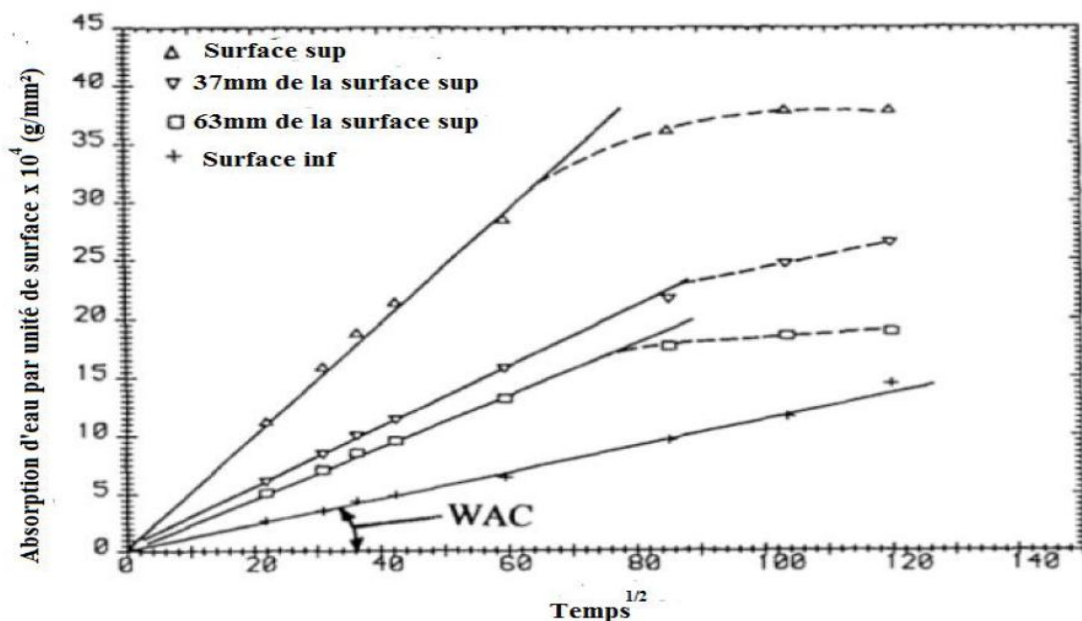


Figure I.29 Absorption par rapport à la surface d'exposition [46]

### I.7 Conclusion

Le kaolin est disponible en Algérie, particulièrement au Nord-est du pays (Jijel, Galuma, Mila). L'étude de la performance et de la durabilité des mortiers et bétons à base de métakaolin peut contribuer à son utilisation comme substitution au ciment.

## II.1 Introduction

Un mortier est composé de granulats (sable), d'un liant généralement, dans le domaine de la construction il s'agit du ciment, et de l'eau de gâchage, un ajout (métakaolin). La qualité d'un mortier est sans doute, liée aux caractéristiques de ces constituants, et de ce fait la caractérisation physico mécanique de chacun de ces derniers peut nous donner une idée sur les caractéristiques physiques et les performances mécaniques du mortier résultant.

L'objet de cette partie de l'étude est de déterminer les propriétés physiques et chimiques des différents matériaux utilisés dans la composition du mortier (sable, ciment, eau, métakaolin), ce qui va nous aider à examiner le comportement physico-mécanique du composite étudié.

## II.2 Essai de caractérisation des matériaux

### II.2.1 Essais sur le sable

Les caractéristiques des sables sont déterminées de la manière suivante :

#### II.2.1.1 Masses volumiques

Les masses volumiques du sable employé sont mesurées selon la norme NF P18-555 [47], on distingue alors :

##### a) Masse volumique apparente :

La masse volumique apparente est la masse de l'unité de volume du sable à l'état naturel. La méthode de détermination de cette caractéristique physique consiste à remplir un récipient dont le volume "V" est bien connu, par un échantillon sec de granulats, en rasant soigneusement les bords du récipient et à peser l'échantillon sec M de sable. La masse volumique apparente est déterminée alors par la relation ci-dessous :

$$\rho_{app} = \frac{M_T - M_r}{V}$$

Avec :

- $M_t$  : Masse totale (matériau avec le récipient) ;
- $M_r$  : Masse du récipient ;
- $V$  : Volume du récipient.

**b) Masse volumique absolue**

La masse volumique absolue est la masse de l'unité de volume absolue du sable. Pour la détermination de cette propriété physique, il existe la méthode de l'éprouvette graduée et celle du pycnomètre.

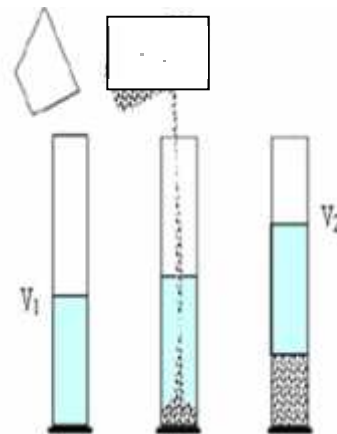
Dans notre travail, nous avons utilisé la première méthode car elle est simple et rapide. Cette méthode consiste à remplir une éprouvette graduée avec un volume  $V_1$  d'eau, ensuite à peser un échantillon  $M_s$  et à l'introduire dans l'éprouvette en éliminant toutes les bulles d'air, le liquide monte dans l'éprouvette jusqu'au nouveau volume  $V_2$ . La masse volumique absolue est alors déterminée par la formule suivante :

$$\rho_a = \frac{M_s}{V_2 - V_1}$$

$M_s$  : Masse des grains solides ;

$V_1$  : Volume de l'eau ;

$V_2$  : Volume total (grains +solide).



**II.2.1.2 Analyse granulométrique**

L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux des différents grains constituant l'échantillon. L'essai est utilisé pour les matériaux dont les particules sont de diamètre  $D > 80\mu m$ , il est défini par la norme

NF P18-560 [48]. Le poids d'échantillon qui doit être pris en compte dans l'essai est tel que :  $200D < M < 600D$

Avec :

M : Masse de l'échantillon en gramme ;

D : Dimension maximale en millimètre du plus gros élément.

### a) Module d'uniformité

Le coefficient d'uniformité est donné par la relation suivante :

$$Cu = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

Avec :

$d_{60}$  : Diamètre correspondant à 60% des passants ;

$d_{10}$  : Diamètre correspondant à 10% des passants.

### b) Coefficient de courbure

Le coefficient de courbure est calculé à partir de la relation ci-dessous :

$$Cc = \frac{d_{30}^2}{d_{60} \cdot d_{10}}$$

Avec :

$d_{60}$ : Diamètre correspondant à 60 % des passants.

$d_{30}$ : Diamètre correspondant à 30% des passants.

$d_{10}$  : Diamètre correspondant à 10% des passants.

#### II.2.1.3 Equivalent de sable

L'équivalent de sable  $E_s$  indiqué le pourcentage des impuretés qui se trouvent dans un sol.

Il permet de contrôler la propreté d'un sable. Cet essai est réalisé conformément à la norme NF P 18-598 [48].

Deux indices sont déterminés : Es à vue et Es à piston comme, il est schématisé sur la (figure II.1). Equivalent de sable et donne par la relation suivant:

Visual: 
$$Es = \frac{h_2}{h_1} \times 100$$

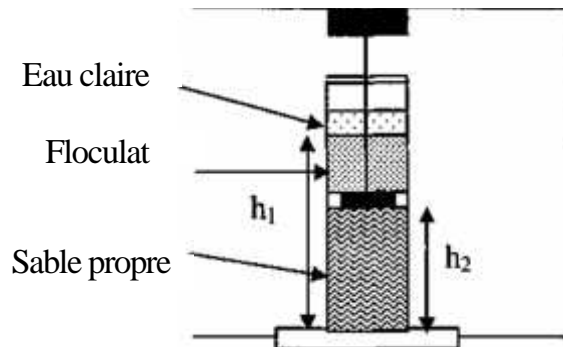


Figure II.1 Essai d'équivalent de sable.

Piston : 
$$Es = \frac{h_2}{h_1} \times 100$$

### II.2.1.4 Analyse chimique et minéralogique

#### A- Composition minéralogique

La composition minéralogique du sable est déterminée par diffraction des rayons X qui sont des rayonnements électromagnétiques de très courtes longueurs d'onde, produits par excitation des couches électroniques profondes de l'atome. La théorie de l'émission des rayons X été établie par Kossel. La technique est simple pratiquée par un appareillage sophistiqué disponible au niveau du laboratoire de Physique de l'Université de Laghouat appelé diffractométrie X'PERT couplé à un système informatique, comme il est illustré sur la figure II.2 suivante :



**Figure II.2** Diffractométrie X'PERT

### **II.2.2 Eau**

L'eau utilisée pour la confection d'un mortier doit vérifier deux fonctions principales. D'une part, une fonction physique qui permet de conférer au béton les propriétés de fluidification et d'autre part une fonction chimique qui contribue à la réaction d'hydratation. Cette eau doit être propre. Dans notre cas, l'eau utilisée est une eau de robinet ; elle est propre d'après l'analyse chimique effectuée à l'EGEPAL de Laghouat.

### **II.2.3 Métakaolin**

#### **II.2.3.1 Traitement thermique**

L'objectif de la calcination est de rendre pouzzolanique par déshydroxylation des matériaux considérés comme peu réactifs. Suite aux résultats trouvés par des travaux antérieurs sur l'optimisation des conditions du traitement thermique du même kaolin, une température de calcination entre 600°C à 900°C pendant une durée de 3h jusqu'à 5h. Cette opération donne lieu à la formation de métakaolin.

Avant le traitement thermique il faut broyer le kaolin a petite broyeur aux niveaux de cimenteraït Lafarge (PP10) 1<sup>er</sup> étape broyer une quantité de 30 min et tamisée 45µm

prend le passant et mettre dans le broyeur et pour le 2<sup>ème</sup> étape lancer le broyage autre fois pour donner très bon finesse.



**Figure II.3** Broyeur (PP10)



**Figure II.4** Tamiseuse Alpine (Laboratoire de Lafarge M'sila)



**Figure II.5** Calcination du kaolin

Le traitement thermique du kaolin est réalisé dans un four flash de 1100°C (Figure II.5). Il permet une montée en température linéaire de 10°C/min. L'échantillon est déposé dans un creuset. Avec un palier de température soit 600°C, 700°C, 800°C et 900°C. Le refroidissement à vitesse descente : 10°C/min, s'effectue à la température ambiante. et laissé les produit dans un dessiccateur pour une heure

Le dessiccateur est un récipient de laboratoire pour emploi sous vide avec un couvercle en verre rodé (figure II.6). Il est utilisé pour conserver des substances sensibles à l'humidité et pour le séchage de produits humides.



**Figure II.6** Dessiccateur

Les produits traités thermiquement sont conditionnés dans des sacs en plastique étanches

### II.2.3.2 Composition chimique

#### La diffraction des rayons X (D.R.X.)

Elle fournit un diffractogramme : un ensemble de raies qui manifestent les réflexions des Rayons X sur les plans d'organisation des éléments Al, Si, O, OH dans le réseau cristallin. Certaines raies marquent la réflexion des Rayons X à la surface de chaque feuillet; elles mesurent la distance réticulaire "d" entre deux surfaces. Pour la kaolinite, minéral à deux couches, tétraèdres/octaèdres, la raie à 0,715 nm est égale à l'épaisseur d'un feuillet. C'est la raie "basale", caractéristique de ce minéral.

Note: la plaquette de kaolinite tourne autour d'un axe dans le champ des Rayons X. Pour chaque raie on mesure l'angle  $q$ . La loi de Bragg  $l = 2d \sin q$  permet de calculer d (distance inter réticulaire) en fonction de la longueur d'onde l des Rayons X.

### II.2.4 Ciment

Le ciment utilisé est un ciment Algérien Portland CPA de classe de résistance 42.5 d'Ain elkbira.

#### II.2.4.1 Masse volumique absolue

Nous utilisons pour cet essai le densimètre de Le Chatelier représenté sur la figure (II-7) ci-dessous

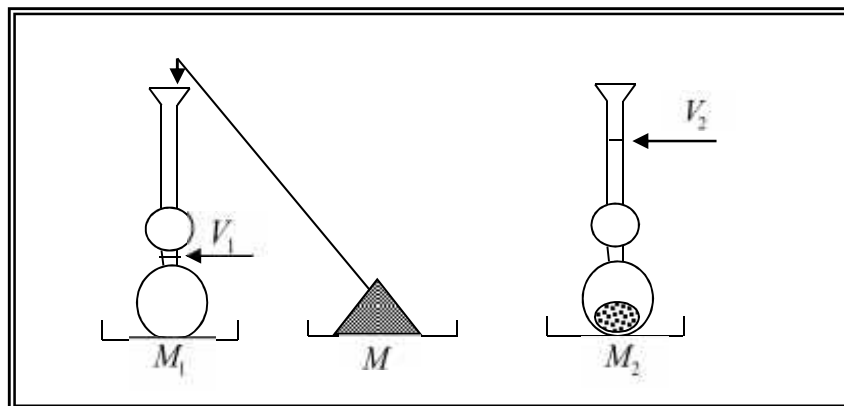


Figure II.7 Dispositif Le Chatelier

$$M_{\text{vabs}} = \frac{M_2 - M_1}{V_1 - V_2}$$

Avec :

M1: Poids de (cellule +benzène)

M2 : Poids de (cellule +benzène +ciment)

V1: Volume initial de benzène

V2 : Volume final de benzène

### II.2.4.2 Surface spécifique

Il s'agit de faire passer un volume d'air connu à travers une poudre de ciment dans un appareil appelé "permiabilimètre de Blaine, comme il est montré sur la figure (II-8). Plus la surface spécifique de la poudre est importante, plus le temps mis par l'air pour traverser la poudre est long. Dans les conditions normalisées, la surface spécifique est proportionnelle à  $t^{1/2}$ .

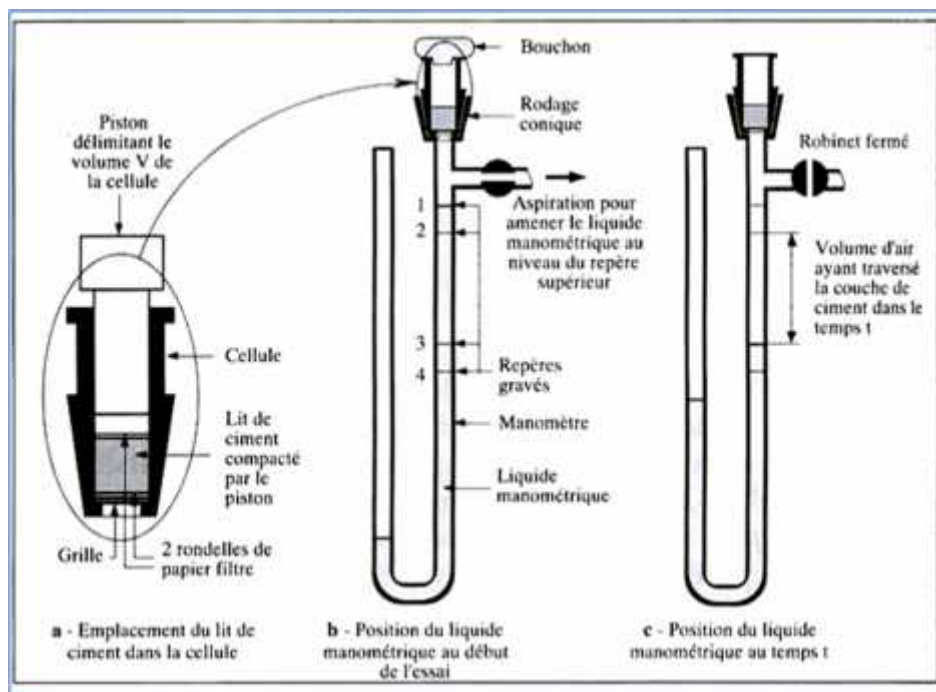


Figure II.8 Permiabilimètre de Blaine

La surface spécifique est calculée moyennant l'expression ci-dessous :

$$\frac{A}{M_{vabs}(1-e)\sqrt{n}} = K \cdot \sqrt{e^3 \sqrt{t}}$$

Avec :

K : Constante de l'appareil

e : Porosité

$M_{vabs}$  : Masse volumique absolue du ciment

: Viscosité dynamique de l'air en fonction de la température

t : Temps en second mesuré pendant l'essai

### **II.2.4.3 Consistance et Prise du ciment**

L'essai consiste à déterminer la quantité d'eau de gâchage optimale qui définit une consistance dite normalisée elle est fonction du rapport E/C.

