

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Mohamed Boudiaf - M'sila

Faculté de technologie

Domaine : ST

Département de GENIE CIVIL

Filière : GENIE CIVIL

N° :

Option : Matériaux



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de MASTER Académique

Par : Lahreche maroua

Intitulé

***Comportement rhéologique et mécanique
des mortiers
à base de métakaolin***

Soutenu le : 17-06-2018

Soutenu devant le jury composé par :

Mahammedi Abdelkrime

Université de M'sila

Président

RAHMOUNI Zine El Abidine

Université de M'sila

Encadreur

TEBBAL Nadia

Université de M'sila

Co-Encadreur

Maza Mekki

Université de M'sila

Examineur

Belouadah Messaouda

Université de M'sila

Examineur

Année universitaire: 2017/2018.

Remerciement

Nos remerciements à notre créateur (DIEU) pour nous avoir donné de la force à accomplir ce travail.

*Je voudrais aussi que mes encadrateurs Monsieur **RAHMOUNI Zine EL Abidine** et Melle **TEBBAL Nadia**, trouvent ici mes meilleures salutations et ma reconnaissance pour leur soutien, conseils et remarques importantes qui m'a permis d'achever ce travail.*

J'adresse mes sincères remerciements à tous mes proches et amies qui nous m'ont toujours soutenues et encouragées au cours de la réalisation de ce mémoire.

Je réserve enfin le meilleur remerciement à ma mère, qui m'a bien sur beaucoup aidé mais surtout qui m'a supporté et soutenu dans les moments difficiles.

Mes pensées vont également à toute ma famille et particulièrement à mon père pour leur soutien et leur encouragement permanent.

DEDICACE

*Je dédie ce modeste travail à ma chère mère,
à mon cher père*

Pour le professeur RAHMOUNI Zine El Abidine

Pour Docteur Tebbal Nadia

Pour mes petites Rokaya et Anas

Pour ma famille

Pour mes amis

Toutes mes connaissances

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : Revue bibliographique

Partie I : Comportement rhéologique du mortier.

Introduction.....	3
I-1 Composition du mortier.....	3
I-1-1 Le liant.....	3
I-1-2 Le sable.....	4
I-1-3 L'eau de gâchage.....	4
I-1-4 Les adjuvants.....	4
I-2 Les différents types de mortiers.....	4
I-2-1 Les mortiers de ciment.....	4
I-2-2 Les mortiers de chaux.....	5
I-2-3 Les mortiers bâtards.....	5
I-2-4 Les mortiers fabriqués sur chantier.....	5
I-2-5 Le mortier industriel.....	5
I-2 Classification des mortiers.....	6
I-2 -1 Classification générale des mortiers.....	6
I-3 Caractéristiques principales des mortiers.....	7
I-4 La norme EN 196-1.....	7
I-5 La rhéologie de mortier.....	7
I-5-1 Définition de la rhéologie.....	7
I-5-2 Détermination des propriétés rhéologiques des mortiers.....	7
I-6 Comportement mécanique du mortier.....	9
I-6-1 La résistance a la compression.....	9
I-6-2 La résistance a la flexion.....	10
Conclusion.....	10

Partie II : Les fillers

Introduction.....	11
I-1 Types de fillers.....	11
I-1 -1 Laitiers de hauts fourneaux.....	11
I-1-2 Les cendres volantes.....	12
I-1-3 Les fumées de silice.....	12
I-1-4 Les pouzzolanes naturelles.....	12
I-1-4 Les fillers calcaires.....	13
I-1-4 Les argiles calcinées.....	13
I-2 Les fonctions des fillers.....	14
I-2-1 Dans les ciments.....	14
I-2-2 Dans les bétons.....	14
I-3 Le métakaolin.....	15
I-3-1 Définition de métakaolin.....	15
I-3-2 Définition de kaolin.....	15
I-3-3 Méthodes d'obtention du métakaolin.....	16
I-3-4 Normalisation de métakaolin (selon NF P18-513).....	16
I-3-5 Traitement thermique du kaolin.....	17
I-3-6 Caractéristiques physique, chimique et minéralogique du métakaolin.....	17
I-3-7 Observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	18
I-3-8 Influence du MK sur la maniabilité du mortier.....	18
I-3-9 Influence du MK sur l'ouvrabilité du béton.....	19
I-3-10 Structure chimique.....	20
Conclusion.....	21

Partie III : La calcination du kaolin

Introduction.....	22
-------------------	----

I-1 Qu'est-ce qu'une calcination ?.....	22
I-2 Les types de calcinations.....	22
I-2-1 La calcination flash.....	22
I-2-2 La calcination lente.....	23
I-3 Les fours existants.....	24
I-3-1 Les fours flash.....	24
I-3-2 Les fours traditionnels.....	25
I-3-2-1 Les fours à vis.....	25
I-3-2-2 Les fours rotatifs.....	25
I-3-2-3 Les fours à lit fluidisé.....	26
I-3-2-4 Les fours à multi-foyers ou fours à étages.....	26
Conclusion.....	27

CHAPITRE II : Caractéristiques des matériaux utilisés

Introduction.....	28
II-1 Matériaux et matériel utilisé.....	28
II-1-1 Matériaux utilisés.....	28
II-1-2 Matériel utilisé.....	30
II-2 La formulation.....	32
II-3 Les essais.....	33
II-3-1 Caractéristiques physiques du sable concassé.....	33
II-3-1-1 La masse volumique.....	33
II-3-1-1-1 La Masse spécifique (absolue) du sable NF P18- 555.....	33
II-3-1-1-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554.....	34
II-3-1-2 Equivalant du sable : NF-18-598.....	34
II-3-1-3 Analyse granulométrique : [NF P 18-304].....	35
II-3-2 Caractéristiques physiques du sable de Djamaa.....	35

II-3-2-1 La Masse spécifique (absolue) du Sable NF P18- 555.....	35
II-3-2-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554.....	36
II-3-2-3 Equivalant du sable : NF-18-598.....	36
II-3-2- 4 Analyse granulométrique : [NF P 18-304].....	37
II-3-3 Caractéristiques physiques du sable mixte.....	37
II-3-3-1 La Masse spécifique (absolue) du Sable NF P18- 555.....	37
II-3-3-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554.....	38
II-3-3-3 Equivalant du sable : NF-18-598.....	38
II-3-3- 4 Analyse granulométrique : [NF P 18-304].....	39
II-3- 4 L'affaissement.....	40
II-3-5 La porosité.....	40
II-3- 6 La consistance, début et fin de prise.....	41
<u>CHAPITRE III</u> : Résultats et interprétation.....	43
III- 4 Comportement mécanique du mortier à base de métakaolin.....	43
III- 4-1 Résistance à la compression.....	43
III- 4-2 Résistance à la flexion.....	48
III- 5 L'interprétation des résultats.....	55
III-5-1 La résistance mécanique à la compression.....	55
III-5-2 La résistance mécanique à la flexion.....	55
Conclusion.....	56
CONCLUSION GENERALE.....	58

Liste des figures

N° de Figures	Intitulé	N° de page
Figure I.1	Analyse des résultats du test d'arrachement	8
Figure I.2	Appareil de compression	9
Figure I.3	Appareil de flexion	10
Figure I.4	Laitiers de hauts fourneaux.	11
Figure I.5	Cendres volantes.	12
Figure I.6	Les fumées de silice	12
Figure I.7	Les pouzzolanes naturelles	13
Figure I.8	Les fillers calcaires	13
Figure I.9	Les argiles calcinées	14
Figure I.10	Poudre de métakaolin	15
Figure I.11	Roche de kaolin	16
Figure I.12	Transformation du kaolin en métakaolin [29][30]	17
Figure I.13	Structure du Métakaolin sous le M.E.B	18
Figure I.14	Influence de la teneur en MK sur la demande en superplastifiant des mortiers.	19
Figure I.15	Influence de la teneur en MK sur la demande en superplastifiant pour les bétons	19
Figure I.16	Structure du métakaolin	20
Figure I.17	Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite	21
Figure I.18	Température four flash en fonction du temps	23
Figure I.19	Four « Exeter » de l'université	25
Figure II.20	Ciment CRS	28
Figure II.21	Sable de (djamaa)	28

Figure II. 22	Sable concassé	29
Figure II.23	Superplastifiant	29
Figure II.24	Roche du kaolin	29
Figure II.25	Malaxeur du mortier	30
Figure II.26	Four	30
Figure II.27	Table vibrante	30
Figure II.28	Balance	30
Figure II.29	Moule prismatique (4*4*16)	30
Figure II.30	Moule cubique (10*10*10)	30
Figure II.31	Appareille d'ébullition	31
Figure II.32	Agitateur, les tubes	31
Figure II.33	Appareille de Vicat	31
Figure II.34	Les tamis	31
Figure II.35	Appareille de flexion	31
Figure II.36	Appareille de compression	32
Figure II.37	Cône d'Abrams du mortier.	32
Figure II.38	Courbe d'analyse granulométrique du sable (concasse, de dune, mixte).	40
Figure II.39	Cône d'affaissement du mortier.	40
Figure II.40	Les résultats de la porosité.	41
Figure II.41	Début de prise	42
Figure II.42	Fin de prise.	42
Figure II.43	Diagramme de prise du mortier.	43
Figure III.44	Résistance à la compression des éprouvettes témoins.	44
Figure III.45	Résistance à la compression des éprouvettes à temps de calcination 450°.	45

Figure III.46	Résistance à la compression des éprouvettes à temps de calcination 550°.	45
Figure III.47	Résistance à la compression des éprouvettes à temps de calcination 650°.	46
Figure III.48	Résistance à la compression des éprouvettes à temps de calcination 750°.	46
Figure III.49	Résistance à la compression des éprouvettes à temps de calcination 850°.	47
Figure III.50	La résistance à la compression des éprouvettes à température de calcination 650° + superplastifiant.	47
Figure III.51	La résistance à la compression des éprouvettes à température de calcination 750° + superplastifiant.	48
Figure III.52	La résistance à la compression des éprouvettes à température de calcination 850° + superplastifiant.	48
Figure III.53	Résistance à la flexion des éprouvettes témoins.	49
Figure III.54	Résistance à la flexion des éprouvettes à temps de calcination 450°.	49
Figure III.55	Résistance à la flexion des éprouvettes à temps de calcination 550°.	50
Figure III.56	Résistance à la flexion des éprouvettes à temps de calcination 650°.	50
Figure III.57	Résistance à la flexion des éprouvettes à temps de calcination 750°.	51
Figure III.58	Résistance à la flexion des éprouvettes à temps de calcination 850°.	51
Figure III.59	La résistance à la flexion des éprouvettes à température de calcination 650° + superplastifiant.	52
Figure III.60	La résistance à la flexion des éprouvettes à température de calcination 750° + superplastifiant.	52
Figure III.61	La résistance à la flexion des éprouvettes à température de calcination 850° + superplastifiant.	53
Figure III.62	Résistance à la compression de toutes les éprouvettes sans superplastifiant.	53
Figure III.63	Résistance à la flexion de toutes les éprouvettes sans superplastifiant.	54
Figure III.64	Résistance à la compression de toutes les éprouvettes avec superplastifiant.	54
Figure III.65	Résistance à la flexion de toutes les éprouvettes avec Superplastifiant.	55
Figure III.66	Résistance à la compression et le temps de prise en fonction du temps de calcination.	55
Figure III.67	Résistance à la compression et la porosité en fonction de temps de calcination.	55

LISTE DES TABLEAUX

N° de Tableau	Intitulé	N° de page
Tableau I.1	Caractéristiques physique du Métakaolin	17
Tableau I.2	Analyse chimique du Métakaolin.	18
Tableau II.3	Opérations de malaxage.	32
Tableau II.4	La température et le temps de la calcination.	33
Tableau II.5	Température et temps de la calcination	33
Tableau II.6	Masse volumique absolue du sable de concassé	34
Tableau II.7	Masse volumique apparente du sable concassé à l'état lâche.	34
Tableau II.8	Masse volumique apparente du sable concassé à l'état compact.	34
Tableau II.9	Equivalent du sable concassé.	35
Tableau II.10	L'analyse granulométrique du sable concassé.	35
Tableau II.11	Masse volumique absolue du sable de Djamaa	36
Tableau II.12	Masse volumique apparente du sable de Djamaa à l'état lâche.	36
Tableau II.13	Masse volumique apparente du sable de Djamaa à l'état compact.	36
Tableau II.14	Equivalent du sable de Djamaa.	37
Tableau II.15	L'analyse granulométrique du sable de Djamaa.	37
Tableau II.16	Masse volumique absolue du sable mixte.	38
Tableau II.17	Masse volumique apparente du sable mixte à l'état lâche.	38
Tableau II.18	Masse volumique apparente du sable mixte à l'état compact.	38
Tableau II.19	Equivalent du sable mixte.	39
Tableau II.20	L'analyse granulométrique du sable mixte.	39

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تثمين رقائق الكاولين المكلسن كاضافة لمواد البناء المستعملة كتعويض جزئي في الاسمنت . الهدف الرئيسي ايضا من هذه الدراسة يكمن في تشكيل وتقييم مدي فعالية واداء المتاكاولين في الملاط. ان تحضير مادة المتاكاوليين ناتجة من كلسنة الكاولين في درجة حرارة تصل الي 800 درجة مئوية خلال مدة 3 ساعات. الدراسة هذه ارفقت نتائجها التحليلية مقارنة بالملاط الشاهد بدون اضافات .