L'essai a été réalisé avec l'appareil de Vicat selon la norme EN 196-3 (Figures II-9).

#### **a. Objectif de l'essai**

La consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps.

Pour pouvoir apprécier cette évolution qui est fonction de la teneur en ajout (calcaire) dans le ciment et la quantité d'eau de gâchage ; il faut partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

**b. Principe de l'essai**

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement d'une aiguille cylindrique de ( $\varnothing = 10$  mm) sous l'effet d'une charge constante (300g). L'enfoncement est d'autant plus rapide et important que la consistance est plus fluide. Figure II.9.

**c. Conduite de l'essai**

- Verser la quantité d'eau dans la cuve du malaxeur .La température dans la salle doit être de  $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative supérieure ou égale à 50%.
- Verser 500 g de ciment au centre de la cuve en un temps compris entre 5 et 10 secondes. La fin du versement correspond au temps 0.
- Mettre immédiatement le malaxeur en marche à vitesse lente pendant 90 s.
- Arrêt du malaxage pendant 30 s, faire le raclage de la pâte.
- Remettre le malaxeur en marche pendant 90s à vitesse lente.
- Introduire la pâte immédiatement dans le moule tronconique de hauteur 40mm et de diamètre 70 et 80 mm posé sur une plaque en verre huilée sans tassement ni vibration excessives.
  - Enlever l'excès de la pâte par un mouvement de va et vient avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface du moule.
  - Placer l'ensemble sur la platine de l'appareil de Vicat.
  - La sonde de diamètre  $\varnothing = 10$  mm est amenée à la surface de la pâte et lâchée sans vitesse initiale. La sonde s'enfonce dans la pâte. Quand elle s'immobilise; ou au plus tard 30s après l'avoir relâchée.
  - Mesurer la distance d entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule, cette distance caractérise la consistance. Si  $d= 6\text{mm} \pm 2$ ; c'est la consistance normalisée Si d

est différente de cette valeur, on refait l'essai avec un nouveau rapport E/C jusqu'à l'obtention de la valeur recherchée (figure II.9).

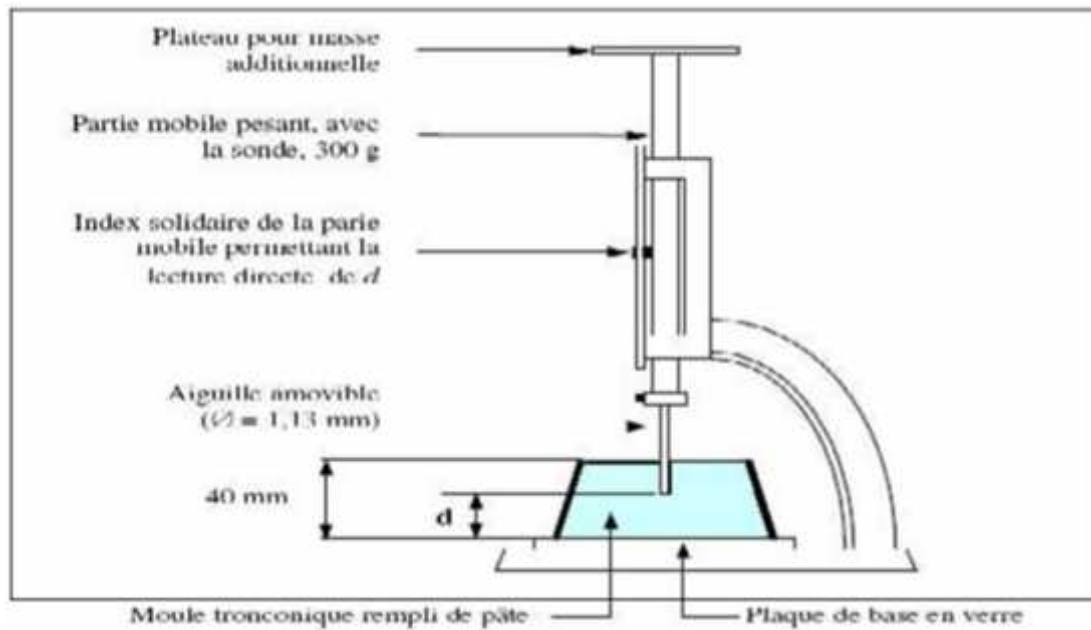


Figure II.9 Appareil de Vicat manuel

#### II.2.4.4 Essai de Prise

**Objectif de l'essai :** Il consiste à déterminer le début et la fin de prise des pâtes pures des ciments étudiées conformément à la norme EN 196-3.

- a. **Principe de l'essai :** L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat manuel ou automatique. (Figure II-10).



Figure II.10 l'appareil de Vicat

Le Vicat manuel équipée d'une aiguille de 1.13mm de diamètre ; sous l'effet d'une charge de 300g l'aiguille s'enfonce à une distance  $d$  du fond du moule.

Si  $d = 6\text{mm} \pm 3$  On dit que c'est le début de prise, le temps est mesuré à partir du temps 0 du début de malaxage.

Si l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte vaut  $d = 0.5\text{mm}$ . On dit que c'est la fin de prise, alors la pâte devient un bloc rigide.

**b. Equipement utilisé :**

Une armoire climatique maintenue à  $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  et une humidité relative supérieure à 90% et l'appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1.13mm.

**Conduite de l'essai (Norme EN 196-3) :**

Il s'agit de confectionner une pâte de ciment normalisée.

Le temps zéro est celui où le ciment a fini d'être ajouté à l'eau dans la cuve du malaxeur L'aiguille est amené à la surface de l'échantillon et relâchée sans vitesse initiale.

Lorsqu'elle s'immobilise (ou après 30s d'attente).

On relève la distance  $d$  séparant l'extrémité de l'aiguille à la plaque de base.

On recommence l'opération à intervalle de temps convenablement espacés jusqu'à ce que  $d = (6 \pm 3)$  mm cet instant mesuré à 5 mn près correspond au temps de début de prise.

On continue l'opération en faisant tourner le moule sur l'autre face le temps de fin de prise correspond à l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte que de 0.5mm pour la première fois.

**II.2.4.5 Analyse minéralogique et chimique****a- Composition minéralogique**

La technique est la même employée pour le sable et qui est déjà expliquée.

**b- Composition chimique**

notre ciment utiliser CEMI.

**II.2.4.6 Essai de stabilité****a. Objectif de l'essai**

L'essai consiste à mesurer l'augmentation de volume provoquée lors de la réaction d'hydratation par la présence de l'oxyde de calcium ou de magnésium contenu dans les ciments étudiés.

**b. Principe de l'essai**

L'essai consiste à faire accélérer la réaction d'hydratation par un traitement thermique de la pâte pour pouvoir observer une expansion éventuelle des cinq types de ciment testé.

**c. Equipement nécessaire**

Une armoire humide maintenue à une température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  et au moins 90% d'humidité relative.

Une bouilloire dans laquelle les éprouvettes sont immergées et la température de l'eau est portée de  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  jusqu'à ébullition en  $3\text{h} \pm 5\text{mn}$  Deux moules en laiton élastique appelés "appareil le Chatelier".

Ces moules sont fondus de façon à pouvoir s'ouvrir en cas d'augmentation de volume de la pâte. Conduite de l'essai (figure II.11) :

La pâte de consistance normalisée est introduite dans les deux moules en laiton.

Conservation des moules pendant 24h dans l'armoire humide.

Au bout de ce temps on mesure à 0.5mm près l'écartement A des pointes des aiguilles. Le moule est entreposé dans la bouilloire pendant  $3\text{h} \pm 5\text{mn}$  à une température

d'ébullition. Soit B l'écartement au bout de ce temps des pointes des aiguilles et soit C l'écartement après refroidissement à 20°C La stabilité est caractérisé par la valeur C-A.

Stabilité = C-A

Expansion = B-A

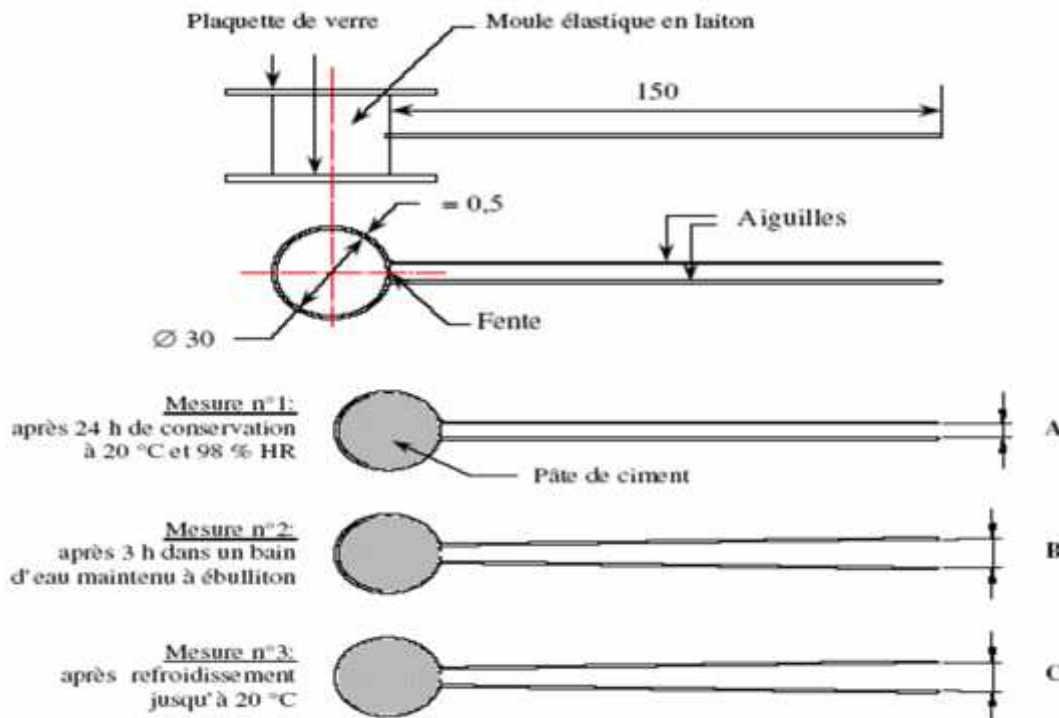


Figure II.11 les Aiguille de Le Chatelier



Figure II.8 Bouilloire de Le Chatelier

### II.2.5 La diffraction des rayons X (D.R.X.)

Elle fournit un diffractogramme : un ensemble de raies qui manifestent les réflexions des Rayons X sur les plans d'organisation des éléments Al, Si, O, OH dans le réseau cristallin.

Certaines raies marquent la réflexion des Rayons X à la surface de chaque feuillet ; elles mesurent la distance réticulaire "d" entre deux surfaces. Pour la kaolinite, minéral à deux couches, tétraèdres/octaèdres, la raie à 0,715 nm est égale à l'épaisseur d'un feuillet, C'est la raie "basale", caractéristique de ce minéral.

Note: la plaquette de kaolinite tourne autour d'un axe dans le champ des Rayons X. Pour chaque raie on mesure l'angle  $\theta$ . La loi de Bragg  $l = 2d \sin \theta$  permet de calculer d (distance inter réticulaire) en fonction de la longueur d'onde  $\lambda$  des Rayons X.

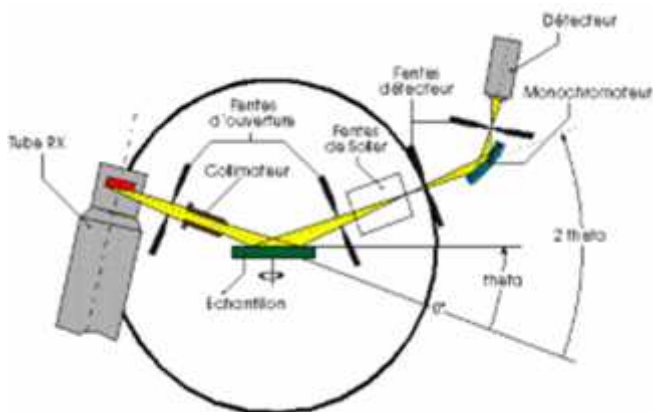


Figure II.13 Diffraction des rayons X (D.R.X.)

## II.3 Essai sur Mortier

### II.3.1 Formulation du mortier à base de métakaolin

Une substitution de 0, 10, 15, 20 et 25 du ciment par le métakaolin sera étudiée. L'étude bibliographique a montré que l'incorporation du métakaolin dans le ciment engendre une perte d'ouvrabilité du mortier frais. Par conséquent et à fin de maintenir la même consistance des différents mélanges le rapport E/L augmente avec l'augmentation du pourcentage du métakaolin.

Tableau II.1 Composition des mortiers

Métakaolin (%)	Ciment (g)	Métakaolin (g)	Sable (g)
0	450	0	1350
10	405	45	1350
15	382.5	67.5	1350
20	360	90	1350
25	337.5	112.5	1350

### II.3.2 Préparation des mortiers

- Mettre le ciment et le métakaolin dans une bouteille en verre et malaxer manuellement pendant 05 min. afin de rendre le liant à l'état sec homogène.

La préparation des mortiers a été effectuée selon la norme (EN 196-1) [35] :

- Introduire l'eau, en premier, dans la cuve du malaxeur, y verser ensuite le liant, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente.

- Après 30 s de malaxage, introduire régulièrement le sable pendant les 30 s suivantes. Mettre alors le malaxeur à une vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires.

- Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30s. Pendant les 15 premières secondes enlever au moyen d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci.

- Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s.

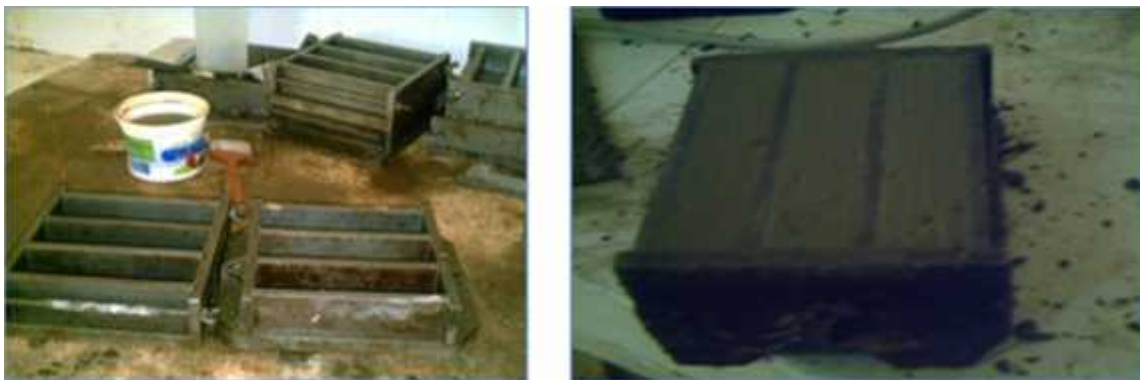
Le malaxage du mélange a été effectué par un malaxeur à mortier, comme il est montré sur la figure II.14 ci-dessous.



**Figure II.14** Malaxeur de mortiers

### II.3.3 Préparation des éprouvettes

Des moules normalisés, telles que celles représentés sur la figure II.15 permettant de réaliser 3 éprouvettes prismatiques de section carrée 4cmx4cm et de longueur 16cm sont confectionnées, remplies en deux couches, en les faisant mettre sur la table vibrante.



**Figure II.15** Moules prismatiques (4x4x16) cm<sup>3</sup>

24 heures après la confection, les éprouvettes sont démoulées et conservées dans l'ambiance du laboratoire pendant 3, 7, 28 et 90 jours (HR=65-68% ; T= 25°C).

### II.3.4 Essais réalisés sur mortiers à l'état frais

Pour la mesure de la maniabilité, nous avons utilisé un maniabilimètre B comme indiqué sur la figure II.16, selon la norme NFP18-452 [49] pour les mortiers de  $D < 12,5\text{mm}$ . Celle-ci est caractérisée par le temps que met le mortier pour s'écouler sous l'effet de vibration du maniabilimètre. Ce dernier correspond à un boîtier parallélépipédique métallique (18 cm x 9 cm x 9cm), posé sur des supports en caoutchouc, équipé d'un vibreur et muni d'une cloison amovible.



**Figure II.16** Maniabilimètre B de mortiers

Le mortier est introduit dans la partie la plus grande délimitée par la cloison en 4 couches piquées à raison de six coups à l'aide d'une tige de piquage qui doit être maintenue parallèlement à la paroi inclinée de la cloison. Après avoir arasé la surface à la règle, la cloison est retirée, provoquant la mise en route du vibreur et le déclenchement d'un chronomètre par l'opérateur. Sous l'effet de la vibration, le mortier s'écoule. Le chronomètre est arrêté quand le mortier atteint un trait repère sur la paroi opposée du boîtier. Le temps  $t$  mis par le mortier pour s'écouler caractérise sa consistance.

**II.3.5 Détermination de la chaleur d'hydratation**

La température du laboratoire où le mortier est gâché doit être maintenue à  $20 \pm 2$  °C. La salle d'essais où la calorimétrie a lieu doit être maintenue à une température de  $20 \pm 1$  °C.

La température affichée par le calorimètre de référence doit être considérée comme étant la température ambiante et doit être maintenue à  $\pm 0,5$  °C.

La distance entre chacun des calorimètres doit être d'environ 12 cm. La vitesse de l'air de ventilation autour des calorimètres doit être inférieure à  $0,5 \text{ m.s}^{-1}$ .

Lorsque plusieurs essais sont effectués simultanément, on doit compter au moins un calorimètre de référence pour six calorimètres d'essai ; lorsque plusieurs calorimètres d'essai sont utilisés avec un calorimètre de référence, un agencement hexagonal doit être organisé avec le calorimètre de référence au centre.

**)] Mode opératoire****a- Composition du mortier :**

La composition du mortier doit être conforme à la norme EN 196-1 et l'échantillon destiné à l'essai doit avoir une masse totale de  $(1575 \pm 1)$  g.

Chaque gâchée doit être constituée de  $360,0 \pm 0,5$  g de ciment,  $1\ 080 \pm 1$  g de sable normalisé (CEN) conforme aux exigences de la norme EN 196-1 et  $180,0 \pm 0,5$  g d'eau distillée.

Comme il n'est pas possible de récupérer la totalité des matériaux versés dans le récipient du malaxeur, il convient qu'une gâchée soit légèrement supérieure à 1575g.

**b- Malaxage :** Conserver le ciment, l'eau, le sable, la boîte à mortier, le récipient du malaxeur et les autres instruments dans la salle d'essais.

Le malaxeur étant dans sa position de fonctionnement, verser le sable pendant 30s à petite vitesse ; verser ensuite l'eau, et malaxer immédiatement à petite vitesse pendant

60 s ; régler le malaxeur sur la grande vitesse et malaxer à nouveau pendant 60 s. Afin d'éviter les déperditions thermiques, il est recommandé d'exécuter le malaxage dans un temps relativement court.

C'est pour cette raison que le temps de malaxage prescrit dans la norme EN 196-1 a été raccourci.

c- Mise en place de l'échantillon d'essai :

Aussitôt après le malaxage, peser  $1575 \pm 1$  g de mortier dans la boîte qui a été pesée au préalable, avec son couvercle à  $\pm 0,5$  g. Mettre en place le couvercle en s'assurant qu'il assure l'étanchéité.

Remplir l'étui pour thermomètre de  $2,5 \pm 0,5$  cm<sup>3</sup> d'huile (par exemple de l'huile minérale fluide), afin d'améliorer le contact thermique entre l'échantillon d'essai et le thermomètre.

Peser la boîte à mortier à  $\pm 0,5$  g pour pouvoir contrôler, à la fin de l'essai, toute perte de vapeur d'eau éventuelle et introduire le mélange ensuite dans le calorimètre d'essai et le refermer immédiatement avec le bouchon.

Mettre le thermomètre en place dans l'étui pour thermomètre de manière à ce qu'il soit approximativement au cœur de l'échantillon d'essai. Sceller l'orifice de passage à travers le bouchon au moyen d'un dispositif de fermeture. Le bouchon peut être également obturé au moyen d'un matériau d'étanchéité, malléable, ou de mastic.

Le malaxage et la mise en place de l'échantillon d'essai ne doivent pas prendre plus de 6min. En fin d'essai, peser à nouveau la boîte à mortier à  $\pm 0,5$  g. En cas de réduction de masse supérieure à 2 g, l'essai n'est pas valable et doit être recommencé.

d- Mesure de l'échauffement :

Le moment où l'on verse de l'eau sera pris comme origine des temps. La mesure de l'échauffement consiste à relever, à des instants déterminés, la température de l'échantillon d'essai et celle de l'échantillon inerte placé dans le calorimètre de référence.

Faire au moins un relevé au cours des 30 premières minutes, suivi par des relevés effectués au moins toutes les : 1 h pendant les premières 24 h. 4 h au cours du deuxième jour. 6 h jusqu'à la fin de la période d'essai.

La fréquence de ces mesures peut être accrue en fonction des caractéristiques du ciment étudié. Consigner l'instant de chaque relevé de température en heures et minutes.

À chaque relevé de température, déterminer l'échauffement de l'échantillon d'essai ( $h_t$ ) comme la différence entre la température de l'échantillon d'essai ( $T_s$ ) et celle de l'échantillon inerte ( $T_{r_0}$ ), placé dans le calorimètre de référence.



**Figure II.16** Calorimètre Langavant (Laboratoire de Lafarge M'sila)



**Figure II.17** Sable Normalisé (Laboratoire de Lafarge M'sila)

Le phénomène de prise du ciment s'accompagne d'une réaction exothermique dont l'importance dépend de différents paramètres, en particulier :

- La finesse de mouture: plus le ciment est finement broyé, plus la chaleur d'hydratation est élevée.

- La nature des constituants: les ciments CPA comportant presque exclusivement du clinker dégagent plus de chaleur que des ciments avec constituants secondaires.
- La nature minéralogique du clinker : plus les teneurs en aluminat tricalcique (C3A) et silicate tricalcique (C3A et C3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte.
- La température extérieure.

### II.3.6 Essais réalisés sur mortiers à l'état durci

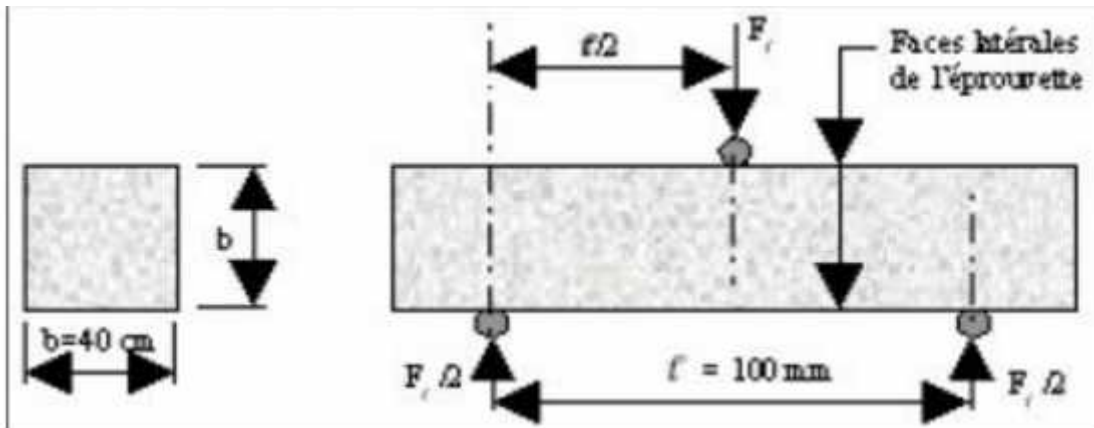
Les bétons sont généralement classés selon leurs résistances à 28 jours. Cette dernière est souvent influencée par plusieurs facteurs entre autres le rapport E/C, le dosage et la classe de ciment, la nature et les proportions des granulats, les conditions climatiques et de mise en œuvre, sans oublier l'influence des ajouts (adjuvants, fibres,...) . La mesure de la résistance se fait par les essais de flexion et de compression permettant de déterminer la contrainte de rupture de traction par flexion et la contrainte de rupture à la compression du mortier ciment.



**Figure II.18** Machine utilisée pour la mesure de la résistance à la traction et compression

### a. Essai de rupture par flexion

Cet essai est réalisé suivant la norme EN 196-1[50]. Un dispositif à rouleau utilisé en flexion 3 points (Figure II.19), comportant deux appuis à rouleau distant de 100 ou 106.7mm sur lesquels repose l'éprouvette prismatique 40x40x160mm, et un troisième rouleau équidistant des deux premiers, transmettant une charge concentrée  $F_f$  [51].



**Figure II.19.** Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion (3 points)

La résistance à la flexion est calculée selon l'équation suivante :

$$R_f = (1,50 \cdot F_f \cdot l) / b^3.$$

$R_f$ : Résistance à la flexion (MPa).

$F_f$ : Charge de rupture de l'éprouvette en flexion (N).

$l$  : Longueur qui sépare les deux appuis (mm).

$b$  : Côté de l'éprouvette est égal à 40mm.

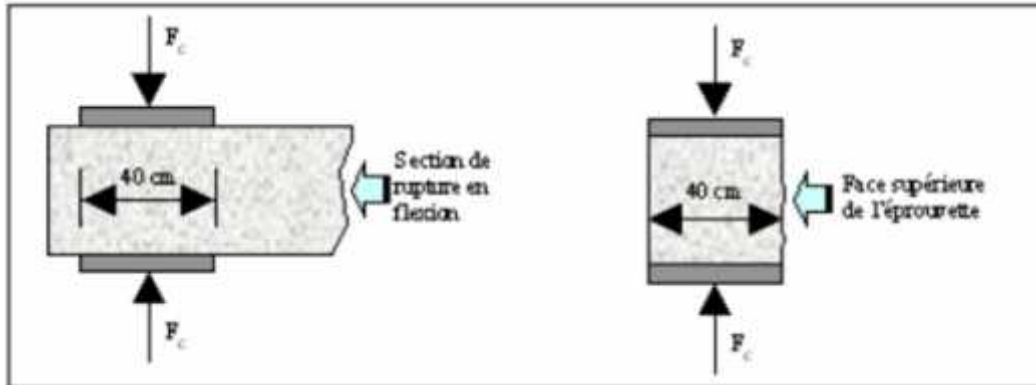
$L$  : Longueur totale de l'éprouvette.

### b) Essai de rupture par compression

Cet essai est régi suivant la norme EN 196-1, exécuté avec une presse pour matériaux durs, sur les demi-éprouvettes provenant de l'essai précédent. Chaque demi prisme est essayé en compression sur ces faces latérales de moulage sous une section de

(40x40)mm, entre deux plaques de métal dur. Le demi-prisme est placé entre elle de manière que son extrémité intacte dépasse d'environ 1cm.

Le dispositif de cet essai est montré sur la figure II.21.



**Figure II.21** Dispositif de rupture en compression

La résistance à la compression est calculée selon l'équation suivante :

$$R_c = F_c / b^2$$

$R_c$ : Résistance à la compression en (MPa);

$F_c$ : Charge de rupture en (N);

$b$  : Cote de l'éprouvette est égal à 40 mm.

#### II.4 Conclusions

Les caractéristiques des matériaux de base influent directement sur les propriétés du composite qu'ils constituent. Grâce aux essais réalisés au cours de ce travail, nous pouvons conclure que les matériaux utilisés sont bons pour la conception du mortier de ciment et du métakaolin par substitution par des pourcentages sont de 0, 10, 15, 20 et 25% étudié.

### III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons étudier en premier lieu la demande en eau influençant la maniabilité des mélanges à l'état frais (maniabilité) des mortiers de ciment + métakaolin afin d'optimiser leurs propriétés mécaniques (résistances à la compression et à la traction) et physiques notamment l'adsorption d'eau par capillarité et le retrait.

## III. 2 Résultats expérimentaux

### II.2.1 Sable

Le sable utilisé lors de cette étude est un silico-calcaire alluvionnaire de classe granulaire 0/5 mm.