النتائج المتحصل عليها اثبتت بان تعويض جزء من الاسمنت 10 بالمئة في تشكيل الملاط ساهم في رفع من المقاومة الميكانيكية للضغط والشد علي المدي القصير .

Résumé

Cette étude a pour objectif la valorisation de la poudre de kaolin calciné comme ajout dans les matériaux de construction à matrice cimentaire. Le but principal de cette étude est de formuler et d'analyser la performance des mortiers à base de métakaolin. La préparation du métakaolin a été réalisée par une calcination du Kaolin à une température de 800 °C pendant une durée de 3 heures. Une comparaison des résultats avec un mortier témoin sans ajout est établie. Les résultats observés ont montré que le taux de substitutions de 10 % du ciment par du métakaolin augmente la résistance à la compression et à la traction au jeune âge.

Abstract

This study aims to valorize calcined kaolin powder as an addition to cementitious matrix building materials. The main purpose of this study is to formulate and analyze the performance of metakaolin mortars. The preparation of the metakaolin was carried out by calcining the Kaolin at a temperature of 800 ° C. for a duration of 3 hours. A comparison of the results with a control mortar without addition is established. The observed results showed that the rate of substitution of 10% of cement by metakaolin increases the compressive strength and tensile strength at a young age.

***Introduction
générale***

❖ *Introduction générale :*

Les additions cimentaires font actuellement partie des développements les plus récents dans la production du béton, car l'utilisation des additions apporte une amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton. D'autre part, leur utilisation a pour objectif de réduire la consommation de ciment, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes liés à l'environnement.

Le métakaolin est un substitut efficace capable de réduire le contenu de ciment pour l'obtention de bétons équivalents [11].

Le métakaolin est un produit connu depuis plusieurs années et fabriqué un peu partout à travers le monde : France, Canada, Etats-Unis, Royaume-Uni, Brésil, Chine, etc. Il résulte de la calcination de l'argile, la kaolinite, à des températures comprises entre 600°C et 850°C, suivant la nature du matériau initial.

La calcination entraîne une réaction de déshydroxylation du matériau, avec une destruction de la structure cristalline initiale conduisant à une nature amorphe du matériau, qui lui confère un pouvoir pouzzolanique élevé [12].

En conséquence, il est utilisé en remplacement ou en addition du ciment Portland pour améliorer les performances des bétons durcis : résistances mécaniques et durabilité, principalement.

Le métakaolin est donc un produit de substitution au ciment destiné à voir sa demande augmenter dans les prochaines années, grâce à ses propriétés techniques avantageuses, son faible impact environnemental et au fait que ce ne soit pas un sous-produit industriel. En effet, il n'est pas tributaire des aléas technico-économiques de la fabrication de l'acier (laitiers) et du silicium (fumée de silice), ou de la production de l'électricité (cendres volantes).

Cependant, le métakaolin ne pourra être valorisé dans les bétons qu'après avoir fait l'objet dans un premier temps d'une norme produit puis, dans un deuxième temps, de son intégration comme addition minérale normalisée dans la norme béton EN 206-1.

❖ Objectif :

Le présent travail a pour but de :

- ✓ Formuler et d'analyser la performance des mortiers à base de métakaolin.
- ✓ Contribution à la valorisation du métakaolin dans les matériaux de construction.

❖ Structure du mémoire :

Notre mémoire est structuré en une introduction générale, trois chapitres et une conclusion.

Introduction générale.

- 1^{ère} chapitre** : Revue bibliographique
- 2^{ème} chapitre** : Caractéristiques des matériaux utilisés
- 3^{ème} chapitre** : Résultats et interprétations

Conclusion générale.

CHAPITRE I :

Revue bibliographique.

Chapitre I : Recherche bibliographique.

Partie 1 : Comportement rhéologique du mortier.

❖ **Introduction :**

Le mortier est obtenu par le mélange d'un liant (chaux ou ciment), de sable, d'eau et éventuellement d'additions. Des compositions multiples de mortier peuvent être obtenues en jouant sur les différents paramètres : liant (type et dosage), adjuvants et ajouts, dosage en eau.

Cette partie bibliographique retrace les propriétés liées à la rhéologie et la résistance du mortier [3].

Les thèmes abordés font le point sur certains concepts de formulation de ces mortiers, de leur caractérisation rhéologique à l'état frais, et à l'état durci [4].

I-1 Composition du mortier :

Le mortier est un des matériaux de construction, qui contient du ciment, de l'eau, du sable, des adjuvants et éventuellement des additions. Ils peuvent être très différents les uns des autres selon la nature et les pourcentages des constituants, le malaxage, la mise en œuvre et la cure [1].

Les mortiers sont constitués par des mélanges de :

- Liant (ciment ou chaux),
- Eau,
- Sable,
- Adjuvants.

I-1-1 Le liant:

On utilise généralement des liants hydrauliques qui peuvent être le ciment, cette dernière est une matière pulvérulente à base de silicate et d'aluminate, et de la chaux obtenue par la cuisson [1].

Généralement, on peut utiliser :

- Les ciments normalisés (gris ou blanc),
- Les ciments spéciaux (alumineux fondu, prompt,...),
- Les liants à maçonner,
- Les chaux hydrauliques naturelles,
- Les chaux éteintes.

I-1-2 Le sable:

Les sables naturels et artificiels sont employés dans le domaine de la construction pour la fabrication de mortiers et de béton.

Les sables vont augmenter l'ouvrabilité du mortier ou du béton en le rendant plus dense. Toutefois, si les sables ronds sont plus malléables, les sables angulaires ont la particularité de rendre le béton plus résistant.

Des mesures particulières sont à prendre pour le sable artificiel provenant du laitier, ce dernier pouvant altérer les liants.

Les sables utilisés pour la fabrication du béton doivent répondre à la norme NFEN 12620 [2].

I-1-3 L'eau de gâchage:

L'eau joue un rôle important, elle sert à hydrater le ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton ou du mortier, ainsi elle contribue à son ouvrabilité. L'eau doit être propre et ne pas contenir d'impuretés nuisibles (matières organiques, alcalis).

Les caractéristiques des eaux requises pour la confection des mortiers et des bétons sont précisées dans la norme NA-442.

Les mortiers devraient contenir la quantité d'eau maximale compatible avec une ouvrabilité optimale [1].

I-1-4 Les adjuvants:

Les adjuvants sont des produits chimiques que l'on utilise dans le cas des bétons et mortiers. Ils modifient les propriétés des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés en faible proportion (environ de 5% du poids de ciment).

Les mortiers peuvent comporter différents types d'adjuvants, les superplastifiants (haut réducteurs d'eau), les entraîneurs d'air, les modificateurs de prise (retardateurs, accélérateurs) et les hydrofuges [5].

I-2 Les différents types de mortiers :**I-2-1 Les mortiers de ciment**

Les mortiers de ciments sont très résistants, prennent et durcissent rapidement. Le dosage du rapport entre le ciment et le sable est en général volumétrique de 1/3 et le rapport de l'eau sur ciment est environ 1/2. De plus, un dosage en ciment les rend pratiquement imperméables. En revanche, il est davantage sujet au retrait [3].

I-2-2 Les mortiers de chaux :

Les mortiers de chaux sont gras et onctueux. Ils durcissent plus lentement que les mortiers de ciment. Les mortiers de chaux sont moins résistants par rapport aux mortiers de ciment [6].

I-2-3 Les mortiers bâtards :

Ce sont les mortiers, dont le liant est le mélange de ciment et de chaux. Généralement, on utilise la chaux et le ciment par parties égales, mais on mettra une quantité plus ou moins grande de l'un ou de l'autre suivant l'usage et la qualité recherchée.

Les chaux apportent leur plasticité, les ciments apportent la résistance mécanique et un durcissement plus rapide [3].

I-2- 4 Les mortiers fabriqués sur chantier :

Ils sont préparés avec le ciment et le sable du chantier. Le ciment est un ciment courant CPA ou CPJ et parfois des ciments spéciaux comme le ciment alumineux fondu.

On emploie également des chaux hydrauliques et parfois des liants à maçonner. Le sable est le plus souvent roulé (nature silico-calcaires) parfois concassé et le gâchage s'effectue à la pelle ou à l'aide d'une petite bétonnière. Ces mortiers ne sont donc pas très réguliers et les sables peuvent être différents d'une livraison à l'autre, mais de toutes façons ils doivent être propre et de bonne granulométrie.

Le sable est généralement dosé en poids (ce qui est préférable), soit en volume (cas des petits chantiers).

Dans ce dernier cas, il est très important de tenir compte du phénomène de foisonnement des sables [3].

I-2-5 Le mortier industriel :

Ce sont des mortiers que l'on fabrique à partir de constituants secs, bien sélectionnés, conditionnés en sacs, contrôlés en usine et parfaitement réguliers.

Pour utiliser ce type de mortiers, il suffit de mettre la quantité d'eau nécessaire et malaxer pour ensuite les mettre en œuvre.

Les mortiers peuvent contenir des liants et des sables variés ainsi que certains adjuvants et éventuellement des colorants [7].

Les fabricants de mortiers industriels proposent une gamme complète de produits répondant à tous les besoins :

- Mortiers pour enduits de couleur et d'aspect varié,
- Mortiers d'imperméabilisation,
- Mortier d'isolation thermique,
- Mortier de jointoiement,
- Mortier de ragréage,
- Mortier de scellement, mortier pour chapes,
- Mortier-colle pour carrelages, sur fond de plâtre ou de ciment, etc.,
- Mortier de réparation.

I-2 Classification des mortiers :

Les mortiers sont classés comme suit [8] :

I-2 -1 Classification générale des mortiers :

✓ Selon leur domaine :

L'utilisation des mortiers varient selon leur domaine d'application, et ce dernier qu'est très vaste et leurs domaines permet de citer les catégories suivantes:

- Mortier de pose,
- Mortier de joints,
- Mortier pour les crépis,
- Mortier pour le sol,
- Mortier pour les stucs,
- Pierres artificielles,
- Support pour les peintures murales.

✓ Selon la nature du liant :

On peut classer les mortiers selon la nature du liant en:

- Mortier de ciment portland,
- Mortier de chaux,
- Mortiers bâtards,
- Mortier à base de ciment de maçonnerie.

I-3 Caractéristiques principales des mortiers:

Les caractéristiques principales des mortiers sont :

- Ouvrabilité ;
- Prise ;
- Résistances mécaniques ;
- Retraits et gonflements, etc. [5]

I-4 La norme EN 196-1 :

La présente Norme Européenne décrit une méthode de détermination des résistances à la compression et à la flexion d'un mortier de ciment. Cette norme décrit le mode opératoire de référence ; l'utilisation de variantes n'est autorisée que dans des cas bien définis à condition qu'elles ne modifient pas de façon significative.

I-5 La rhéologie de mortier :

Dans la pratique, la rhéologie est une extension des disciplines telles que l'élasticité et la mécanique des fluides newtoniens, aux matériaux dont le comportement mécanique ne peut être décrit par ces théories classiques.

Elle permet également de déterminer les propriétés mécaniques macroscopiques à partir d'une étude basée sur la structure micro ou nanoscopique du matériau, par exemple la taille moléculaire et l'architecture d'un polymère en solution ou encore la distribution de taille de particules dans une suspension solide [9].

I-5-1 Définition de la rhéologie :

La rhéologie est la science qui étudie les déformations et l'écoulement de la matière et les rapports entre la viscosité, la plasticité et l'élasticité de la matière, ainsi que le comportement de celle-ci sous l'influence des pressions.

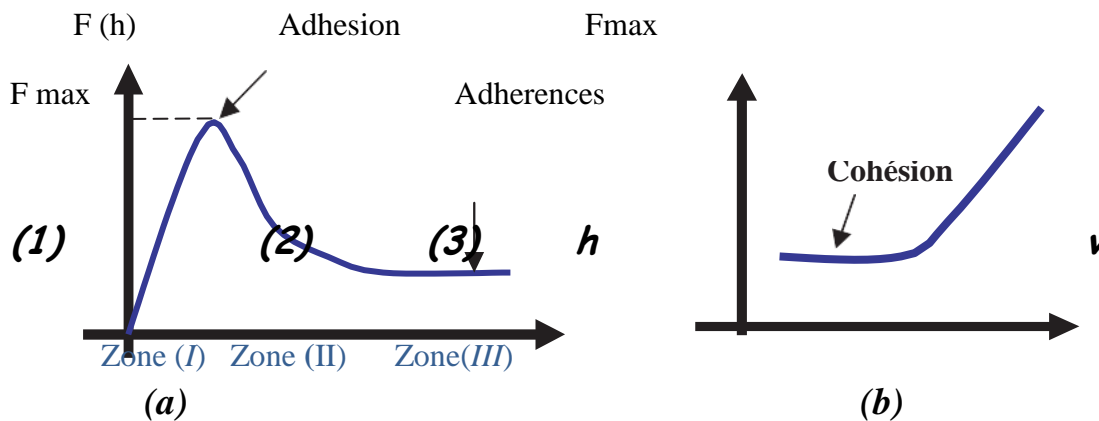
Elle a pour objet d'analyser les comportements mécaniques des substances et d'établir leurs lois de comportement [15].

I-5-2 Détermination des propriétés rhéologiques des mortiers :

Les propriétés rhéologiques des mortiers sont déterminées en utilisant le même rhéomètre (AR2000ex) équipé d'une géométrie à palettes de 4 lames (Vane).

Cette géométrie est reconnue comme étant bien adaptée pour les suspensions granulaires ou pour les mortiers [9].

La figure 1 représente la forme typique des courbes obtenues lors d'un essai d'arrachement. Tout d'abord la force augmente (zone 1), passe par un maximum F_{max} ensuite elle décroît (zone 2) pour atteindre finalement un plateau (zone 3) [9].



(a) forme typique des courbes d'arrachement.

(b) évolution de la force maximale en fonction des vitesses d'arrachement considérées.

Figure I.1 : Analyse des résultats du test d'arrachement [9].

Dans la première zone (zone I) le mortier affiche un comportement essentiellement élastique, puis visco-élastique.

Dans la deuxième zone, on a rupture irréversible et un écoulement du matériau vers le centre des plateaux.

L'analyse de la décroissance de la force dans cette zone permet de caractériser la dynamique de rupture du mortier.

La troisième zone commence dès que le processus de rupture est terminé.

La quantité du matériau restée collée sur le plateau mobile permet d'avoir la valeur de la force d'adhérence du mortier au plateau supérieur.

La valeur du pic de force F_{max} est liée à la fois à la dissipation visqueuse (propriété dynamique) et à la force de cohésion (propriété statique) qui est due essentiellement aux forces moléculaires et capillaires.

Pour déduire la cohésion à partir de la force d'adhérence, le pic de force est représenté en fonction de la vitesse de l'arrachement. La force de cohésion correspond à la valeur maximale du pic de force quand la vitesse tend vers zéro (fig. 1-b). [9]

I-6 Comportement mécanique du mortier :

Les caractéristiques mécaniques d'un matériau sont la base de la construction et de la sécurité d'un ouvrage. Il est donc nécessaire de posséder les connaissances les plus étendues sur ces caractéristiques.

En s'appuyant sur les expériences acquises avec un matériau déterminé, il est certes possible d'exécuter de nombreux ouvrages avec une sécurité suffisante; le contrôle suivi des résistances déterminantes est cependant le moyen le plus sûr de compléter l'expérience personnelle et de créer les bases pour une construction économique et sûre. L'essai de la résistance est donc un élément d'une importance capitale aussi bien pour le constructeur que pour l'ensemble des intéressés.

L'objet principale de la résistance des matériaux est l'étude de la stabilité interne c'est à dire la détermination des contraintes et déformations à l'intérieur de la matière et les déplacements des lignes moyennes des structures générés (machines en génie mécanique, bâtiment en génie civil...).

Elle est basée sur des hypothèses simplificatrices vérifiées expérimentalement comme : la résistance a la compression et flexion [10].

I-6-1 La résistance à la compression :

La résistance à la compression est la capacité d'un matériau ou d'une structure à supporter les charges qui tendent à réduire sa taille par compression (écrasement) [16].

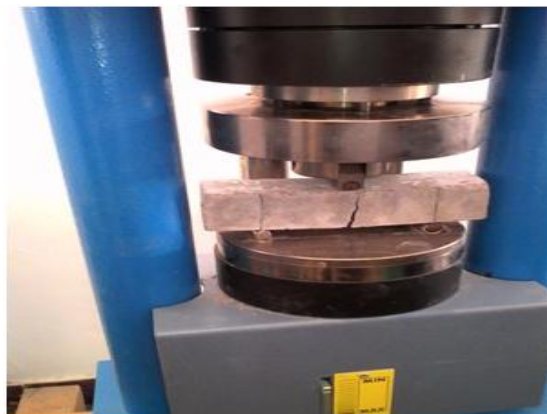


Figure I.2 : Appareil de compression.

I-6-2 La résistance à la flexion :

La flexion est la déformation d'un objet qui se traduit par une courbure. Dans le cas d'une poutre, elle tend à rapprocher les deux extrémités de la poutre. Dans le cas d'une plaque, elle tend à rapprocher deux points diamétralement opposés sous l'action [17].



Figure I.3 : Appareil de flexion.

❖ **Conclusion :**

L'étude de l'influence rhéologique des paramètres de composition du béton est certainement très utile pour mieux maîtriser la formulation du béton.

Le comportement mécanique d'un matériau granulaire est intimement lié à la compatibilité élastique entre ses phases constituantes.

Le principal objectif est de définir les mécanismes qui contrôlent la résistance de ces bétons afin d'en optimiser les performances.

Partie 2 : les fillers.**❖ Introduction** :

Le filler, également appelé *fines* ou *fines d'addition* , est un granulat fin, de 0 à 125 μm environ est destiné à remplir, à charger divers produits des industries du BTP.

Il charge :

- l'asphalte artificiel à des doses voisines de 10 %, pour son pouvoir rigidifiant ;
- les enrobés bitumineux, à des doses voisines de 5 à 6 % dans les pays de l'Europe du Nord, 3 à 4 % dans les pays de l'Europe du Sud, pour son pouvoir rigidifiant ;
- les bétons de ciment hydraulique, à des doses voisines de 50 à 80 kg par m^3 , comme substitution du ciment ; il s'agit le plus souvent de fumée de silice (micro- ou nanoparticules issues de la métallurgie du silicium et de ses alliages) [18].

I-1 Types de fillers :**I-1 -1 Laitiers de hauts fourneaux** :

Le laitier de haut fourneau, ou le laitier broyé comme il voudrait peut-être mieux l'appeler est un sous- produit de la fabrication de la fonte brusquement refroidi par aspersion d'eau, c'est un matériau hydraulique lorsqu'il est activé.

Il se présente sous forme de nodules dont la composition chimique comporte de l'oxyde de calcium dans des proportions de l'ordre de 40 à 50 %, de la silice entre 25 à 35 % de l'alumine entre 12 à 30% ainsi que la magnésie et d'autres oxydes en très faibles quantités, tous ces éléments étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker [19].



Figure I.4 : Laitiers de hauts fourneaux.

I-1-2 Les cendres volantes :

Les cendres volantes sont des particules très fines récupérées par les systèmes de dépoussiérages des gaz des chaudières des centrales thermiques. Les cendres volantes peuvent avoir différentes compositions chimiques et différentes compositions de phase parce que celles-ci sont reliées exclusivement au type d'impuretés qui sont contenues dans le charbon que l'on brûle dans la centrale thermique [20].



Figure I.5 : Cendres volantes.

I-1-3 Les fumées de silice :

Les fumées de silice sont un sous-produit de l'industrie de silicium et de ses alliages. Elles sont formées de particules sphériques de très faible diamètre (de l'ordre de $0,1 \mu\text{m}$). Pour entrer dans la composition d'un ciment en tant que constituant principale, elles doivent être présentes pour au moins 85% (en masse).

Les fumées de silices ont des propriétés Pouzzolaniques [20].

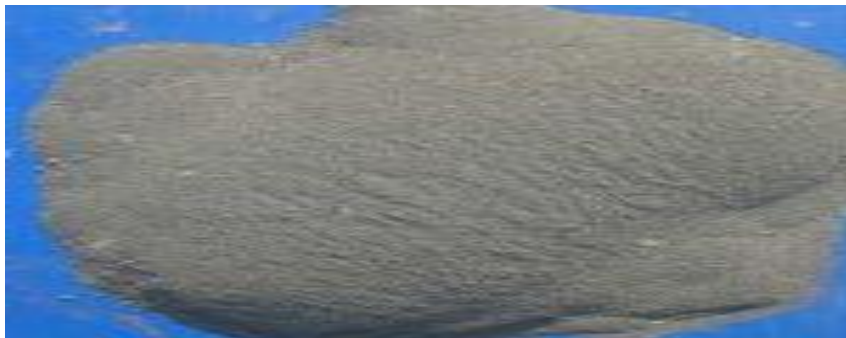


Figure I.6 : Fumée de silice.

I-1-4 Les pouzzolanes naturelles :

Les pouzzolanes naturelles sont des produits généralement d'origine volcanique, ou des roches sédimentaires, présentant des propriétés pouzzolaniques.

Elles sont essentiellement composées de silice réactive (dans des proportions supérieures à 25%), d'alumine et d'oxyde de fer [21].



Figure I.7 : Pouzzolane naturelle.

I-1-4 Les fillers calcaires :

Les produits désignés dans le commerce comme fillers sont des poudres fines à granulométrie contrôlée, dont les plus gros grains ne dépassent pas 80 microns obtenus par broyage ou par pulvérisation de certaines roches (calcaires, basalte, bentonite, cendres volantes).

Les fillers se différencient les uns des autres par :

- Leur origine,
- Leurs compositions chimiques et minéralogiques,
- Leurs défauts de structure,
- Les impuretés qu'ils contiennent,
- Leur finesse, la forme des grains, leur état de surface,
- Leur dureté,
- Leur porosité.

Un filler est dit calcaire s'il contient au moins 90% de carbonate de calcium. Dans les autres cas, le filler est désigné par le nom de sa roche d'origine. [19]

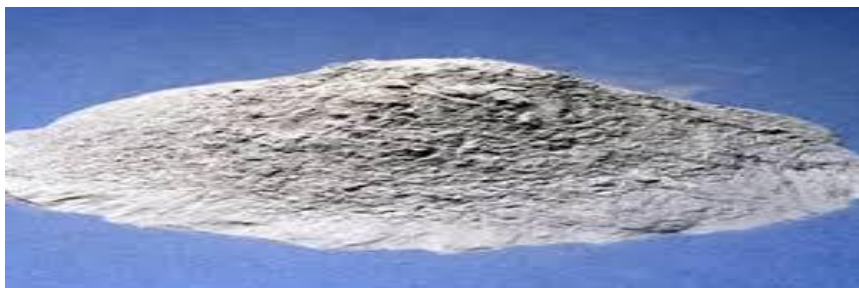


Figure I.8 : Filler calcaire.

I-1-4 Les argiles calcinées :

Elles sont obtenues par cuisson de certaines argiles.

Leurs propriétés liantes intéressent les pays en voie de développement qui ne possèdent pas les

matières premières nécessaires à la production du ciment.

Leur composition dépend de celle de l'argile ou de la latérite d'origine [22].



Figure I.9 : Argile calcinée.

I-2 Les fonctions des fillers :

I-2-1 Dans les ciments :

Les ciments dans lesquels on introduit les fillers appartiennent à une classe de résistance inférieure ou moyenne.