#### a<sub>1</sub>) Masse volumique apparente ( $\gamma_{app}$ )

**Tableau III.1** Masse volumique apparente du sable alluvionnaire

Sable alluvionnaire				
N° de l'essai	M <sub>r</sub> (g)	M <sub>t</sub> (g)	V <sub>r</sub> (cm <sup>3</sup> )	$\gamma_{app}$ kg /m <sup>3</sup>
1	6020.6	4538.1	1000	1482.5
2	6020.1	4538.1	1000	1482
3	6037.2	4538.1	1000	1482.1
				Moy : 1482.2

#### a<sub>2</sub>) Masse volumique absolue ( $\gamma_{abs}$ )

**Tableau III.2** Masse volumique absolue du sable alluvionnaire

Sable alluvionnaire				
N° de l'essai	M (g)	V <sub>1</sub> (cm <sup>3</sup> )	V <sub>2</sub> (cm <sup>3</sup> )	$\gamma_{abs}$ (kg /m <sup>3</sup> )
1	250	300	395	2631.57
2	250	300	400	2500
3	250	300	390	2777.77
				Moy : 2636.44

**a<sub>3</sub>) Compacité**

$$C = \frac{\gamma_{app}}{\gamma_{abs}} = \frac{1482.2}{2636.44} = 0.56$$

**a<sub>4</sub>) Porosité**

$$P = 1 - C = 1 - 0.56 = 0.44$$

**a<sub>5</sub>) Analyse granulométrique****Tableau III.3** Analyse granulométrique du sable alluvionnaire

<b>M= 2050 g</b>					
<b>Module des tamis</b>	<b>Ouverture des tamis mm</b>	<b>Masse du refus partiel (g)</b>	<b>Masse du refus cumulé (g)</b>	<b>Refus cumulé (%)</b>	<b>Tamisât (%)</b>
38	5	30	30	1.46	98.54
35	2.5	94.9	124.9	6.09	93.91
32	1.25	79.7	204.6	9.98	90.02
30	0.8	106.6	311.2	15.18	84.82
29	0.63	178	489.2	23.86	76.14
26	0.315	1133.5	1622.7	79.15	20.85
24	0.2	247.8	1870.5	91.24	8.76
23	0.16	117.3	1987.8	96.96	3.04
22	0.125	28.2	2016	98.34	1.66
20	0.08	19.3	2035.3	99.28	0.72
	fond	4.6	2039.9	99.50	0.50

**a<sub>6</sub>) Module de finesse**

$$M_f = \frac{\sum \text{des refus sur les tamis (0.16 - 0.315 - 0.63 - 1.25 - 2.5 - 5)}}{100} = 2.17$$

**a<sub>7</sub>) Module d'uniformité**

$$C_U = 2.14$$

a<sub>8</sub>) Coefficient de courbure

$$C_C=1.61$$

a<sub>9</sub>) Equivalent de sable

Tableau III.4 Equivalent de sable

sable alluvionnaire	N°	h <sub>1</sub> (cm)	h <sub>2</sub> (cm)	h' <sub>2</sub> (cm)	ES à vue	ES à piston
	01	5.9	6.7	6	88.05	89.55
	02	6.3	7.2	6	87.50	83.33
Valeur moyenne					87.77	86.44

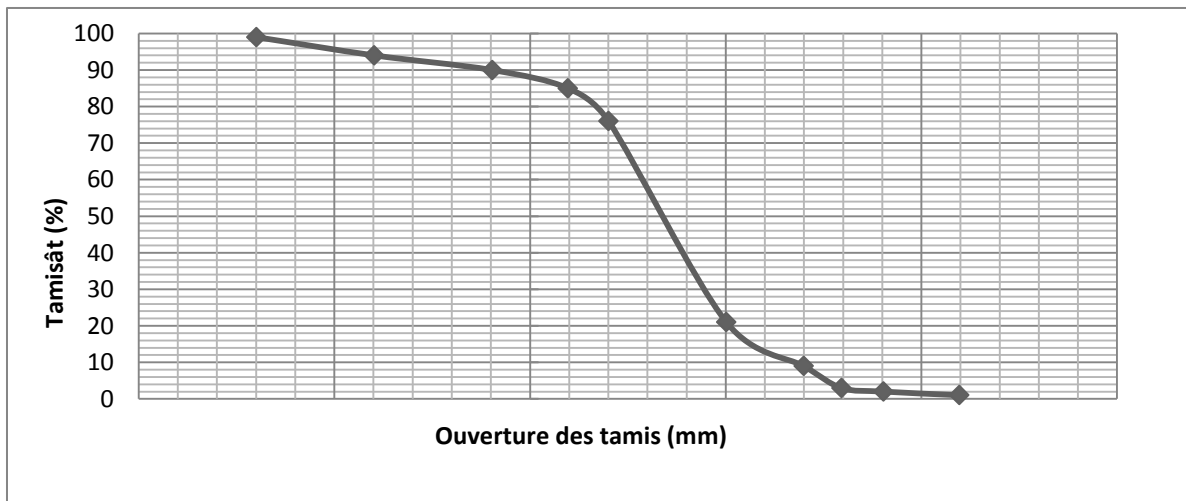


Figure III.1 Courbe granulométrique de sable alluvionnaire

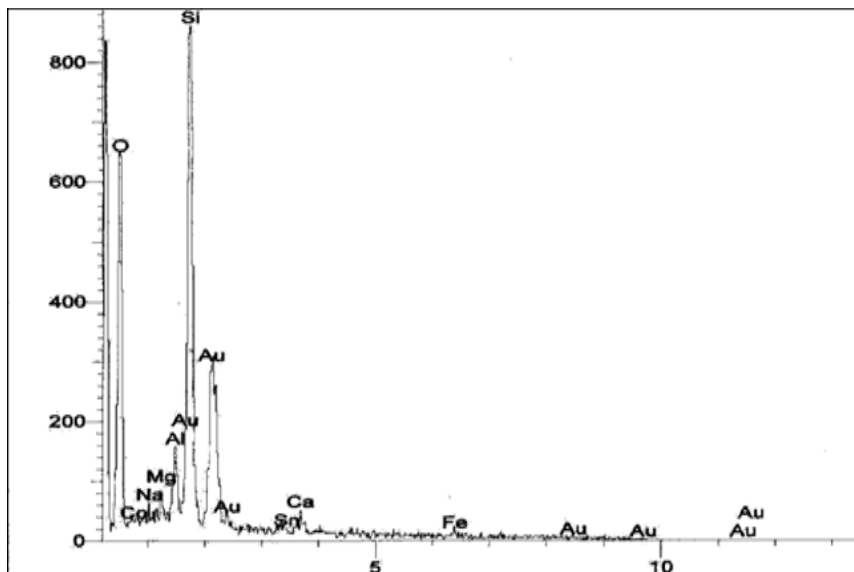


Figure 1 Diffractogramme aux rayons X du sable alluvionnaire [52]

### III.2.2 Eau

Les résultats de l'analyse chimique effectuée par l'EGEPAL de Laghouat sont donnés dans le tableau III.5.

**Tableau III.5** Analyse chimique de l'eau de gâchage

Nature de point d'eau	Robinet		
Ca <sup>+2</sup> ( mg/L)	180,36	m.éq/L	9
Mg <sup>+2</sup> ( mg/L)	41,34	m.éq/L	3,4
Na <sup>+2</sup> en mg/L	2,07	m.éq/L	0,09
K <sup>+</sup> en mg/L	11,91	m.éq/L	0,518
Cl en mg/L	90,75	m.éq/L	2,56
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> en mg/L	433,23	m.éq/L	9,02
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> en mg/L	13,1	m.éq/L	0,21
NO <sub>3</sub> en mg/L	126,27	m.éq/L	2,07
M=1025 mg/L	TDS <sup>**</sup> = 676 mg/L	PH= 7 ,2	T= 17,5 C°
TH <sup>*</sup> = 12,4m.éq/L=62 F°	Sol = 0,7‰	Turb <sup>***</sup> = 0,2 ntv <sup>*4</sup>	Couleur= 0,1 m <sup>-1</sup>

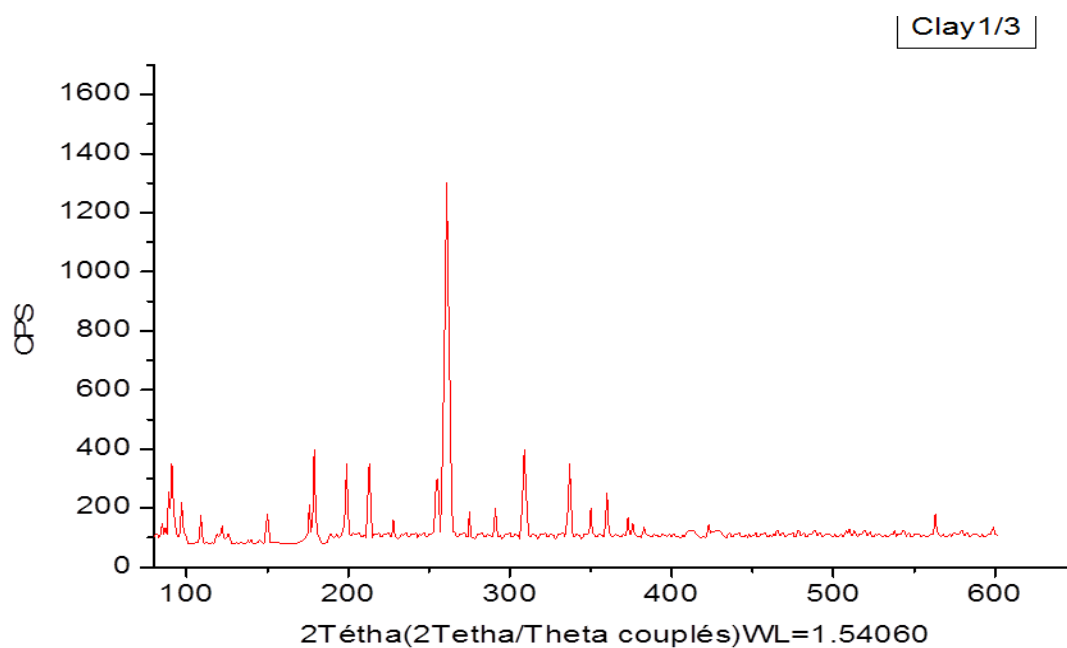
### III.2.3 Métakaolin

Le métakaolin est obtenu à partir du kaolin. Ce dernier est utilisé dans cette étude, il provient des gisements tels que celui de Mila et Jijel.

La composition chimique du kaolin est représentée dans le tableau III.6.

**Tableau III.6** Composition chimique du kaolin (XRF)

Composition chimique (%)								
CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Perte Au feu
1,25	56,24	21,06	1,04	0,13	1,02	0,11	2,43	2,53



**Figure III.3** Diffractogramme aux rayons X du kaolin

**Tableau III.7** Composition minéralogique

cristaux	kaolinite	quartz	ilite	Anatase	Mulite	dolomite
%	70	12	6	2	3	5

L'analyse minéralogique a pour but l'identification et le dosage des minéraux. Elle apporte des renseignements sur le mode de combinaison des éléments. Si toutes fois la reconnaissance de la composition chimique est aisée. Il n'est pas facile d'identifier les espèces minérales en raison de la complexité de leurs mélanges, on peut trouver plus d'un minéral qui présente une intensité de pic (raie) principale identique à un autre

#### - Traitement thermique

**Tableau III.8** Traitement thermique

Echantillon N	Température °C	Durée (h)	Observation
01	600	3	Deshydroxylation (perte d'eau)
		4	
		5	
02	700	3	Métakaolin (Etat amorphe)
		4	
		5	
03	800	3	Si-Al Spinelle
		4	
		5	
04	900	3	Densification perte de pouzzolanité
		4	

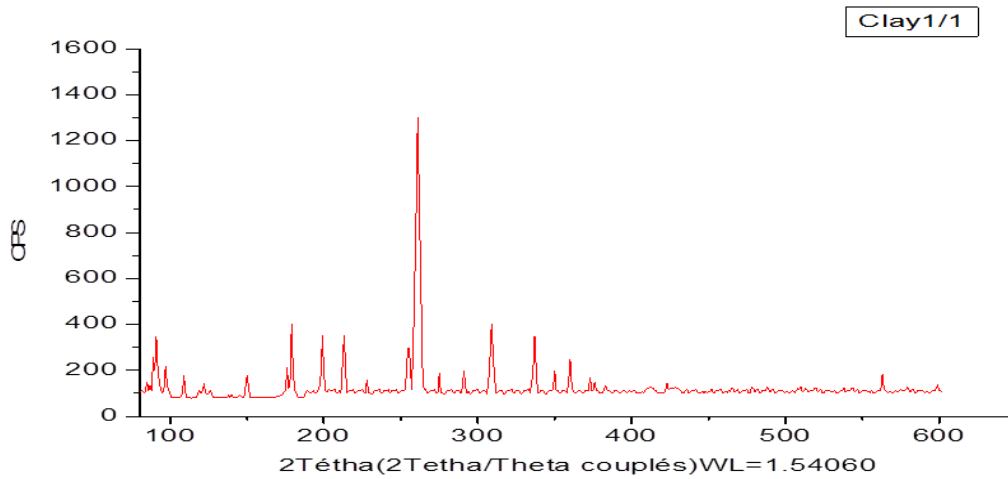


Figure 2 Diffractogramme aux rayons X du kaolin à température 600 et 700°C

Tableau III.9 Composition minéralogique

Cristaux	Kaolinite	Quartz	Ilite	Anatase	Mulite	Dolomite
%	65	11	5	2	3	5

Dans cette étape, on remarque qu'il y a une perte en eau et pas changement des cristaux minéraux.

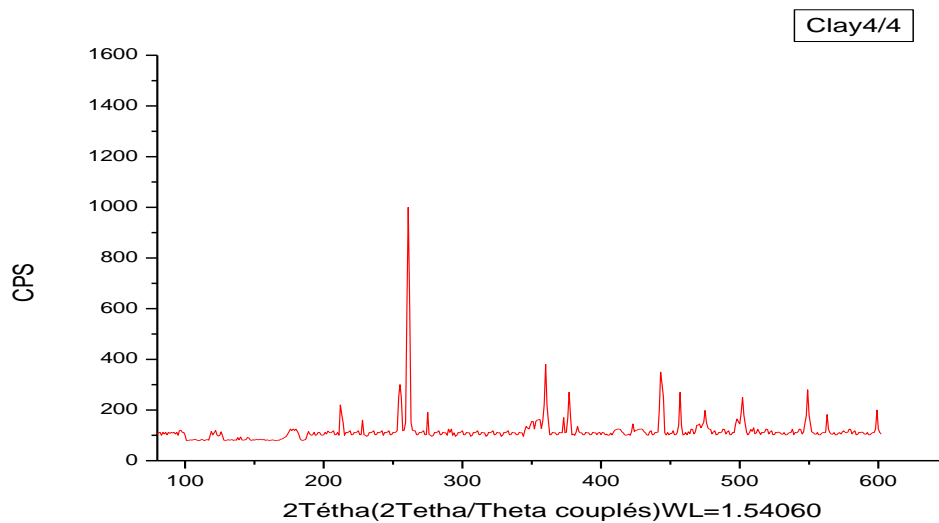


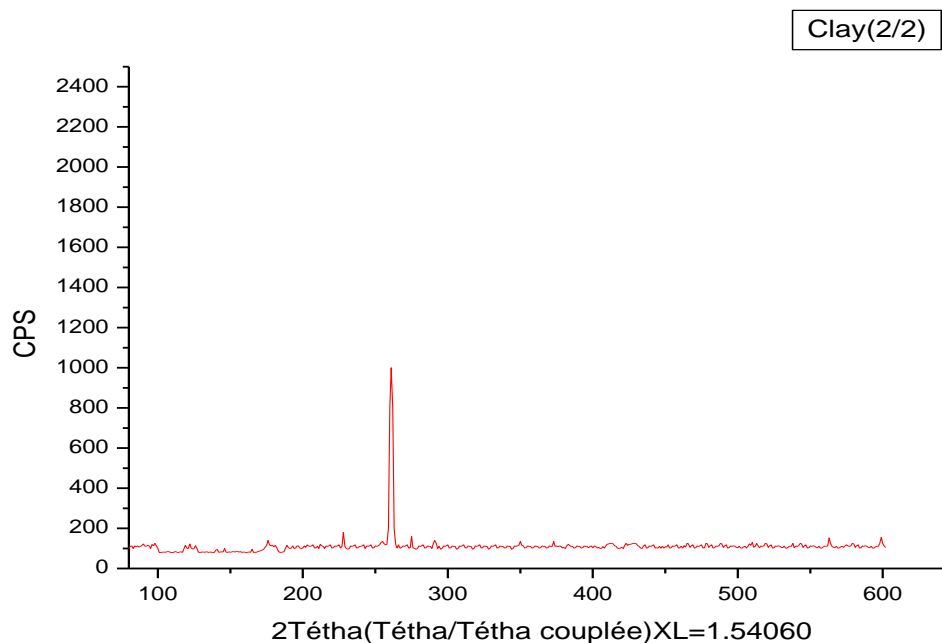
Figure III.5 Diffractogramme aux rayons X du kaolin à température 800 et 900°C

Tableau III.10 Composition minéralogique

Cristaux	Kaolinite	Quartz	Ilite	Anatase	Mulite	Dolomite
%	04	05	/	1	84	4

Le pic exothermique vers 900°C. Le matériau passe d'une phase amorphe à une phase de recristallisation suivi d'un changement de la nature initiale des minéraux. L'argile

dans cette phase devient inerte. Le métakaolin subit dans cette phase un réarrangement structurel, elle se transforme en mullite.