- Les ciments fillérisés, CPJ sont avant tout des ciments d'intérêt économique et écologique. Ils permettent l'utilisation des cendres volantes et des laitiers qui sont des sous-produits industriels. Ils peuvent contenir aussi des fillers naturels (calcaires, pouzzolanes). Leur fabrication ne doit pas entraîner de surcoût.
- Les ciments aux laitiers et aux cendres (CLC), les ciments de hauts fourneaux (CHF) et les ciments de laitier au clinker (CLK) dont la chaleur d'hydratation est faible et dont les ajouts ont des propriétés pouzzolaniques confèrent au matériau final une durabilité intéressante. Ils sont utilisés dans les milieux agressifs: constructions en eau de mer [22].

I-2-2 Dans les bétons :

Les fillers sont indispensables pour la confection des bétons hautes performances.

Ils agissent comme :

- Correcteur de la granulométrie : Les fumées de silice et les fines calcaires sont ajoutées à la composition du béton pour rendre l'empilement granulaire plus compact.

- Apport d'une cohésion intergranulaire : l'utilisation des fines et ultra-fines ne se fait pas sans l'emploi d'adjuvant organique.

Le couple filler et adjuvant organique modifie la rhéologie du béton frais dans le sens d'une amélioration de sa maniabilité [22].

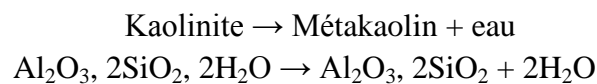
I-3 Le métakaolin :

Le métakaolin est une pouzzolane de synthèse, issue du traitement de la kaolinite, argile assez courante sur la surface du globe.

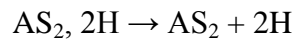
Le métakaolin appartient à la famille des ultrafines, particules minérales de dimension inférieure à 10 µm, utilisé dans les bétons pour améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité. Le métakaolin (MK) est obtenu par la calcination de la kaolinite à une température entre 500°C et 800°C.

Industriellement il existe essentiellement deux modes de calcination, une calcination lente (cinq heures environ dans des unités de production) et une calcination flash (très rapide en comparaison avec la calcination lente). [20]

À une température élevée, la kaolinite perd son eau par deshydroxylation selon l'équation suivante [23] [24] [25] :



(En notation cimentière)



I-3-1 Définition du métakaolin :

Le métakaolin est considéré comme un matériau pouzzolanique, c'est-à-dire qu'il réagit en présence de la chaux pour former des silicates de calcium hydratés et des silico-aluminates de calcium hydratés [25].



Figure I.10 : Poudre de métakaolin.

I-3-2 Définition de kaolin :

Le terme kaolin a été utilisé, pour longtemps, pour désigner l'argile chinoise extraite du village « Kauling » [26].

Actuellement, le terme kaolin désigne les minéraux ayant une composition en kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) supérieure à 50% [26].

Ils peuvent être différents selon les conditions géologiques de leur formation, leurs compositions minéralogiques moyennes et leurs propriétés physiques et chimiques [27].



Figure I.11 : Roche de kaolin.

I-3-3 Méthodes d'obtention du métakaolin :

➤ **La méthode traditionnelle :**

Calcination en lit fixe ou le plus souvent en four rotatif. L'argile est introduite sous forme de boulets et calcinée pendant 5 heures à 750 °C.

Les boulets de kaolin vont se transformer en boulets de métakaolin par perte de l'eau structurelle. Ces boulets sont ensuite broyées.

Cette méthode entraîne beaucoup d'usure et de consommation d'énergie.

➤ **La méthode Flash:**

L'argile kaolinique est broyée et les fines particules sont calcinées en quelques secondes. Cette méthode, associée au recyclage de l'énergie de calcination, utilise environ 40% de l'énergie consommée dans la méthode traditionnelle.

Elle apporte aussi des avantages techniques significatifs au produit final [15].

I-3-4 Normalisation de métakaolin(selon NF P18-513) :

La norme produit "NF P18-513 – Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons – Définitions, spécifications et critères de conformité : " est la première norme en Europe sur ce type de matériau. Elle est pour objectif de définir ; les exigences chimiques et physiques ainsi que les critères de conformité pour les métakaolins".

I-3-5 Traitement thermique du kaolin :

Les métakaolins sont obtenus par calcination d’argile kaolinique (silicate d’alumine hydraté) à des températures comprises entre 600 et 900°C. La température de calcination dépend du degré de pureté en kaolin (autrement dénommé kaolinite) de l’argile kaolinique utilisée.

La calcination entraîne la deshydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale de la kaolinite (kaolinite calcinée). La durée de traitement thermique utilisée est de cinq heures.

Durant cette cuisson, il y a formation de métakaolin (Figure I.12) et dégagement de molécules d’eau sous forme gazeuse selon la réaction suivante [29] [30] :

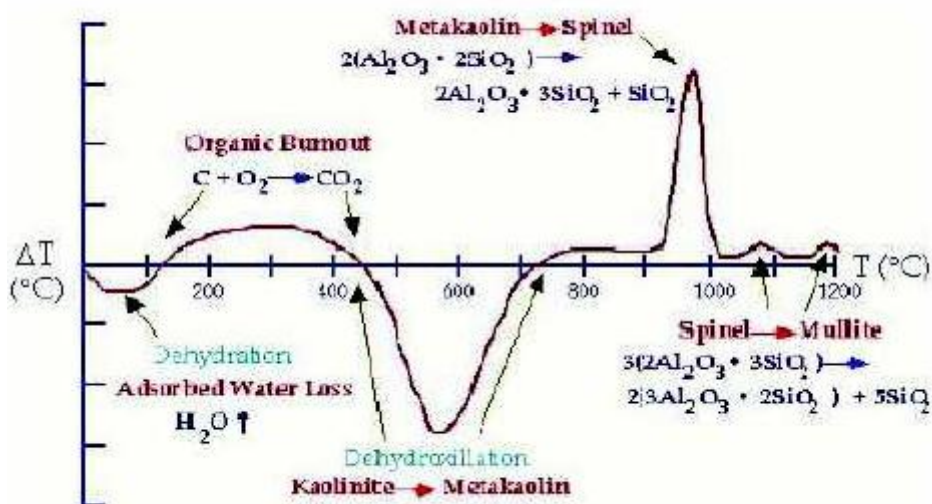


Figure I.12 : Transformation du kaolin en métakaolin [29] [30].

I-3-6 Caractéristiques physique, chimique et minéralogique du Métakaolin :

La masse volumique ainsi que la surface spécifique sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau I.1 : Caractéristiques physique du Métakaolin.

Masse Volumique (g/cm ³)	2,7
Surface spécifique (m ² /g)	16

Les résultats d'analyse chimique sont présentés dans le Tableau II.2 [29] [30].

Tableau I.2 : Analyse chimique du Métakaolin.

Composant (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂	PF	Cl
Kaolin	49,49	35,74	7,01	0,49	2,07	0,19	0,38	0,94	1,20	0,01

I-3-7 Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont montré que le métakaolin est essentiellement constitué d'agglomérats de particules. Ces particules sont elles-mêmes formées d'un empilement de plaquettes hexagonales. Les dimensions des plaquettes varient du micron à une dizaine de microns (Figure I.13) [29] [30].

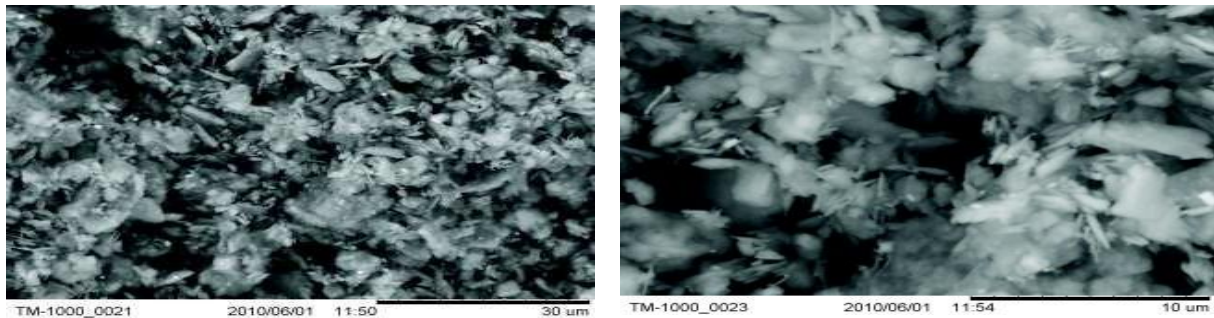


Figure I.13 : Structure du Métakaolin sous le M.E.B.

I-3-8 Influence du MK sur la maniabilité du mortier :

Les différentes compositions de mortiers à base de MK, testées. La figure montre l'influence du MK sur la demande en superplastifiant pour un étalement constant et pour différents pourcentages de MK. On remarque que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK. Ceci est dû probablement à la plus grande finesse du liant, car le MK utilisé dans cette étude est plus fin que le ciment [31] [32].

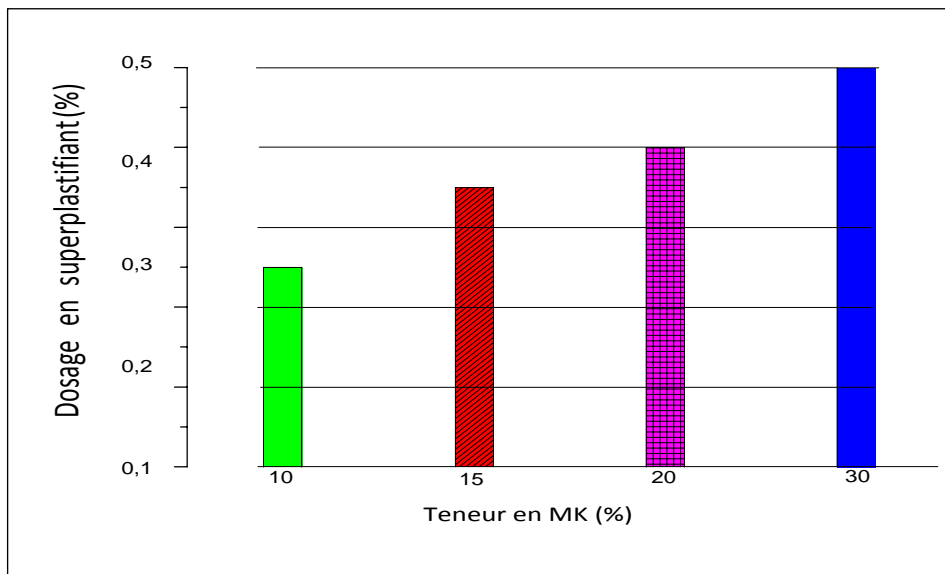


Figure I.14 : Influence de la teneur en MK sur la demande en superplastifiant des mortiers.

I-3-9 Influence du MK sur l'ouvrabilité du béton :

Les différentes compositions de bétons à base de MK testées dans le travail. La figure 15 montre que le dosage en superplastifiant augmente avec l'augmentation de la teneur en MK, phénomène similaire à celui observé pour les mortiers.

Cette plus importante consommation de SP s'explique par la plus grande proportion d'éléments fins présents dans le liant (métakaolin) et dans le sable de béton (le sable utilisé dans le mortier est normalisé dépourvu de particules fines) [31] [32].

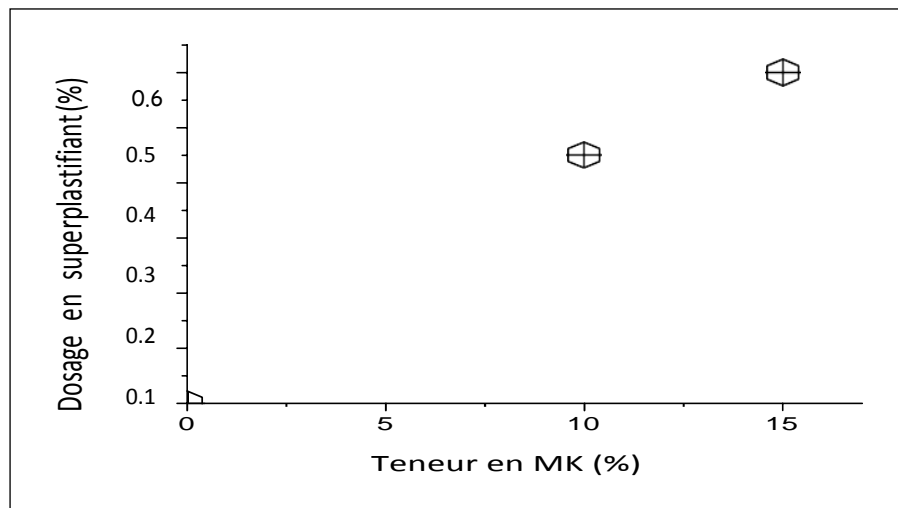


Figure I.15 : Influence de la teneur en MK sur la demande en superplastifiant pour les bétons.