**Figure III.6** Diffractogrammes aux rayons X du métakaolin

**Tableau III.11** Composition minéralogique du métakaolin

Cristaux	Métakaolinite	Quartz	Ilite	Anatase	Mulite	Dolomite
%	91	6	/	1	3	/

Le traitement thermique entraîne donc le passage d'une phase cristallisée et ordonnée (kaolinite) en une phase désordonnée (métakaolinite) par un effondrement du réseau cristallin c'est ce qu'on appelle la déshydroxylation (phase amorphe).

**Tableau III.12** Composition chimique du métakaolin

Composition chimique (%)							
CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
1,13	58,24	29,32	1,92	0,08	0,14	0,07	0,17

### III.2.4 Ciment

Les propriétés physiques et chimiques du ciment sont données respectivement dans les tableaux III.9.

**Tableau III.3** Caractéristiques physiques du ciment CPA

Masse volumique Apparente (kg/m <sup>3</sup> )	Masse volumique absolue (kg/m <sup>3</sup> )	Surface spécifique (cm <sup>2</sup> /g)	Début de prise (mn)	Fin de Prise (mn)
1200	3050	3850	165	250

La Surface spécifique du la substituons de ciment par métakaolin

**Tableau 1** Surface Spécifique du la substituons de ciment par métakaolin

Métakaolin (%)	0	10	15	20	25
Surface spécifique (cm <sup>2</sup> /g)	3850	4268	4350	4460	4560

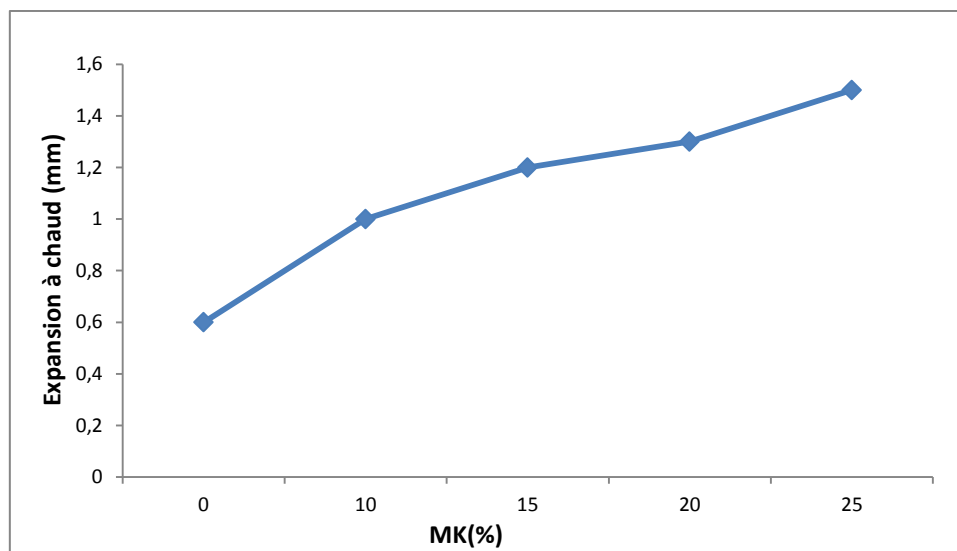
**Tableau III.15** Caractéristique chimiques et minéralogique du ciment CPA Ain Elkbira

Composition chimique (%)								
CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Perte Au feu
63,6	21,23	3,58	4,85	1,39	1,83	0,11	0,57	2,53
Composition minéralogique (%)								
C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF					
66,25	9,32	1,96	13,66					

### III.2.5 Influence du taux d'ajout du métakaolin sur la stabilité du ciment

**Tableau III.16** Propriétés physiques des ciments préparés (Expansion de Le Chatelier)

Type de ciment	C+0% MK	C+10% MK	C+10% MK	C+10% MK	C+10% MK
Expansion à chaud (mm)	0,6	1	1.2	1,3	1.5



**Figure III.7** Expansion à chaud en fonction de taux de métakaolin

Les résultats du tableau III.11 et la Figure III.12 indiquent que l'expansion à chaud (hydratation accélérée par traitement thermique à 100°C) augmente avec l'augmentation du taux de métakaolin d'une façon relativement linéaire et n'a pas d'effet significatif sur la stabilité du ciment et reste inférieure à la limite maximale imposée par la norme EN 196-3 qui est de 10 mm.

Cette augmentation de l'expansion peut être expliquée par la présence d'impuretés ainsi que d'autres éléments tels que le MgO qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée.

### III.2.6 Essais sur mortiers

#### III.2.6.1 Etude du mortier à l'état frais

Il s'agit d'étudier la variation de l'ouvrabilité du mortier étudié en fonction du rapport E/L,

##### A. Effet du rapport E/L

Les résultats expérimentaux sont montrés pour les mortiers de pourcentages de métakaolin 0, 10, 15, 20, 25 sont montrés dans le tableau III.17 et graphiquement par la figure III.8.

**Tableau III.17** Variation du temps d'écoulement en fonction des pourcentages de métakaolin

Type de mortier (MK%)	E/L(%)	Temps d'écoulement (S)	Observation
0	45	37	Très ferme
	49	29	Ferme
	52	23	Plastique
	55	13	Liquide
	55	05	Liquide
10	49	33	Très ferme
	52	28	Ferme
	55	12	Plastique
	57	07	Liquide
	57	05	Liquide
15	52	35	Très ferme
	55	29	Ferme
	58	12	Plastique
	60	06	Liquide
	60	06	Liquide
20	55	30	Très ferme
	58	19	Ferme
	60	11	Plastique
	62	07	Liquide
	62	06	Liquide
25	58	34	Très ferme
	60	28	Ferme
	63	11	Plastique
	65	06	Liquide
	65	06	Liquide

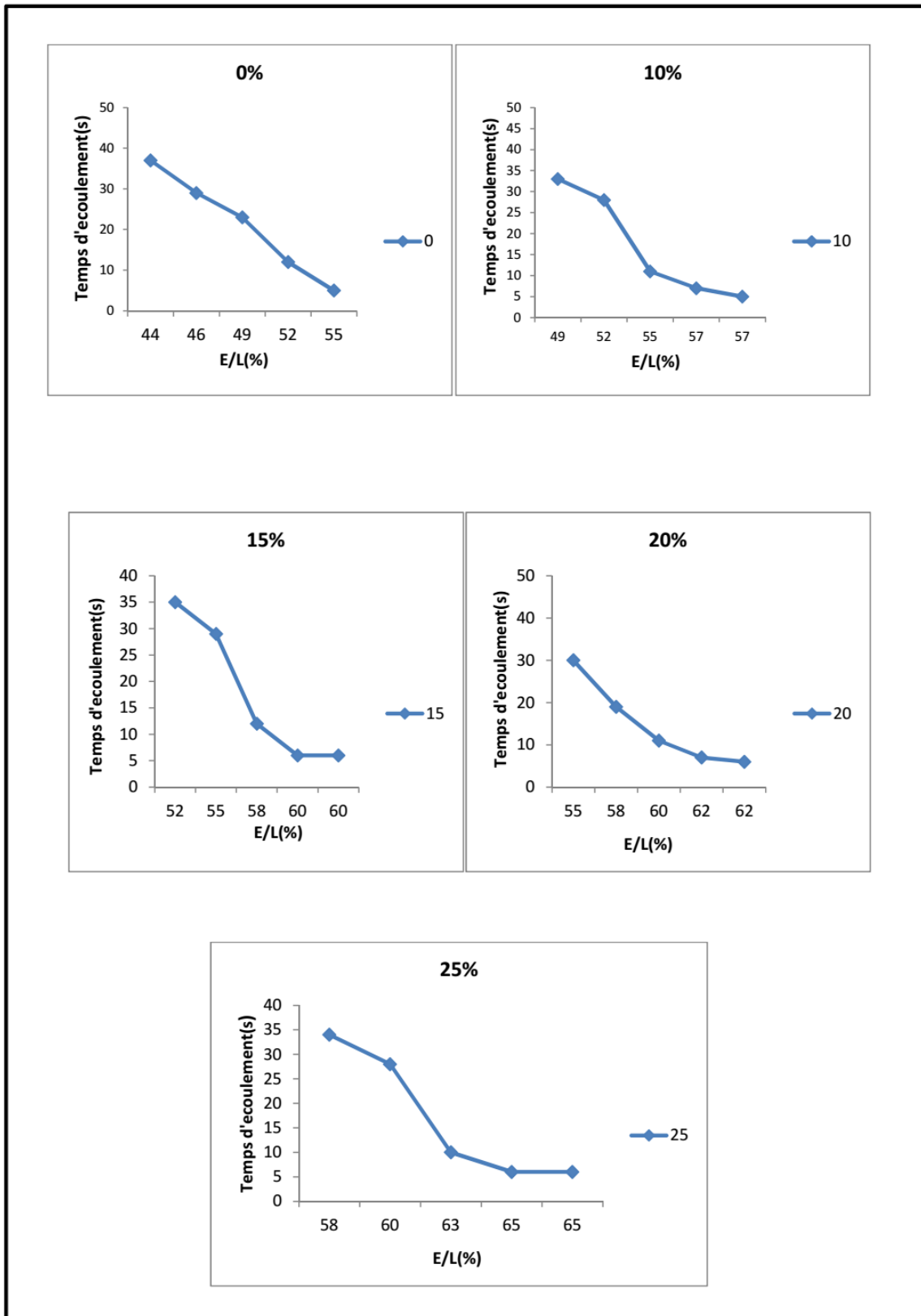
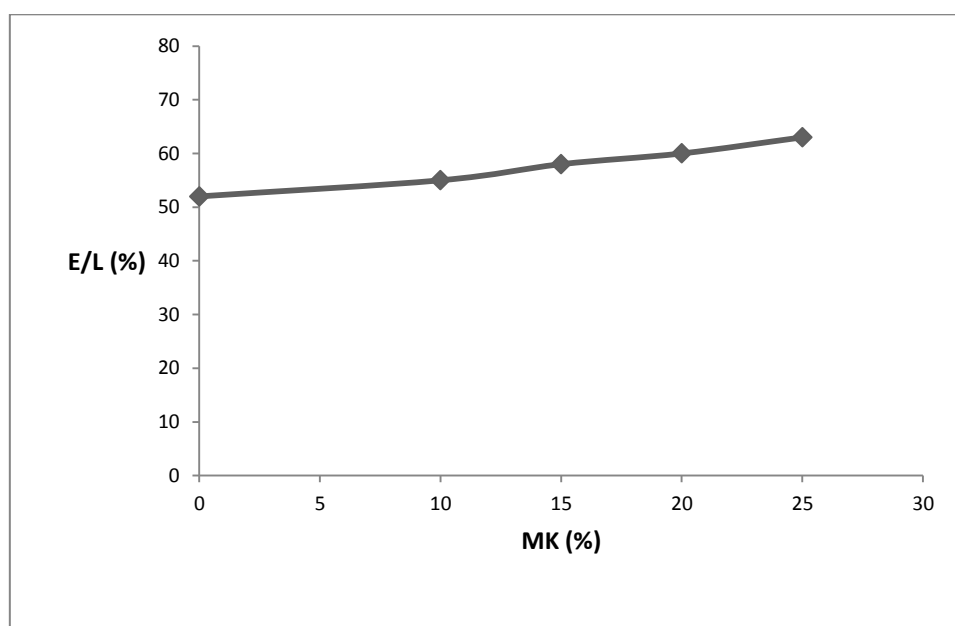


Figure III.8 Variation du temps d'écoulement des mélanges des mortiers

**Tableau III.18** Variation du rapport E/L en fonction du pourcentage du Métakaolin

Type de mortier (MK%)	0	10	15	20	25
E/L (%) Etat plastique	52	55	58	60	63

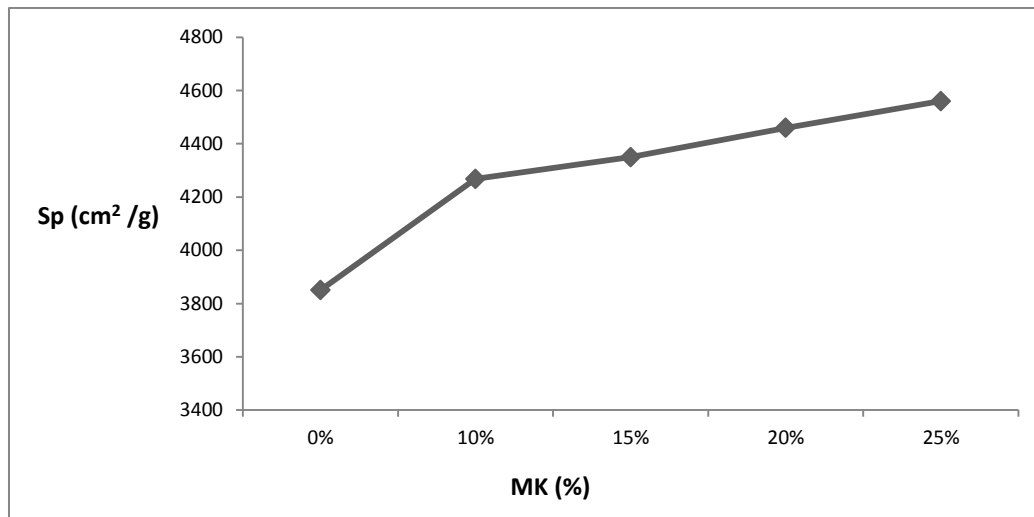
(Etat plastique)

**Figure III.9** Variation du rapport E/L en fonction du pourcentage de Métakaolin

Le Tableau III.17 et la figure III.8 montrent :

- Lorsque le rapport E/L augmente, la maniabilité des mortiers augmente (diminution du temps d'écoulement).

D'après le Tableau III.18 et la figure III.9, on remarque que l'augmentation du pourcentage du métakaolin engendre une augmentation du rapport E/L.



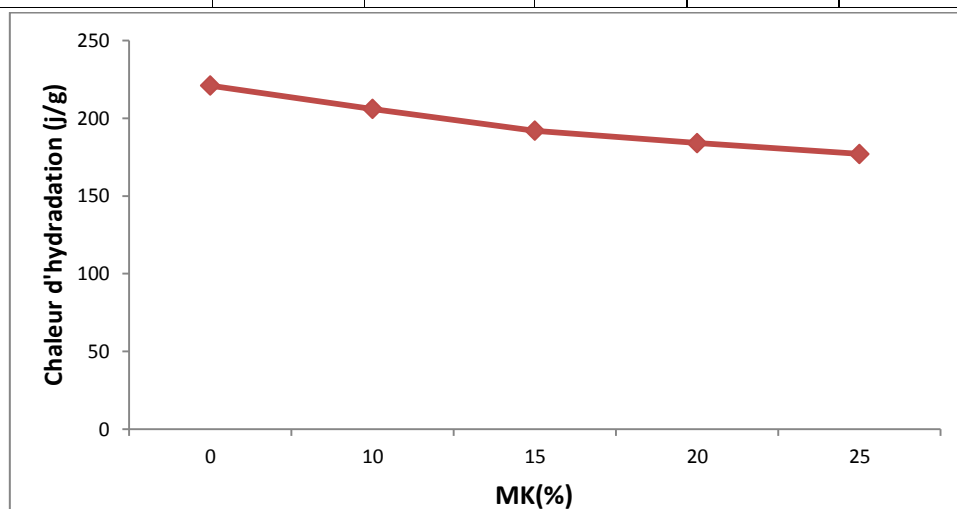
**Figure III.10** Variation de la surface spécifique du ciment en fonction de substitution

La figure III.10 montre que le rapport E /L augmente avec l'augmentation de la teneur en MK, ceci est dû à la finesse élevée du liant, car le MK utilisé dans cette étude est plus fin que le ciment.

### B. Effet du taux deMK sur la chaleur d'hydratation

**TableauIII.19** Effet du taux de MK sur la chaleur d'hydratation

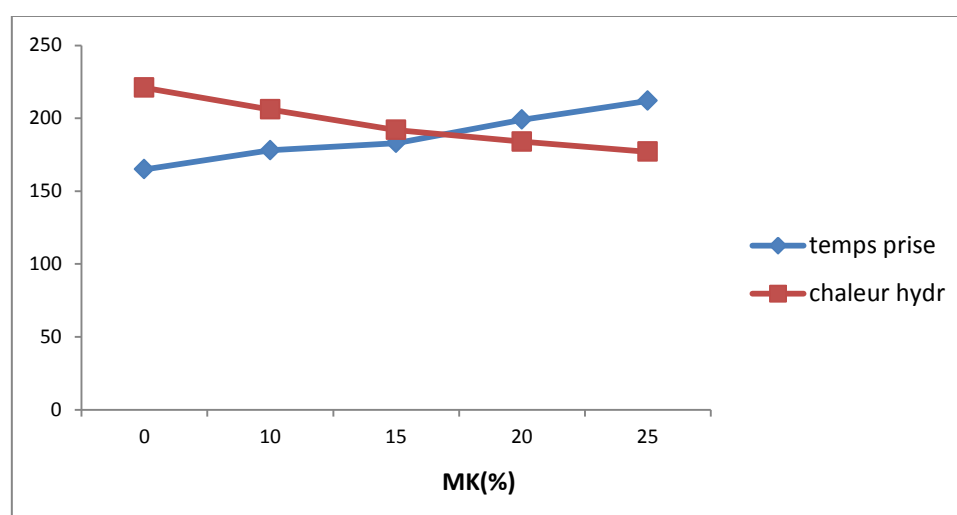
Type de ciment	C+MK 0%	C+MK 10%	C+MK 15%	C+MK 20%	C+MK 25%
Chaleur d'hydratation (j/g)	221	206	192	184	177



**Figure III.11** Effet du taux d'ajout du MK sur la chaleur d'hydratation

**Tableau III.20** Effet de la chaleur d'hydratation sur le temps de Prise

Liant	C+MK 0%	C+MK 10%	C+MK 15%	C+MK 20%	C+MK 25%
Chaleur d'hydratation (j/g)	221	206	192	184	177
Temps de prise (min)	165	178	183	199	212

**Figure III.12** Variation de la chaleur d'hydratation et le temps de prise en fonction du pourcentage de MK

On remarque que la chaleur d'hydratation diminue avec l'augmentation du taux du métakaolin et le temps de prise augmente.

La chaleur d'hydratation des ciments ne doit pas dépasser la valeur caractéristique de 270 j/g selon la norme (NA 442), donc tous les mortiers sont caractérisés par une faible chaleur d'hydratation.

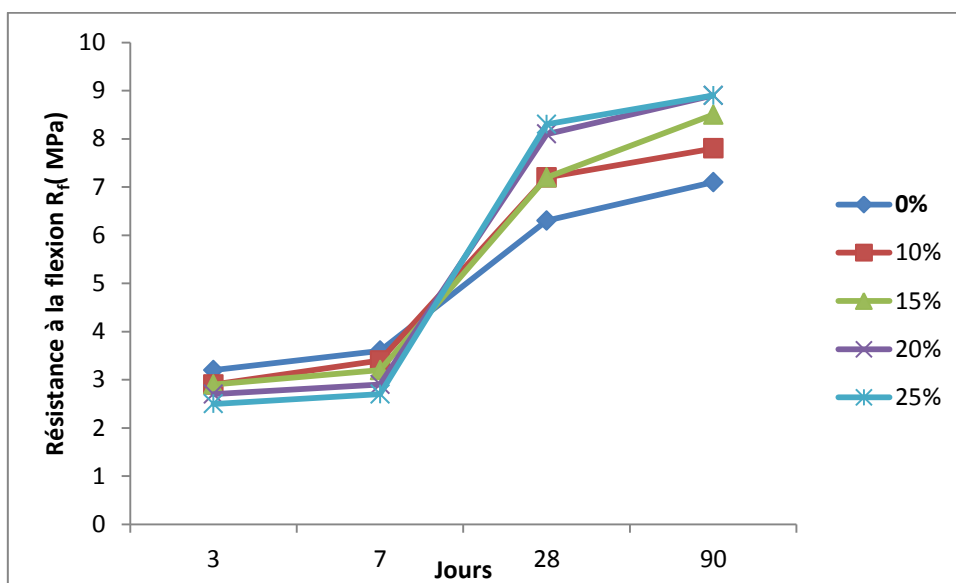
### III.2.6.2 Etude des mortiers à l'état durci

#### III.2.6.2.1 Résistance à la traction par flexion

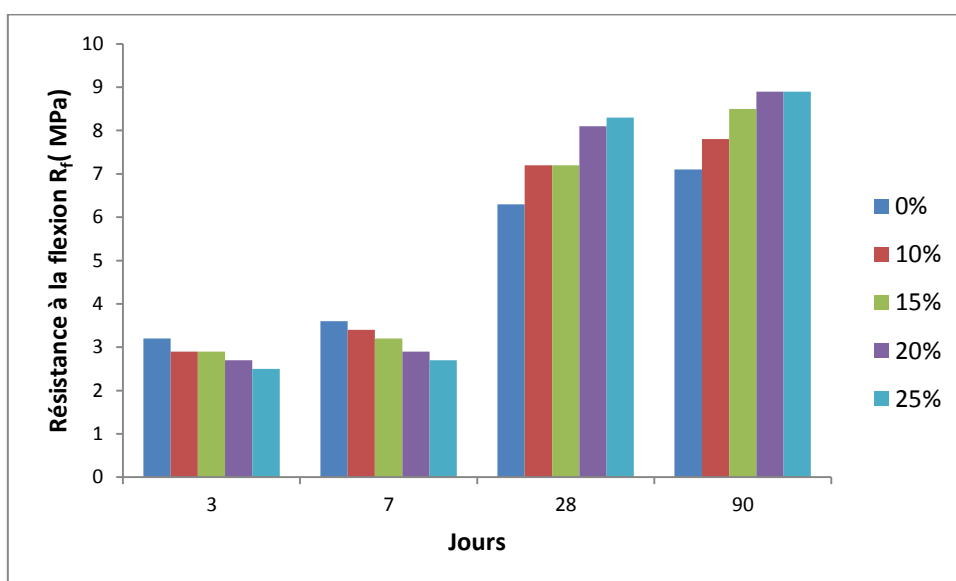
Le tableau III.21 présente les valeurs de la résistance à la traction par flexion à 3, 7, 28 et 90 jours pour les mortiers à métakaolin dont le pourcentage est de 0, 10, 15, 20 et 25.

**Tableau III.21** Valeurs de la résistance à la traction par flexion

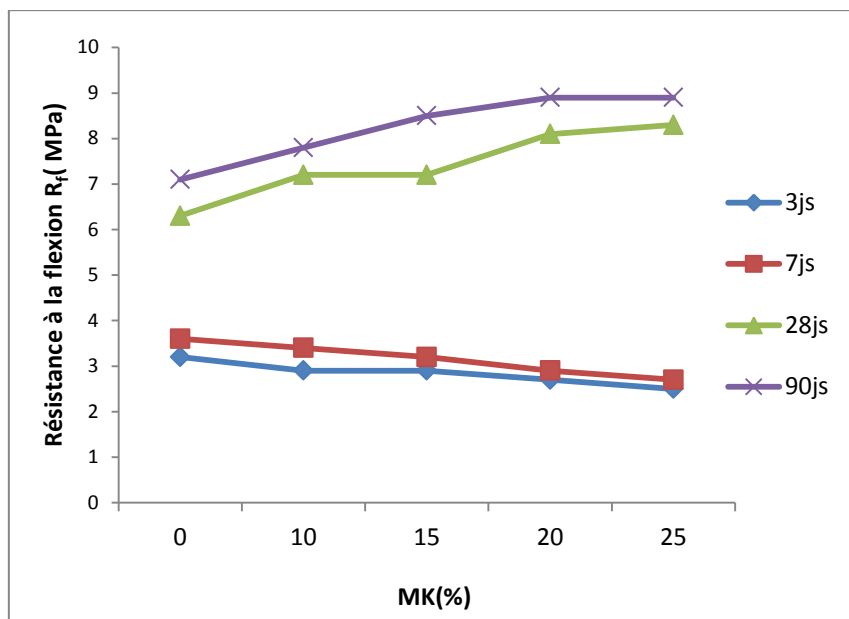
		Résistance à la flexion ( $R_f$ ) en MPa			
Jours		3	7	28	90
Métakaolin (%)	0	3,2	4,4	6,3	7,1
	10	2,9	3,4	7,2	7,8
	15	2,9	3,2	7,2	8,5
	20	2,7	3,	8,1	8,9
	25	2,5	3,6	8,3	8,9



**Figure III.13** Résistance à la traction par flexion des mortiers



**Figure III.14** Résistance à la traction par flexion des mortiers



**Figure III.15** Influence de la teneur du métakaolin sur la résistance à la traction des mortiers

D'après les résultats obtenus dans les figures III. 14 et III.19 on remarque que :

- La résistance à la flexion augmente en fonction de l'âge des mortiers quelle que soit la variation de pourcentage de métakaolin.
- Au jeune âge (3 et 7 jours), la meilleure résistance est obtenue par le mortier témoin (0% de métakaolin).
- A long terme (28 et 90 jours), la meilleure résistance est obtenue pour les mortiers incorporant des pourcentages de 10, 15, 20, et 25% de remplacement de ciment par du métakaolin.

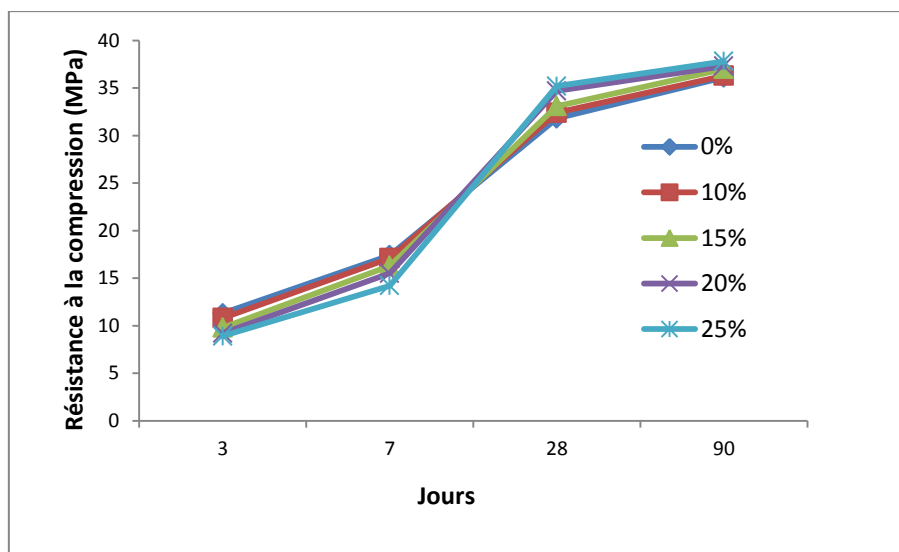
La figure III.6 montre que le MK joue un rôle très bénéfique sur le développement de la résistance à la traction pour des mortiers incorporant des pourcentages de 10, 15, 20 et 25% de remplacement de ciment par du métakaolin à 28 et 90 jours.

### III.2.6.2.2 Résistance à la compression

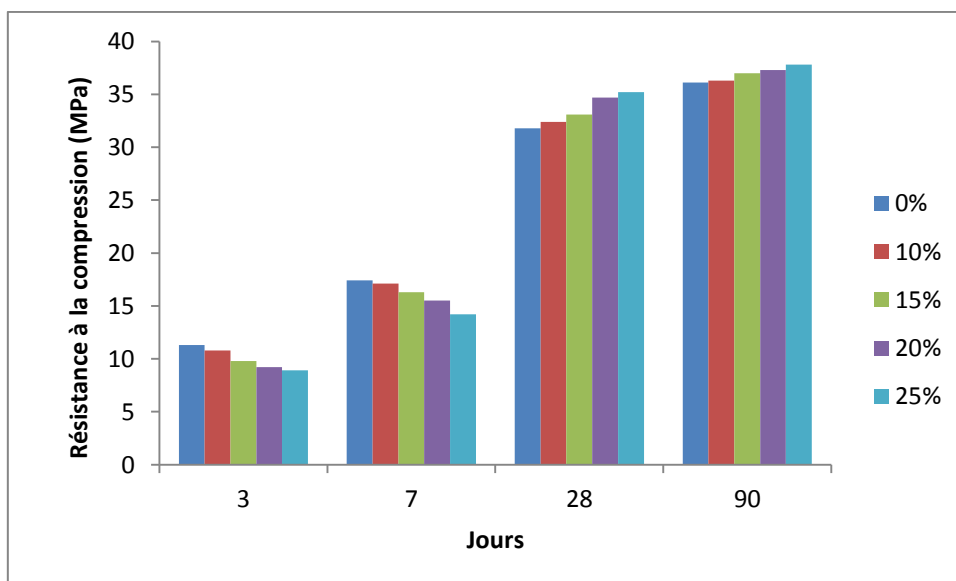
Le tableau III.22 présente les valeurs de la résistance à la compression à 3, 7, 28 et 90 jours pour les mortiers.