I-3-10 Structure chimique :

Les métakaolins obtenus après conversion de la kaolinite en métakaolin présentent des structures cristallines différentes de celle-ci.

D'après Murat [37] la métakaolinite est la phase la plus réactive de la série de transformations thermiques de la kaolinite.

G.W. Brindley [37] a suggéré une structure pour cette phase amorphe grâce à ses observations en diffraction aux rayons X. En effet, même si le métakaolin est globalement amorphe, il démontre une subsistance d'un certain ordre structural.

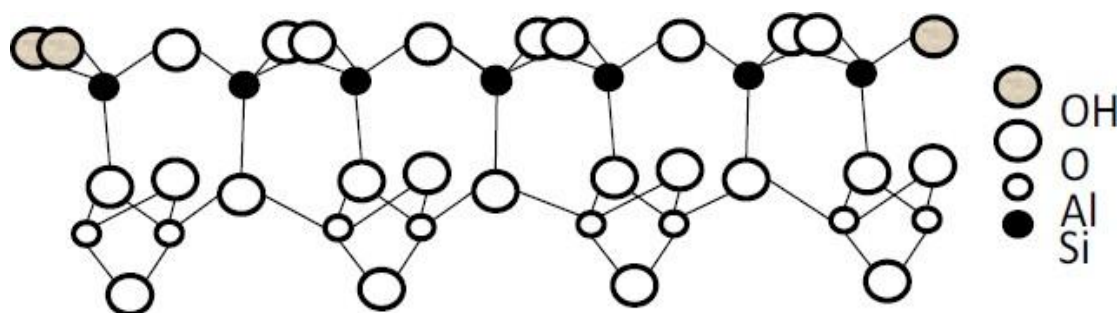


Figure I.16 : Structure du métakaolin.

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

Les trois sites de la couche octaédrique sont donc remplis par deux cations d'aluminium et le troisième site est lacunaire. La formule structurale varie peu du fait de l'absence de substitutions tétraédriques et de rares substitutions octaédriques : $\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$.

Les feuillets élémentaires de la kaolinite sont formés de l'empilement d'une couche de tétraèdres de silice et d'une couche d'octaèdres d'hydroxyde d'aluminium (Figure I.16). Les faces basales sont donc de deux types, constituées, soit d'ions oxygène organisés en réseau hexagonal, soit d'OH en assemblage compact. La kaolinite présente un système cristallographique triclinique C1. Les paramètres cristallographiques de la maille d'après l'affinement structural de Bish et Von D réelle [34] sont les suivants :

$a \approx 5,16\text{Å}$ $b \approx 8,95\text{Å}$ $c \approx 7,41\text{Å}$ $\alpha \approx 91,7^\circ$ $\beta \approx 104,9^\circ$ $\gamma \approx 89,9^\circ$

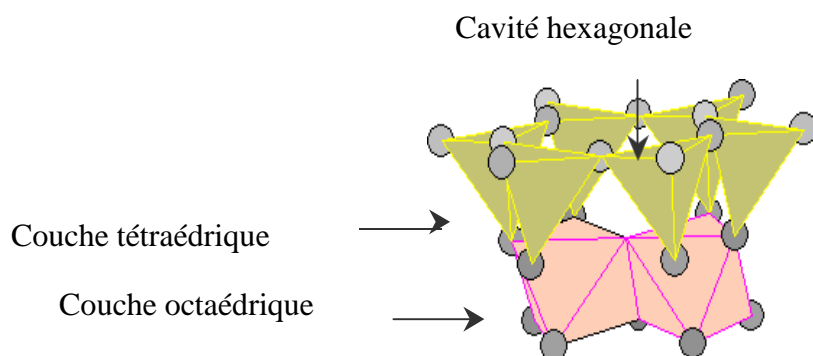


Figure I.17 : Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite

(1 T + 1 O + Espace interfoliaire $\approx 7\text{\AA}$).

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

L'espace interfoliaire ne comprend donc pas de cation. Les particules constituant la kaolinite ont leurs feuillets successifs empilés de telle sorte que le plan d'oxygène d'un feuillet se trouve en face de groupements hydroxyle du feuillet voisin.

La conséquence d'une telle disposition est la stabilisation du réseau par liaison hydrogène interfeuillet.

Il en résulte un clivage (001) très facile, produisant des lamelles inélastiques. A cause de sa structure finement cristallisée, il est difficile de savoir si les variations de composition sont dues à des substitutions ou à des impuretés, il semble cependant que les substitutions soient très limitées : traces de Fe^{2+} , Mg , Fe^{3+} , Na , K et Ti [33].

❖ Conclusion :

Dans cette partie, on a donnée la définition des fillers, avec leurs types ainsi que leurs fonctions. Aussi on a présenté les définitions de kaolin, métakaolin et l'obtention de métakaolin à partir du kaolin par traitement thermique.

Partie 3: La calcination du kaolin

❖ Introduction :

Fin XVII^e siècle, on entendait par le mot « calcination », l'action de transformer le carbonate de calcium en chaux vive par chauffage du matériau, opération qui dégage du dioxyde de carbone, mais on l'étendait aussi en général à toute opération qui consistait à traiter par le feu une substance quelconque jusqu'à ce qu'elle ait perdu les matières décomposables ou volatiles qu'elle contenait.

Les anciens chimistes croyaient en effet que les métaux chauffés au contact de l'air perdaient du phlogistique et revenaient à l'état de chaux et de là donnaient également à cette opération le nom de calcination.

Il sera reconnu plus tard qu'il s'agit de simples oxydations.
On donnait donc à la calcination deux objets :

- La production de chaux et de plâtre;
- La séparation des substances volatiles d'une substance qu'on veut isoler, comme dans la calcination des minerais.

Le résidu se nommait dans les deux cas « chaux ».

De nos jours on étend souvent le sens de la calcination à la chauffe en présence d'air, c'est-à-dire d'oxygène, d'un corps afin de lui faire subir une action chimique : oxydation, réduction, etc.

Cependant, lorsque les réactions chimiques avec l'air deviennent importantes, le terme grillage est plus précis [13].

I-1 Qu'est-ce qu'une calcination ?

La calcination est un traitement thermique effectué en présence d'air sur des corps solides. Elle est utilisée en métallurgie pour transformer les métaux en oxydes ou pour la transformation du calcaire en chaux, pour la fabrication du ciment Portland [13].

I-2 Les types de calcinations :

I-2-1 La calcination flash :

La calcination flash est une calcination très rapide d'un solide, généralement sous forme fine en suspension dans un gaz. Les valeurs typiques sont des chauffages et refroidissements de l'ordre de 10³ à 10⁵ K.s⁻¹ et des durées d'exposition de l'ordre de quelques dixièmes de secondes jusqu'à quelques secondes. La représentation de l'évolution de la température en fonction du temps permet d'obtenir l'historique thermique des particules (figure I.18) [28].

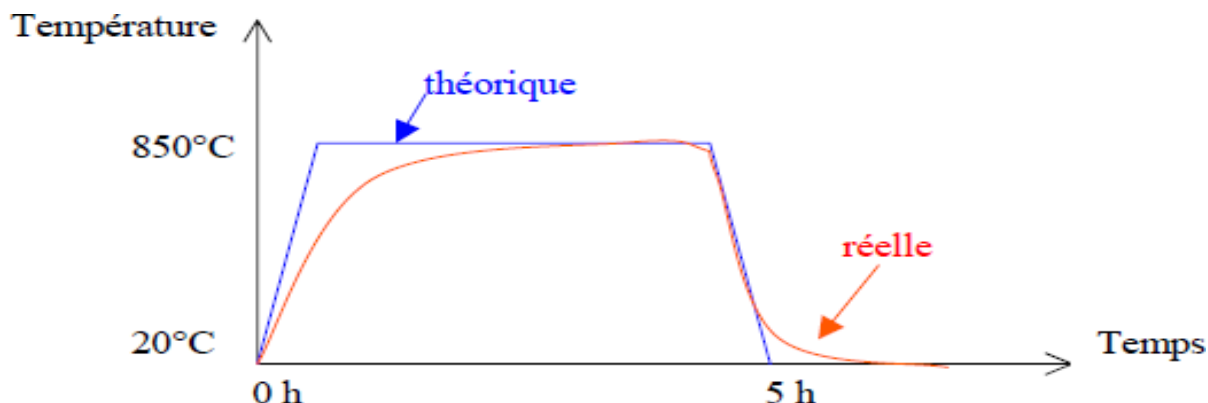


Figure I.18 : Température four flash en fonction du temps [28].

Bien que la plupart des transformations chimiques et physiques aient une cinétique rapide à haute température, le temps très court de résidence dans le four mène à des transformations qui peuvent partiellement ne pas être terminées.

Les changements sont cinétiquement bloqués et les produits incomplètement déshydroxylés si le temps d'exposition est trop court. Les propriétés des solides préparés sous ces procédés de chauffage flash, sont différentes de celles de matériaux traités dans des conditions de calcination où l'équilibre chimique et physique a pu être atteint [33].

La calcination flash, à 800°C, a pour effet la déshydroxylation totale ou partielle de la kaolinite ; d'où l'apparition de métakaolinite et non de mullite. La rapide élévation de température à l'intérieur des particules, génère une vapeur d'eau qui ne peut pas s'échapper par diffusion : la déshydroxylation a eu lieu plus vite que la libération d'eau.

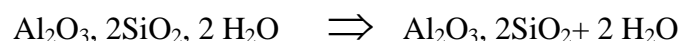
Devenant déformables sous l'effet de la chaleur, les particules vont, se modifier pour libérer les bulles de vapeur d'eau sous pression.

Le refroidissement rapide bloque alors toute évolution et conserve l'aspect bulleux des particules, ou aspect troué [34].

I-2-2 La calcination lente :

Le plateau isotherme de température dure en général, plusieurs heures. L'objectif de la calcination est la stabilisation des matériaux par déshydroxylation. Elle apparaît à partir de 550 à 600°C pour la kaolinite chauffée à vitesse normale.

Le solide résultant est la métakaolinite selon la réaction :



Dans la calcination lente industrielle, la déshydroxylation est complète après avoir mené lentement l'échantillon à une température suffisamment haute (entre 600°C et 1100°C) pendant une durée suffisamment longue (une voire plusieurs heures).

La métakaolinite résultant a une densité absolue d'environ 2.74 g.cm^{-3} .

Toutefois surchauffer de la kaolinite forme ensuite de la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2$) indésirable en raison d'une absence de réactivité vis-à-vis de l'hydroxyde de calcium.

I-3 Les fours existants :

I-3-1 Les fours flash :

La calcination flash offre de larges possibilités dans le traitement industriel de matières minérales. La nature des poudres utilisées (taille de la particule, forme, densité...), les transformations chimiques et minéralogiques subies pendant la calcination flash visant à obtenir des modifications de la structure chimique, varient considérablement et exigent des installations différentes.

Quelques installations (à petite échelle) de productions de pouzzolanes artificielles par traitement thermique, ont été réalisées.

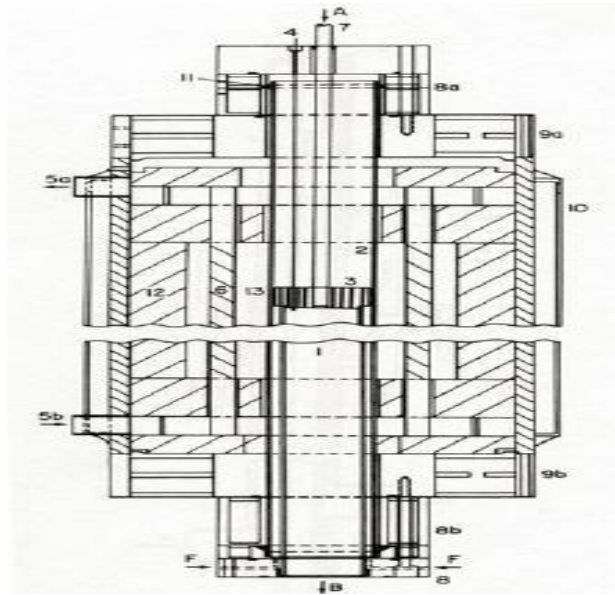
Four Flash de laboratoire de l'Université Exeter [35] (figure 19).
Ce four flash de calcination a été construit et utilisé à l'Université Exeter.