**Tableau III.22** Résistance à la compression (MPa)

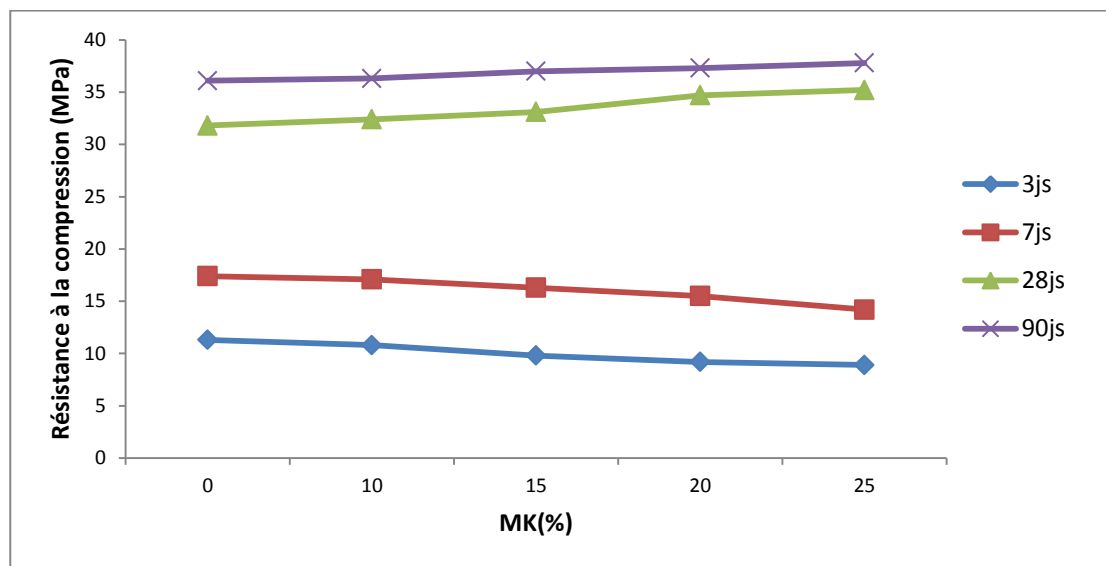
Jours Métakaolin(%)	Résistance à la compression (MPa)			
	3	7	28	90
0	11,3	17,4	31,8	36,1
10	10,8	17,1	32,4	36,3
15	9,8	16,3	33,1	37
20	9,2	15,5	34,7	37,3
25	8,9	14,2	35,2	37,8



**Figure III.16** Résistance à la compression des mortiers



**Figure III.17** Résistance à la compression des mortiers



**Figure III.18** Influence de la teneur en métakaolin sur la résistance à la compression des mortiers

D'après les figures III. 17 et III. 22 on remarque que :

- La résistance à la compression augmente en fonction de l'âge des mortiers quelle que soit la variation du pourcentage de métakaolin.
- Au jeune âge (3et 7 jours), la meilleure résistance est obtenue pour le mortier témoin (0% de métakaolin).
- A long terme (28et 90 jours), la meilleure résistance est obtenue par les mortiers incorporant des pourcentages de 25% de remplacement de ciment par du métakaolin.

La figure III.9 montre que le MK joue un rôle très positif sur le développement de la résistance à la compression pour des mortiers incorporant des pourcentages de 10, 15, 20, et 25% de remplacement de ciment par du métakaolin à 28et 90 jours.

- Le mortier à 10% de MK donne la résistance la plus élevée à court terme (3 et 7jours).
- Le mortier à 25% donne la résistance la plus élevée à long terme (28 et 90jours).
- Le métakaolin possède un effet pouzzolanique. La réaction pouzzolanique se produit par dissolution/précipitation entre la silice et l'alumine provenant de la dissolution du métakaolin, et l'hydroxyde de calcium CH issu de l'hydratation du ciment, engendrant la formation de C-S-H supplémentaires. La réaction pouzzolanique conduit ainsi à une densification de la matrice cimentaire [53]. Said-Mansour [42] Khatib et al. [34] ont montré que le MK augmente la résistance mécanique en compression des mortiers. A long terme, cette augmentation est d'autant plus visible que la réaction pouzzolanique s'est développée dans le

temps et a conduit à une densification de la matrice. La substitution du ciment par le MK semble posséder un optimum situé entre 10 et 30%. En effet, le grand nombre de modifications successives de la microstructure incorporant du MK, montre qu'il existe différentes valeurs optimales de substitution selon l'âge du matériau.

### III.2.6.2.3 Essai d'absorption d'eau par capillarité

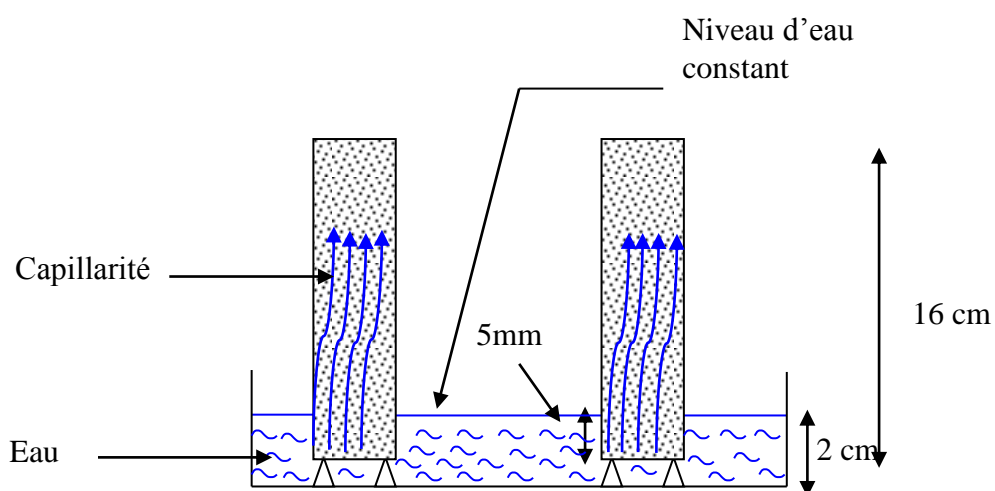
Le transfert d'eau dans un matériau poreux, dû à des tensions de surface liquide/solide/gaz dans les capillaires, est appelé absorption d'eau par capillarité. L'absorption capillaire dépend de la structure poreuse (porosité ouverte, taille et interconnexion des pores) et de l'état hydrique du matériau.

Dans cet essai, des éprouvettes de mortiers MK0%, MK10% et MK20% de  $(40 \times 40 \times 160) \text{ mm}^3$  sont préparés, après leur conditionnement dans une chambre humide (HR =70% et T = 20°C) pendant la période de maturation étudiée (28 jours).

Les phénomènes de transport, dont l'absorption d'eau par capillarité, s'avèrent être essentiels vis à vis de la durabilité des mortiers (ciment+métakaolin) compte tenu de leur rapport eau/liant élevé. La composition de ce genre de mortiers et du mode de leur cure sur le processus d'absorption d'eau peut influencer sur l'absorption de ces mortiers. Les mortiers à liant métakaolinique (ciment+métakaolin) absorbent une quantité d'eau plus ou moins importante selon l'incorporation des pourcentages de remplacement de ciment par du métakaolin (0, 10 et 20%).

L'essai d'absorption d'eau par capillarité est réalisé conformément à la norme NFP 10-502 [54]. Cet essai est effectué sur des éprouvettes de dimensions  $(40 \times 40 \times 160) \text{ mm}^3$ . Après leur conditionnement en chambre humide (HR =70% et T = 20°C) pendant la période de durcissement (28 jours), les éprouvettes sont séchées dans une étuve ventilée pendant deux jours à 50°C, jusqu'à masse constante.

On pose les éprouvettes sur leurs bases  $40 \times 40 \text{ mm}^2$ , en les séparant d'au moins 1 cm du fond du récipient et on maintenant le niveau d'eau constant. Les éprouvettes sont immergées dans l'eau à une profondeur de 5 mm. Les surfaces latérales des éprouvettes sont imperméabilisées à l'aide de deux couches de verni pour avoir un écoulement uni directionnel. La base inférieure et la base supérieure ne sont pas imperméabilisées pour permettre la montée de l'eau par capillarité et l'évacuation de l'air pendant l'essai. Les éprouvettes sont pesées à des intervalles de temps réguliers.

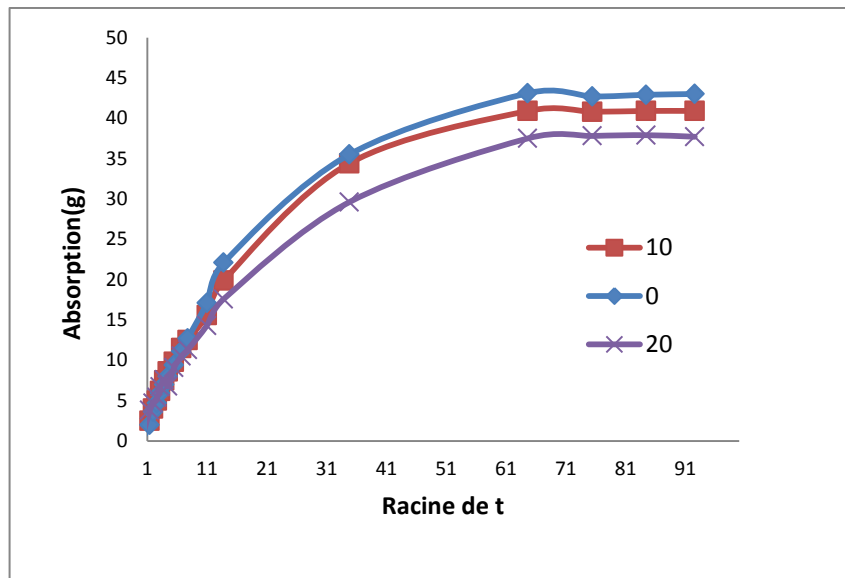


**Figure III.19** Absorption d'eau par capillarité

Les résultats des essais d'absorption par capillarité en fonction du temps pour les mortiers de métakaolin de pourcentage (0, 10, 20) sont donnés dans le tableau III.19.

**Tableau III.23** Absorption par capillarité des mortiers en fonction du temps

Métakaolin (%)	Absorption d'eau(g)		
	0	10	20
Temps (mn)			
0	0	0	0
2	2	2.5	3.8
4	3.6	4	4.7
7	4.7	5	5.4
10	5.9	6.2	6.7
15	7	7.5	7.6
20	8	8.6	6.8
30	9.4	9.8	9.1
45	11.1	11.5	10.5
60	12.7	12.5	11.3
120	17.1	15.6	14.3
190	22.1	19.9	17.6
1210	35.5	34.4	29.6
4180	43.1	40.9	37.5
5690	42.7	40.8	37.8
7130	42.9	40.9	37.9
8570	43	40.9	37.7



**Figure III.20** Absorption par capillarité en fonction du temps des mortiers de métakaolin.

La figure III.20 montre que l'absorption capillaire évolue très rapidement au jeune âge, puis elle tend à se stabiliser quelle que soit la variation du pourcentage du MK, pour une durée d'immersion supérieure à 4180 minutes (03 jours) environ.

-Le mortier témoin (0% MK) donne une grande absorption capillaire par rapport aux autres mortiers (10 et 20 % MK).

- L'absorption d'eau diminue avec l'augmentation du dosage en métakaolin.

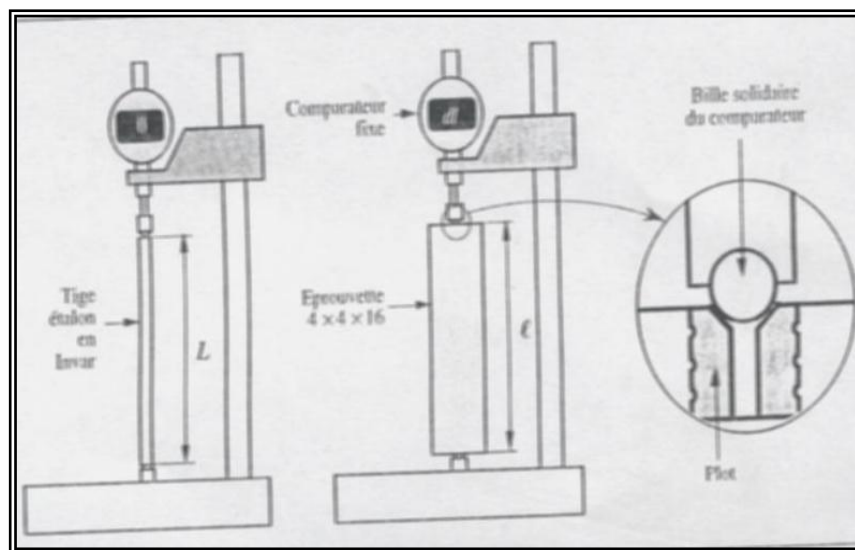
La diminution de la quantité d'eau absorbée avec l'ajout du métakaolin peut être expliquée par la structure des pores, plus raffinée (une structure de pores plus fine).

#### III.2.6.2.4 Retrait

L'étude de l'évolution de la variation de longueur des mortiers et des bétons est un moyen nécessaire qui permet de prévoir le comportement de ces matériaux vis-à-vis des conditions climatiques, car la durabilité de ces matériaux est compromise lorsque le matériau de construction de base a tendance à rétrécir au jeune âge. Si la variation relative de dimension est très grande, la durabilité par conséquent est affectée et on doit établir de nouvelles formulations afin d'optimiser le comportement du matériau vis-à-vis de l'apparition de fissures à cause du retrait, qui par conséquent, facilite la pénétration des agents agressifs à travers ces fissures.

Au cours du séchage, les mortiers diminuent de volume. Une grande partie de cette diminution est due à la perte d'eau de gâchage lors du séchage. Ce phénomène est appelé retrait. Le retrait ne dépend pas seulement des conditions de conservation (humidité, température), il dépend aussi des constituants du mortier, par exemple l'augmentation du dosage de ciment augmente le retrait du mortier.

Les mesures de retrait ont été effectuées sur des éprouvettes prismatiques de dimensions (40x40x160) mm<sup>3</sup> selon la norme NFP 15-433 [55]. On mesure la valeur du retrait avec un rétractomètre muni d'un comparateur digital (Figure III.21).



**Figure III.21** Appareillage de mesure du retrait

Cette étude est basée sur les résultats donnés par l'essai de retrait sur des éprouvettes de pourcentage 0,10 et 20% de métakaolin à l'air libre.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III.24 Retrait des mortiers

Jours		Métakaolin (%)				
		1	3	7	21	28
0	$\Delta L$ (mm)	0	1,92	3,68	4,49	4,51
	$\Delta L/L$	0	1,185	2,271	2,771	2,783
10	$\Delta L$	0	1,84	3,66	4,48	4,53
	$\Delta L/L$	0	0,929	1,848	2,262	2,287
20	$\Delta L$ (mm)	0	1,82	3,8	4,61	4,71
	$\Delta L/L$	0	0,758	1,583	1,92	1,962

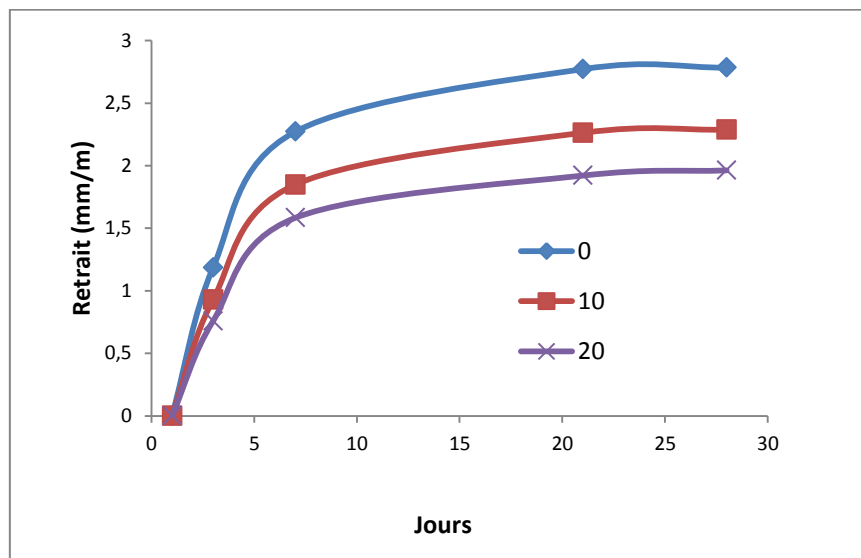


Figure III.22 Variation de retrait des mortiers en fonction de temps

D'après la figure III.22 on remarque que :

- Le retrait croît avec l'âge du mortier quel que soit le pourcentage de MK ;
- Le mortier à 20% de MK engendre le retrait le plus faible ;
- Le mortier témoin (0% de MK) engendre un retrait plus élevé.

### III.3 Conclusions

Dans cette étude on a montré l'importance de l'incorporation du métakaolin dans le mortier.

- Les mortiers subissent une perte de maniabilité suite à l'incorporation du métakaolin d'où la nécessité d'augmenter le rapport E/L.
- Le MK joue un rôle très positif sur le développement de la résistance à la traction pour des mortiers incorporant des pourcentages de 10, 15, 20 et 25% de remplacement de ciment par du métakaolin à 28 et 90 jours.
- Le MK joue un rôle très bénéfique sur le développement de la résistance à la compression pour des mortiers incorporant des pourcentages de 10, 15, 20, et 25% de remplacement de ciment par du métakaolin à 28 et 90 jours.
- L'incorporation du métakaolin dans le ciment des mortiers donne une faible absorption d'eau.
- L'incorporation du métakaolin dans le ciment des mortiers donne un faible retrait.

## CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

L'incorporation des additions minérales dans une matrice cimentaire nécessite une connaissance préalable de la réaction de ces additions dans un tel milieu.

Dans cette étude nous avons traité essentiellement le comportement des mortiers à base de liants constitués de différents taux de substitution de ciment par le métakaolin (MK) à l'état frais, voire la demande en eau et la maniabilité. Les propriétés physico-mécaniques, telles que les résistances à la flexion et à la compression, l'absorption d'eau et le retrait des mortiers durcis ont été également étudiés.

Les analyses effectuées révèlent que le métakaolin utilisé dans ces essais est riche en métakaolinite de phase amorphe.

Cinq compositions de mortiers ont été confectionnées avec des liants binaires combinant des teneurs variables de MK, substitués avec un ciment Portland ordinaire. Les pourcentages de substitution sont de 0, 10, 15, 20 et 25%.

Les résultats obtenus lors de cette étude, nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'augmentation de la teneur en MK ainsi que l'augmentation de la surface spécifique de cet ajout engendrent une augmentation du rapport eau/liant (E/L) et par conséquent une augmentation de la maniabilité des mortiers frais.

- Le métakaolin fait diminuer la résistance mécanique au jeune âge entre 3 et 7 jours. À la traction, dans le mortier témoin d'une valeur 4,4 Mpa au 7<sup>ème</sup> jour, Dans le mortier du 25% de MK à la traction d'une valeur 3,6 Mpa aux 7<sup>ème</sup> jour, à la compression, dans le mortier témoin d'une valeur 17,4 Mpa aux 7<sup>ème</sup> jour, Dans le mortier du 25% de MK à la traction d'une valeur 14,2 Mpa aux 7<sup>ème</sup> jour.

Les résultats ont montré que l'introduction du MK joue un rôle bénéfique dans l'amélioration des résistances mécaniques, à moyen et à long terme. Les mortiers avec des teneurs élevées en MK donnent des résistances supérieures à celles des autres

mortiers moins riches en MK. Le taux de substitution de 25% donne les meilleures résistances à la traction d'une valeur 8,9 Mpa et à la compression d'une valeur 37,9 Mpa à long terme (90 jours).

- L'influence du métakaolin sur l'absorption d'eau par capillarité est bénéfique quel que soit le taux de substitution (10 et 20%). Cependant le taux de 20% de MK donne la plus faible absorption, une masse absorbée de 37.7g par rapport au mortier de référence (0% de MK) une masse absorbée de 43g.

- L'influence du métakaolin sur le retrait est positive, quel que soit le taux de substitution (10 et 20%). Cependant le taux de 20% de MK donne le plus faible retrait d'une valeur de 1,962mm/m par rapport au mortier de référence (0% MK) d'une valeur de 4,51 mm/m.

## **RECOMMANDATIONS ET PERSPECTIVES**

Suite aux conclusions rapportées dans cette étude, les recommandations suivantes sont données pour servir d'orientations, éventuellement à de futures recherches :

- L'utilisation de superplastifiant pour fixer le rapport E/L donne un bon résultat du comportement mécanique probablement.

- L'élévation du pourcentage de substitution du ciment par le MK (30-50%).

- Etude microstructurale au MEB, Infrarouge et DRX.

- Effet de la conservation des mortiers contenant le métakaolin algérien dans différents environnements de cure simulant les différents environnements des différentes régions de notre pays (climat chaud et sec, ...).

- Effet du type et de la durée de cure sur les propriétés des mortiers et bétons contenant le métakaolin algérien.

- [1] Dreux, G ; Festa, J « Nouveau guide de béton et de ces constituants» Edition Eyrolle 1998
- [2] Dupain, R ; Lanchon, R et Saint-Arroman, J.C « Granulat. sols, ciments, et béton » Editeur Casteilla 2009.
- [3]- L. PLISKIN : « La fabrication du ciment » - Edition Eyrolles – 217p- Paris1993.
- [4]- M. Regourd, H. Hornain, « Applications de la microscopie électronique à balayage » Revue des matériaux de construction, 693 : 73–87- 1975.
- [5]-E. Guillon, « Durabilité des matériaux cimentaires –Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles », thèse de doctorat, ENS Cachan/ CNRS/ Université Paris 6, France-2004.
- [6]-Y. Older , « Hydration, setting and hardening of Portland cement », dans Lea's - Chemistry of Cement and Concrete, chap.6, Arnold, 4th éd- 1998.
- [7 ]Gniewek J.,Réactivité des montmorillonites calcinées. Utilisation dans le génie civil, Thèse de L'Institut national des Sciences Appliquées de Lyon, Génie, 1987, 184p
- [8 ] Brindley G.W., Nakahira M., Patterson J.H., Kinetics and mechanism of dehydroxylation processes, American mineralogy, 1967 , vol. 52, p201-211
- [9] Samet B. and al, Use of a kaolinitic clay as a pozzolanic material for cements Formulation of blended cement, Cement and Concrete composite, vol.29, 207, p741-749
- [10] Bich C., Contribution à l'étude de l'activité thermique du kaolin: evaluation de la structure cristallographique et activité pouzzolanique, thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Genie Civil, 2005, 264p
- [11] Cassagnabère F., Produit préfabriqués en béton file; vers l'amélioration des performances du matériau pour mieux gérer le procédé de production, Thèse de l'Université deToulouse III, génie civil, 2007, 280p

- [12] Papeli C., Um W., Russell C.E. and Chapman J.B., Measuring the specific surface area of natural and manmade glasses: effects of formation process, morphology, and particle size, *Colloids and Surfaces A, Physicochemical and Engineering Aspects*, 2003, vol.0215, 1-3, 221-239
- [13] J.R Martinez, s. Palomares-Sanchez, G. Ortega-Zarzora, Facundo Ruiz and Yuri Chumakov, Rieveld refinement of amorphous SiO<sub>2</sub> prepared via sol-gel method, *Material letter*, 2006, vol.50, 29-30, p3526-3529.
- [14] Cyr M, Husson B. et Carles-Girbergues A, X-ray diffraction analysis of the amorphous-phase content of certain mineral materials, *Journal de physique*, 2000, Vol.VI8, p23-30.
- [15] Cyr M., Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires, Thèse de l'institut National des Sciences Appliquées de Toulouse et de l'Université de Sherbrooke, 1999, 283p
- [16] Cabrera J. and Rojas M.F, "Mechanism of hydration of metakaolin-lime-water system" *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 4, 2000, pp.177-182.
- [17] Rojas M.F. Cabrera J, "Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and water- blended cement systems at 20°C", *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 4, 2001 pp.519-527.
- [18] Jones T., "Metakaolin as a pozzolanic addition to concrete", dans J. Bensted P. Barnes, (éditeur), *Structure and performance of cement*, Londres : Spon press, 2002, pp. 372-398.
- [19] Mindess S, Young F.J. and Darwin, D, *Concrete*, "Influence of Metakaolin Surface Area on Properties of Cement-Based Materials", *Cement and Concrete Research Volume 19*, 2007
- [20] Wild S., Khatib J.M. and Jones A., "Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete", *Cement and Concrete Research*, Vol. 26, N° 10, 1996, pp. 1537-1544.
- [21] Poon C.S, Lam L., Ko, S.C, Wong Y.L. and Wong, R., "Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes", *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 9, 2001, pp. 1301-1306.

[22] Oshawa S., Asaga K., Goto S. and Daimon, M., “Quantitative determination of fly ash in the hydrated fly ash-CaSO<sub>4</sub>-Ca(OH)<sub>2</sub> system”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, N° 2, 1985, pp. 357-366.

[23] Li S, Roy D.M. and Kumer A, “Quantitative determination of pozzolanas in hydrated system of cement or Ca(OH)<sub>2</sub> with fly ash or silica fume”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 15, N° 6, 1985, pp. 1079-1086.

[24] Murat M. and Bachiorrini A, «Corrélation entre l'état d'amorphisme et l'hydraulicité du MK ». *Bulletin Minéral*, N° 105, 1982, pp. 543-555.

[25] Andriolo F.R. and Sgaraboza B.C, “Proceeding of the 7th International Conference of AAR”, Grattan Bellow (éditeur), 1985, pp. 66-70.

[26] Lima Souza P.S. and Dal Molin D.C.C, “Viability of using calcined clays, from industrial byproducts, as pozzolans of high reactivity”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, 2005, pp. 1993-1998.

[27] Batis G, Pantazopoulou P, Tsivilis S. and Badogiannis E, “The effects of MK on the corrosion behavior of cement mortars”, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 27, 2005, pp. 125-130.

[28] Wu Z. and Young J.F, “The hydration of tricalcium silicate in the presence of colloidal silica”, *Journal of Materials Sciences*, Vol. 19, 1984, pp. 3477-3486.

[29] Khatib, J.M. and Clay, R.M., “Absorption characteristics of metakaolin concrete”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 34, N° 1, 2004, pp. 19-29.

[30] Qian X.Q. and Li Z.J., “The relationships between stress and strain for high performance concrete with metakaolin”, *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 11, 2001, pp. 1607-1611.

[31] Ding J.T. and Li Z.J., “Effects of metakaolin and silica fume on properties of concrete”, *ACI Materials Journal*, Vol. 99, N° 4, 2002, pp. 393-398.

[32] Cabrera J. and Rojas M.F, “Mechanism of hydration of metakaolin-lime-water system” *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, N° 4, 2000, pp.177-182.

[33] Courard L. Darimont A. Schouterden M. Ferauche F. Willem X. Degeimbre « Durability of mortar modified with metakaolin » *Cement and Concrete Research*, vol 33, N°9, 2003, pp 1473-1479.

[34] Khatib J.M, Sabir S. and Wild S, “Some properties of MK paste and mortar”, *Concrete for environmental enhancement and Protection*, Ed. Dhir R.K. and Dyer T.D. Spon Press, Londres, 1996.

[18] Badogiannis E, Tsivilis S., Papadakis V.G. and Chaniotakis E, “The effects of MK on

concrete properties”, Proceeding of Dundee Conference, 2002, pp. 81-89.

[35] Rachel J. and Mehta P.K., “Chemical and physical effects of silica fume on the mechanical behavior of concrete”, Cement and Concrete Research, Vol. 26, 1996, pp. 611622.

[36] Naiqian F., “The properties of zeolite mineral admixture concrete”, Mineral Admixture in Cement and Concrete, ABI Book Private Limited, 1993, pp. 396- 447.

[37] Mindess S, Young F.J. and Darwin, D, Concrete, “Influence of Metakaolin Surface Area on Properties of Cement-Based Materials”, Cement and Concrete Research Volume 19, 2007

[38] Wild S., Khatib J.M. and Jones A., “Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete”, Cement and Concrete Research, Vol. 26, N° 10, 1996, pp. 1537-1544.

[39] Brooks, J.J; Megat Johari, M.A; Mazloom, M; “Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete”. Cement and Concrete Composite, Volume 22, Number 4, 2000 , pp. 293-301(9)

[40] Badogiannis E. Kakali G., Dimopoulou G, Chaniotakis E., Tsivilis S., “Metakaolin as a main cement constituent” Exploitation of poor Greek kaolins, volume 27, Issue 2, February 2005, pp 197-203

[41] Brooks J.J. Megat Johari M.A. « Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete», volume 23, issue 6, decembre 2001, pp 495-502

[42] Said Mansour, M « Influence du MK sur le comportement rhéologique et mécanique des bétons a haute performance » Thèse de Doctorat, Mise en cotutelle entre l’université de Blida et l’université de Cergy Pontoise (France), 2010.

[43] Khatib J.M. Sabir S. Wild S. « Some properties of MK paste and mortar » Concrete for environmental enhancement and Protection, Ed. Dhir R.K. and Dyer T.D. Spon Press, Londres, 1996.

[44] Bich C. « Contribution à l’étude de l’activation thermique du kaolin: Evolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique » Thèse de doctorat INSA de Lyon, 2005.

[45] Brooks J.J. and Johari M.A.M., “Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete”, Cement and Concrete Composites, 23, N° 6, 2001.

[46] Hermida, G. « Influence du volume de pâte et de la concentration en ciment sur la performance du béton », vers le développement d’un béton à contenu minimal en pâte 2008.

[47]-NORME FRANCAISE AFNOR NF P18-555 ,«Granulats : mesures des masses volumiques, coefficient d’absorption et teneur en eau des sables», Paris,1990.

[48]-NORME FRANCAISE AFNOR NF P18-560, «Granulats :Analyse granulométrique par tamisage», Paris,1990

[49] NORME FRANCAISE AFNOR NF EN18-452,(Béton essai d'affaissement ), Paris,1981.

[50]-EN- 196-1 «Ciment, essais mécanique/ compression et flexion»,paris 1994

[51]- **ABBANI Said.** «Caractérisation et durabilité des bétons renforcés de fibres végétales de palmier dattiers».2003.Mémoire de magister, Université d'Ouargla.

[52] **MADANI BEDERINA THESE DOCTORAT** , Caractérisation physique et mécaniques des bétons de sable à base des déchets de bois ,Université de Laghouat , 2007 , Page 47 .

[53] Fernandez R., Martirena F. and Scrivener K. L. “The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite”, Cement and Concrete Research. Volume 41, Issue 1, pp 113-122, January 2011.

[54] NORME FRANCAISE AFNOR NFP 10-502 (essai de capillarité) AFNOR paris 1989.

[55] NORME FRANCAISE AFNOR NFP 10-502 (essai de retrait) AFNOR, Paris 1981