Il permet de simuler le passage des particules en front de flamme. Cette installation ne peut travailler qu'avec des particules de petites tailles (inférieures à $30 \mu\text{m}$) mais avec des débits massiques en kaolin de 120 g.h^{-1} .

Les particules sont chauffées pendant environ 20 ms (ou moins), avec une vitesse de montée en température supérieure à 105 K.s^{-1} .

La température de calcination est de 1000 à 1700 K, uniforme entre et dans la particule d'une restriction sur la taille des particules. Le temps de résidence à cette température est compris entre 0,1 et 3 s. Le refroidissement des particules calcinées est rapide.

Le gaz est préchauffé en montant dans les parois d'un tube concentrique au tube de réaction, dans lequel le gaz et les particules descendront. Les particules en suspension quittent le tube de remplissage avec une rapide montée en température et descendent le long de l'axe du tube à une température constante jusqu'à refroidissement. Il permet une production de $0,12 \text{ kg.h}^{-1}$.



(1) tube de réaction, (2) atmosphère contenue dans le tube, (3) Torvex® : procédé d'aplanissement des flux, (4) thermocouples, (5a et b) installation électrique, (6) éléments isolants, (7) tube de refroidissement, (8a et b) injections de gaz, (9, 10 et 11) systèmes de refroidissement à eau, (12) fibre de céramique : isolation thermique, (A) alimentation en particules de kaolin, (B) Récupération des particules calcinées, (F) alimentation en gaz.

Figure I.19 : Four de l'université Exeter.

I-3- 2 Les fours traditionnels :

I-3-2-1 Les fours à vis :

Les fours à vis sont généralement utilisés pour le traitement de déchets industriels (FACME – TUBINSA – Spain).

Les principaux avantages sont un bon mélange interne du déchet ainsi qu'un coefficient d'échange thermique bien meilleur que les fours verticaux. En revanche, il existe des inconvénients à l'utilisation du four à vis, le criblage préalable des produits est nécessaire. De plus, les réfractaires présentent un fort taux d'usure, et des fuites aux joints peuvent apparaître et entraîner une arrivée d'air qui parasite le traitement thermique. Ce genre d'équipement est utilisé dans le traitement des boues de stations d'épuration des eaux usées à CAPBRETON.

I-3-2-2 Les fours rotatifs :

Le premier four rotatif utilisé dans l'industrie cimentière fût construit et exploité par l'anglais Frederick Ransome.

C'est l'installation industrielle couramment utilisée pour les ciments, elle nécessite une première opération de broyage des matériaux. Les fours rotatifs sont également utilisés dans la calcination de matériaux minéraux et dans la pyrolyse des déchets [36].

Pour le traitement thermique, la matière crue est introduite dans un four tournant long de 60 m à 90 m et de 4 m à 6 m de diamètre.

Le cylindre rotatif est un tube en acier pourvu d'un revêtement intérieur réfractaire, incliné sur l'horizontale de quelques degrés et tournant autour de son axe. La rotation et l'inclinaison font que la matière progresse suivant l'axe. Ces fours génèrent des temps de chauffe de nombreuses heures afin de garantir une calcination satisfaisante des matériaux.

D'autre part, le tube est porté à haute température.

Les paliers qui maintiennent l'ensemble du four, doivent présenter une bonne coaxiabilité pour ne pas provoquer des contraintes mécaniques cycliques au tube lors de sa rotation. Le contrôle du profil de température est très difficile dans un four tournant.

Ce type d'installation génère de gros volumes de poussière.

Son utilisation est confrontée aux problèmes de durée de vie des réfractaires, de la dispersion thermique, des longs temps de séjour...

1-3-2-3 Les fours à lit fluidisé :

Le lit fluidisé permet, au moyen d'un flux de gaz ascendant, de porter un produit à l'état fluide.

On obtient de cette manière un mélange intense de gaz et de matériaux permettant d'atteindre une cinétique chimique élevée.

Le principal avantage réside dans une bonne homogénéité de la température du lit. Les particules minérales sont maintenues en suspension et elles sont agitées par un courant de fluide réactionnel ascendant. Cette installation permet une maniabilité sur le temps de traitement ce qui lui confère une grande souplesse d'exploitation.

Par contre, les inconvénients majeurs sont la nécessité de calibrer les particules ainsi que la création d'un fort taux de poussières dans les affluents gazeux qui nécessite un dépoussiérage intense. Les fours à lit fluidisé sont également utilisés dans la calcination de boues, développant ainsi de bons matériaux pouzzolaniques [37].

1-3-2-4 Les fours à multi-foyers ou fours à étages :

Les fours à étages sont constitués d'une série de plateaux que les matériaux parcourent en descendant.

Ces fours travaillent à contre-courant : les matériaux descendent tandis que les gaz montent. Il a donc un bon rendement thermique. C'est une technique assurant une bonne calcination mais qui manque de flexibilité. En effet, elle présente une inertie très grande et exige des temps de séjour assez longs. Ces types de fours (NESA Belgique) ont commencé à se développer avec les techniques d'incinération de boues et de déchets industriels. Ces fours sont

constitués d'un cylindre vertical en acier et d'une couche de matériaux réfractaires. Les matériaux entrent dans le réacteur en haut du four, descendent le long du tube et passent au travers de la série de foyers.

Les cendres sont déchargées en bas du four. C'est un procédé qui permet d'obtenir une bonne stabilité des paramètres et un produit calciné très réactif.

❖ **Conclusion** :

Dans cette partie, on a donné les types des calcinations et des fours existant, leurs caractéristiques et la fonction de chaque'un.

CHAPITRE II:

*Caractéristiques des
matériaux utilisés*

Chapitre II : Caractéristiques des matériaux utilisés

❖ Introduction :

Dans ce chapitre on présente les caractéristiques des matériaux utilisés, la méthode de formulation des mortiers à base de métakaolin, ainsi que les résultats obtenus.

II -1 Matériaux et matériel utilisé :

II -1-1 Matériaux utilisés:

➤ Ciment CPJ 42.5 :

Le ciment CEMII 42,5 est un ciment pour travaux dans les milieux fortement agressifs du sulfate de calcium est ajouté sous forme de gypse en tant que régulateur de prise.

C'est un ciment conforme à la norme NA 443 :2002



Figure II.20 : Ciment CPJ.

➤ Sable :

On a utilisé deux types de sable :

1- sable :

Pour sable de dune on a utilisé sable de al oued (Djamaa)



Figure II. 21 : Sable de (djamaa).

2-Sable concasse :

C'est un sable de cosider (BBA), sable obtenu par le broyage de matériau calcaire lui permettant de durcir au compactage après humidification.



Figure II.22 : Sable concasse.

➤ Superplastifiant :

Est un adjuvant pour matériaux cimentaires tels que les coulis, les mortiers de ciment et les bétons de ciment. Il est utilisé pour diminuer la quantité d'eau qu'ils contiennent à l'état frais et ainsi augmenter leur résistance mécanique à l'état durci.



Figure II.23 : Superplastifiant.

➤ L'eau de gâchage:

On a utilise l'eau potable (l'eau de robinet) pour toute les formulations de mortier.

➤ Kaolin :

On a utilisé le kaolin de la carrière d'Aine M' Lila.



Figure II.24 : Roche du kaolin.

II -1-2 Matériel utilisé :



Figure II. 25 : Malaxeur du mortier.



Figure II. 26 : Four.



Figure II.27 : Table vibrante.



Figure II.28 : Balance.



Figure II. 29 : Moule prismatique ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$). Figure II. 30 : Moule cubique ($10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$).



Figure II.31 : Appareil d'ébullition.



Figure II.32 : Agitateur, les tubes.



Figure II.33 : Appareil de Vicat.



Figure II.34 : Les tamis.



Figure II.35 : Appareil de flexion.



Figure II.36 : Appareil de compression.

Figure II. 37 : Cône d'Abrams du mortier.

II -2 La formulation :

➤ **Mode opératoire :**

Mélanger le sable avec le ciment à tester (CPJ 42.5) [voire fiche technique annexe] et l'eau dans les proportions suivantes : 405 ± 2 g de ciment+45g de métakaolin (10%), 1350 ± 5 g de sable (1/3) sable de [Djamaa] et (2/3) [38] de sable concassé avec un rapport E/C=0.55 (225 ± 1 g d'eau).

Avant d'être utilisé pour l'identification de caractéristiques physiques et/ou mécaniques, ce mortier est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme EN 196-1 : Introduire l'eau en premier dans la cuve du malaxeur ; y verser ensuite le ciment ; aussitôt après, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente. Après 30 s de malaxage introduire régulièrement le sable pendant les 30s suivantes. Mettre alors le malaxeur à sa vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires. Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s.

Pendant les 15 premières secondes enlever au moyen d'une raclette 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. Ces opérations de malaxage sont récapitulées dans le tableau (II.3) :

Tableau II.3: Opérations de malaxage.

Opérations	Introduction de l'eau	Introduction du ciment		Introduction du sable		Raclage de la cuve		
Durée	-	-	30 s	30 s	30 s	15 s	1 min 15 s	60 s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt		Vitesse rapide

Dimension des éprouvettes : (4×4×16 cm³) et (10×10×10 cm³).

II -3 Les essais :

Les tableaux suivant présenté les températures de la calcination effectué :

➤ Sans superplastifiant :

Tableau II.4 : La température et le temps de la calcination.

Température	450°C			550°C			650°C			750°C			850°C			25°C (T)
Durée de calcination	2h	3h	4h	2h	3h	4h	2h	3h	4h	2h	3h	4h	2h	3h	4h	28 J
Nombre d'éprouvette	18			18			18			18			18			6
Total	90 éprouvettes															6

➤ Avec superplastifiant : (2%)

Tableau II.5 : Température et temps de la calcination.

Température	650°C			750°C			850°C			25°C (T)
Durée de calcination	2h	3h	4h	2h	3h	4h	2h	3h	4h	28J
Nombre d'éprouvette	18			9			18			3
Total	45 éprouvettes									3

II -3-1 Caractéristiques physiques du sable concassé :

II -3-1-1 La masse volumique :

Est une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume $\rho=m/v$.

II -3-1-1-1 La Masse spécifique (absolue) du Sable NF P18- 555 :

Le tableau suivant représente les résultats de la masse volumique absolue :

Tableau II.6 : Masse volumique absolue du sable de concassé.

N° d'essai	M(g)	V ₂ (ml)	V ₁ (ml)	ρ_{abs} (g/ml)	ρ_{moy} (g/ml)
01	300	509	400	2,75	2,72
02	300	510	400	2,72	
03	300	511	400	2,70	

II -3-1-1-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554:

Le tableau suivant représente les résultats de la masse volumique apparente :

1- L'état lâche :

Tableau II.7 : Masse volumique apparente du sable concassé à l'état lâche.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ_{app} (g/ml)	ρ_{moy} (g/ml)
01	1197	900	1,33	1,34
02	1215	900	1,35	
03	1201	900	1,33	

2-À l'état compact :

Tableau II.8 : Masse volumique apparente du sable concassé à l'état compact.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ_{app} (g/ml)	ρ_{moy} (g/ml)
01	1365,1	900	1,51	1,49
02	1356,5	900	1,50	
03	1330,4	900	1,48	

II -3-1-2 Equivalant du sable : NF-18-598 :

Cet essai a pour but de mesurer la propriété des sables entrant dans la composition des bétons, le tableau suivant représente les résultats d'équivalent du sable :

Tableau II.9 : Equivalent du sable concassé.

N° d'essai	h ₁ (cm)	h ₂ (cm)	ESV(%)	h ₂ ' (cm)	ESP(%)
01	12,45	9,6	77,1	8,6	69,07
02	13,1	9,5	72,5	8,6	65,64
03	12,75	8,7	68,23	8,5	66,66

II -3-1-3 Analyse granulométrique : [NF P 18-304]:

Le tableau suivant représente les résultats d'analyse granulométrique de sable concassé :

Tableau II.10: L'analyse granulométrique de sable concassé.

Tamis (mm)	Refus MOY	Refus cumulé(g)	Refus (%)	Tamisât cumulé(%)
5	1,93	1,933	0,12	99,87
2,5	258	259,93	17,32	82,67
1,25	683,23	943,16	62,87	37,12
0,63	355,06	1298,23	86,54	13,45
0,315	142,06	1440,3	96,02	3,98
0,16	36,36	1476,66	98,44	1,55
0,08	19,6	1496,26	99,75	0,24
Fond	2,73	1499	99,93	0,06

II -3-2 Caractéristiques physiques du sable de Djamaa :**II -3-2-1 La Masse spécifique (absolue) du Sable NF P18- 555 :**

Le tableau suivant représente les résultats de la masse volumique absolue du sable de Djamaa :

Tableau II.11 : Masse volumique absolue du sable de Djamaa.

N° d'essai	M(g)	V ₂ (ml)	V ₁ (ml)	ρ _{abs} (g/ml)	ρ _{moy} (g/ml)
01	300	417	300	2,56	2,58
02	300	416	300	2,58	
03	300	415	300	2,6	

II -3-2-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554:

Les résultats sont regroupés dans les tableaux suivant :

1-À l'état lâche:

Tableau II 12: Masse volumique apparente de sable de Djamaa à l'état lâche.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ _{app} (g/ml)	ρ _{moy} (g/ml)
01	1274	900	1,415	1,41
02	1266	900	1,406	
03	1271	900	1,412	

2- À l'état compact:

Tableau II.13 : Masse volumique apparente de sable de Djamaa à l'état compact.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ _{app} (g/ml)	ρ _{moy} (g/ml)
01	1549,9	900	1,722	1,72
02	1555,7	900	1,728	
03	1551	900	1,723	

II -3-2-3 Equivalent du sable : NF-18-598 :

Le mode opératoire est le même que l'on a utilisé pour l'équivalent du sable Djamaa.

Tableau II.14 : Equivalent de sable de Djamaa.

N° d'essai	h ₁ (cm)	h ₂ (cm)	ESV(%)	h ₂ ' (cm)	ESP(%)	Moy
01	9,85	8,75	88,83	8,75	88,83	88.83
02	9,85	9	91,37	8,75	88,83	
03	9,85	9	91,37	8,75	88,83	

II -3-2-4 Analyse granulométrique : [NF P 18-304]

Les résultats d'analyse granulométrique du sable de Djamaa dans le tableau suivant :

Tableau II.15: L'analyse granulométrique de sable de Djamaa.

Tamis (mm)	Refus MOY	Refus cumulé(g)	Refus (%)	Tamisât cumulé(%)
5	0,6	0,6	0,04	99,96
2,5	12,6	13,2	0,88	99,12
1,25	59,43	72,63	4,84	95,15
0,63	358,23	430,86	28,72	71,27
0,315	738,1	1168,96	77,93	22,06
0,16	127,1	1296,06	86,40	13,59
0,08	199,9	1495,96	99,73	0,26
Fond	3,36	1499,33	99,95	0,04

II -3-3 Caractéristiques physiques du sable mixte :

II -3-3-1 La Masse spécifique (absolue) du Sable NF P18- 555 :

Le tableau suivant représente les résultats de la masse volumique absolue :

Tableau II.16 : Masse volumique absolue du sable mixte.

N° d'essai	M(g)	V ₂ (ml)	V ₁ (ml)	ρ _{abs} (g /ml)	ρ _{moy} (g /ml)
01	300	412	300	2,67	2,64
02	300	412	300	2,67	
03	300	415	300	2,6	

II -3-3-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554**1-À l'état lâche:**

Tableau II.17 : Masse volumique apparente de sable mixte à l'état lâche.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ _{app} (g /ml)	ρ _{moy} (g /ml)
01	1441	900	1,6	1,6
02	1445	900	1,6	
03	1444	900	1,6	

2- À l'état compact:

Tableau II.18 : Masse volumique apparente de sable mixte à l'état compact.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ _{app} (g /ml)	ρ _{moy} (g /ml)
01	1509,4	900	1,67	1,67
02	1505,1	900	1,67	
03	1514	900	1,68	

II -3-3-3 Equivalent de sable : NF-18-598

Les résultats sont regroupés sur le tableau suivant :

Tableau II.19 : Equivalent de sable du sable mixte.

N° d'essai	h ₁ (cm)	h ₂ (cm)	ESV(%)	h ₂ ' (cm)	ESP(%)	Moy
01	11,3	8,5	75,2	7,9	69,9	69.83
02	11,4	8,7	76,3	8	70,1	
03	11,5	8,9	77,3	8	69,5	

II -3-3-3 Analyse granulométrique : [NF P 18-304]

Le tableau suivant représente les résultats de l'analyse granulométrique du sable mixte :

Tableau II.20 : L'analyse granulométrique du sable mixte.

Tamis (mm)	Refus moy (g)	Refus cumulé(g)	Refus (%)	Tamisât cumulé(%)
5	0,8	0,8	0,053	99,94
2,5	156,66	157,46	10,49	89,50
1,25	473,2	630,66	42,04	57,95
0,63	376,06	1006,73	67,11	32,88
0,315	311,03	1317,76	87,85	12,14
0,16	114,9	1432,66	95,51	4,48
0,08	62,06	1494,73	99,64	0,35
Fond	4,96	1499,7	99,98	0,02

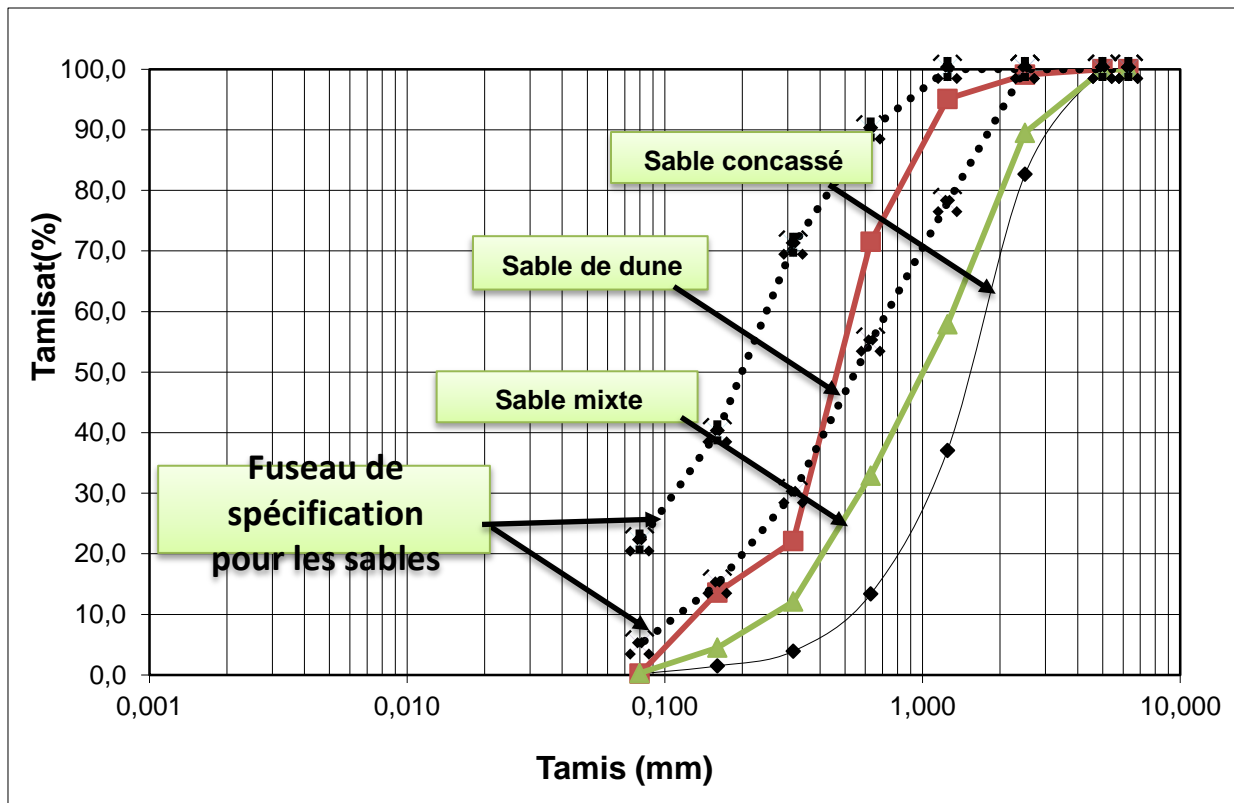


Figure II.38: Courbe d'analyse granulométrique du sable (concasse, de djamaa, mixte).

II -3-2 L'affaissement :

Est un essai réalisé sur le mortier de ciment frais peu fluide pour déterminer sa consistance. Le résultat d'affaissement = 4.5 sur le mortier utilisée (soit témoin ou avec métakaolin).



Figure II.39 : Cône d'affaissement du mortier.

II-3-3 La porosité :

La porosité est calculée par la formule (loi d'ASTEM C642)

$$V_p = C - A / C - D$$

Avec :

V_p : volume des vides(%);

A : poids de l'échantillon après étuvage(g),

C : poids à l'aire après immersion et ébullition(g),

D : poids à l'eau après immersion et ébullition(g),

T : éprouvette témoin,

T_A : éprouvette témoin avec superplastifiant.

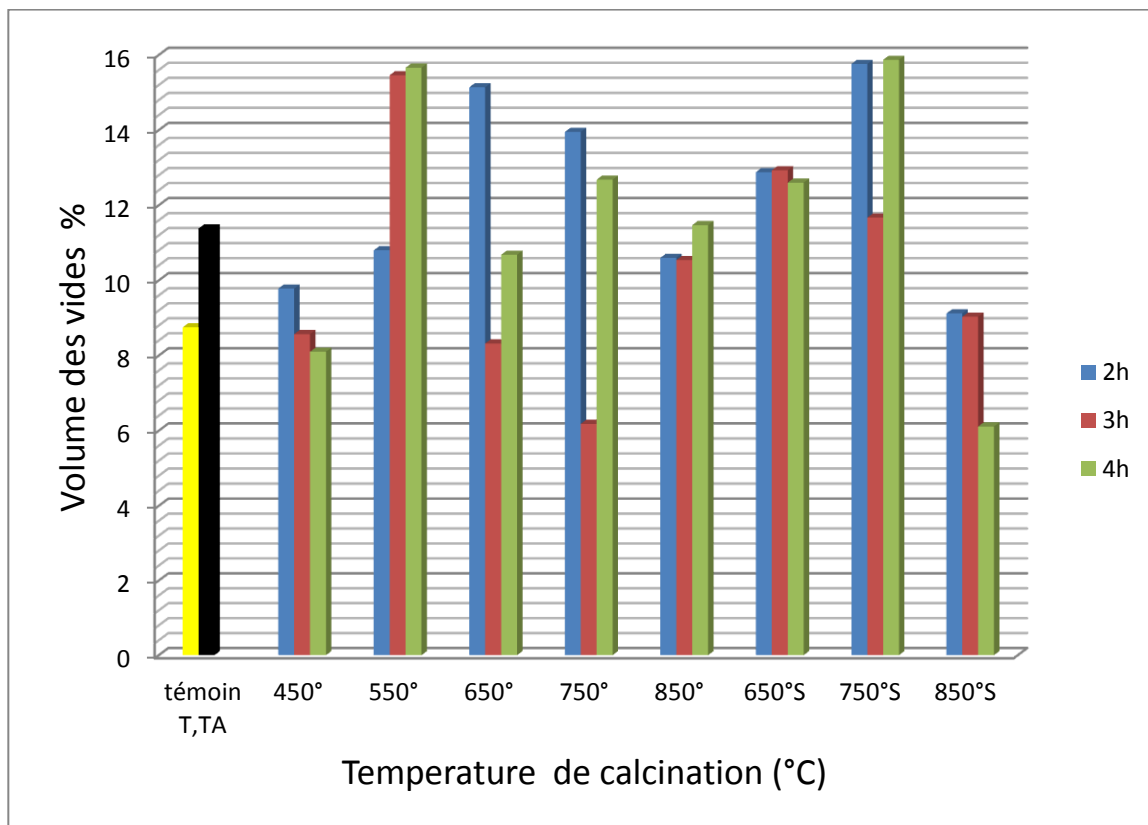


Figure II.40 : Les résultats de la porosité.

IV-3- 4 La consistance, début et fin de prise :

On a effectué l'essai dans laboratoire d'université a la température $T=25^{\circ}\text{C}$ et $E/C=0.25$ d'une patte de ciment+Metakaolin (10%) +l'eau, les résultats d'essai sont présentés sur les figures suivantes :

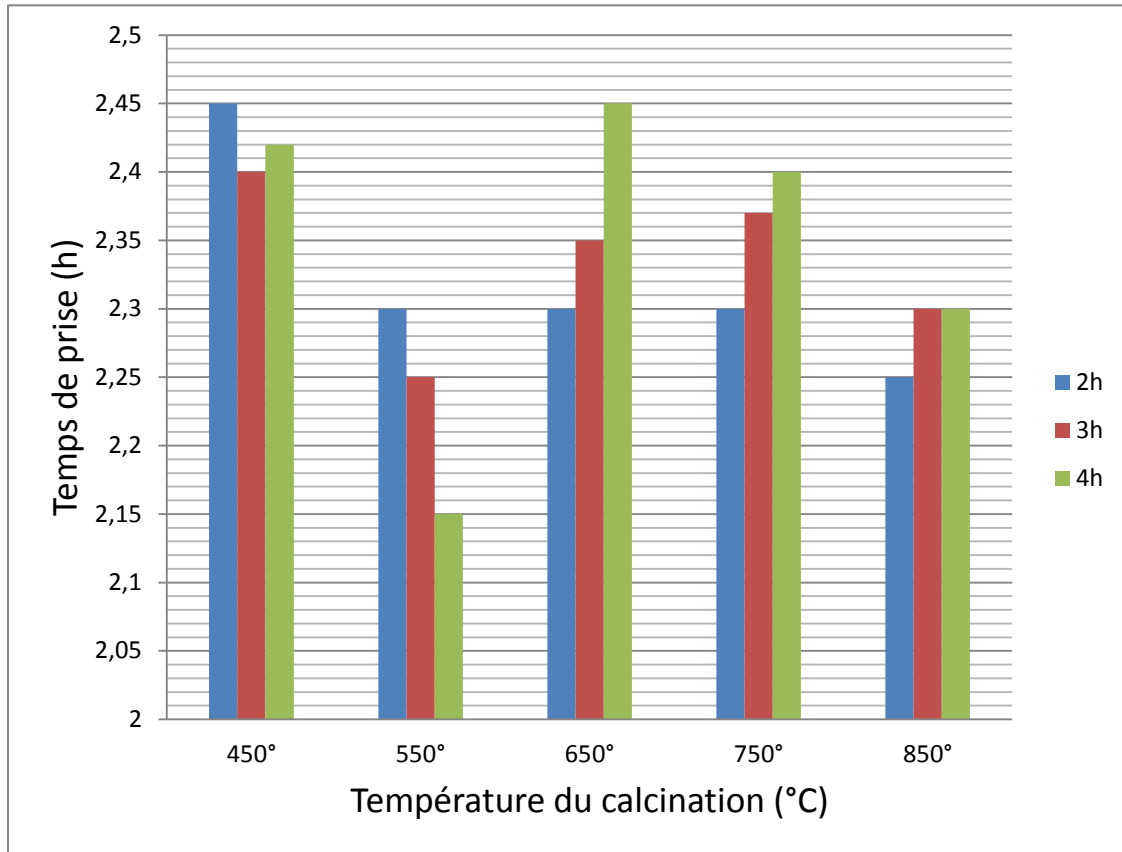


Figure II.41 : Début de prise.

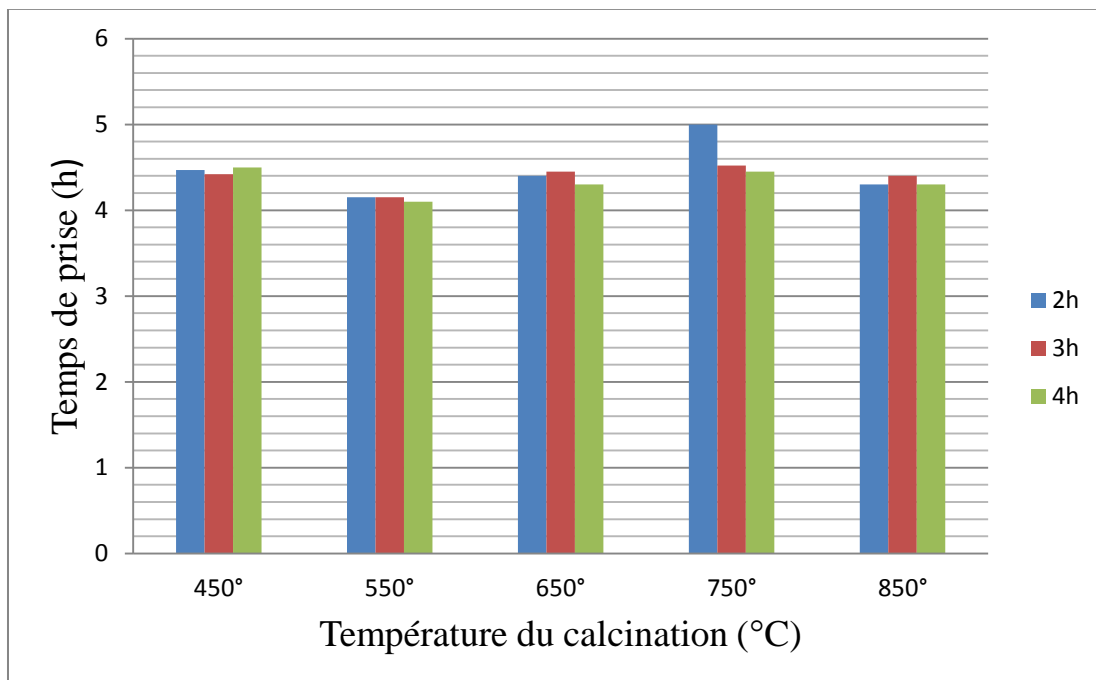


Figure II.42 : Fin de prise.

D'après ces résultats on peut dire que l'effet de la température de calcination du kaolin présente un effet minimal sur la consistance, ainsi que sur le début et la fin de prise du mortier.

La figure suivante représentée la prise du mortier :

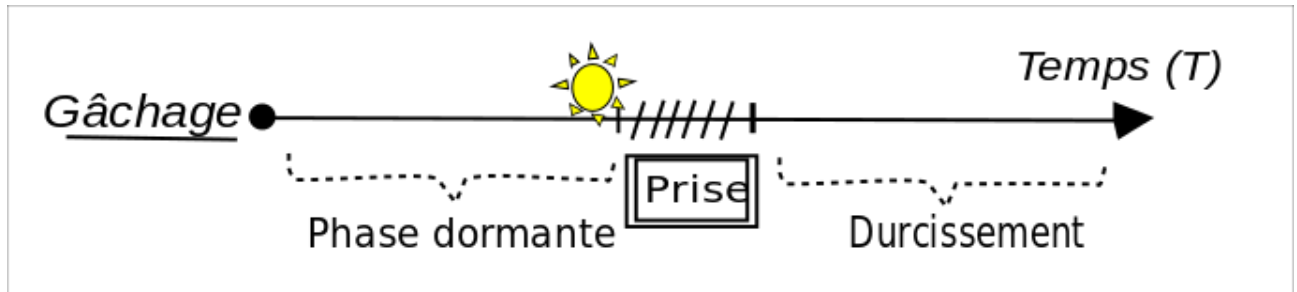


Figure II.43 : Diagramme de prise du mortier [33].

❖ Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons réalisé les essais sur les caractéristiques des matériaux utilisées comme le sable et le métakaolin, en plus nous avons présenté les essais effectués sur le mortier comme l'affaissement, la porosité, l'analyse granulométrique et la consistance, ainsi que le début et la fin de prise.

CHAPITRE III:

Résultats et interprétations

Chapitre III : Résultats et interprétations❖ Introduction :

Dans ce chapitre nous présentons les résultats expérimentaux des essais réalisés ainsi que leurs interprétations.

III - 4 Comportement mécanique du mortier à base de métakaolin :**III - 4-1 Résistance à la compression :**

Les résultats de l'essai de compression réalisé sur des éprouvettes de mortier à base de métakaolin à l'âge de 28 jours de durcissement, sont présentés respectivement par les figures suivantes :

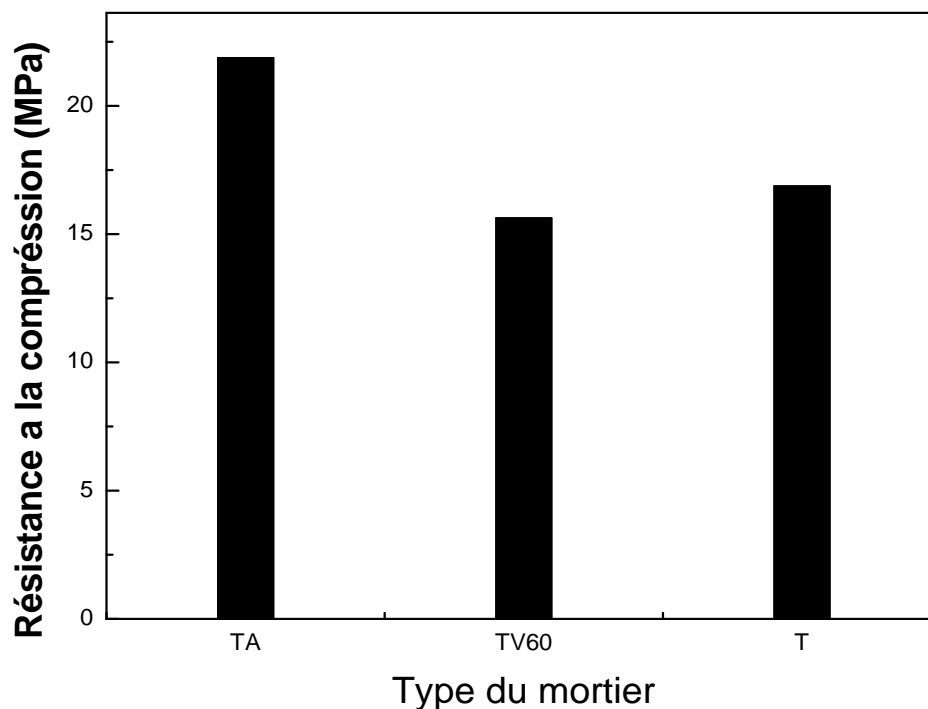
➤ Sans superplastifiant :

Figure III.44 : Résistance à la compression des mortiers témoins

(TA : mortier avec superplastifiant, TV₆₀:mortier sans superplastifiant avec 60 coups successivement, T: mortier sans superplastifiant).

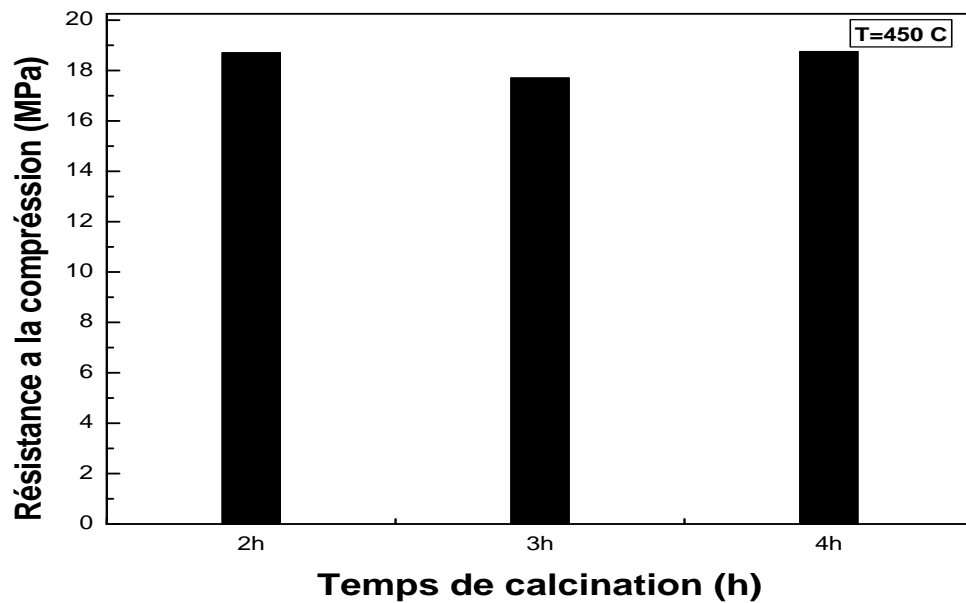


Figure III.45: Résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 450°C.

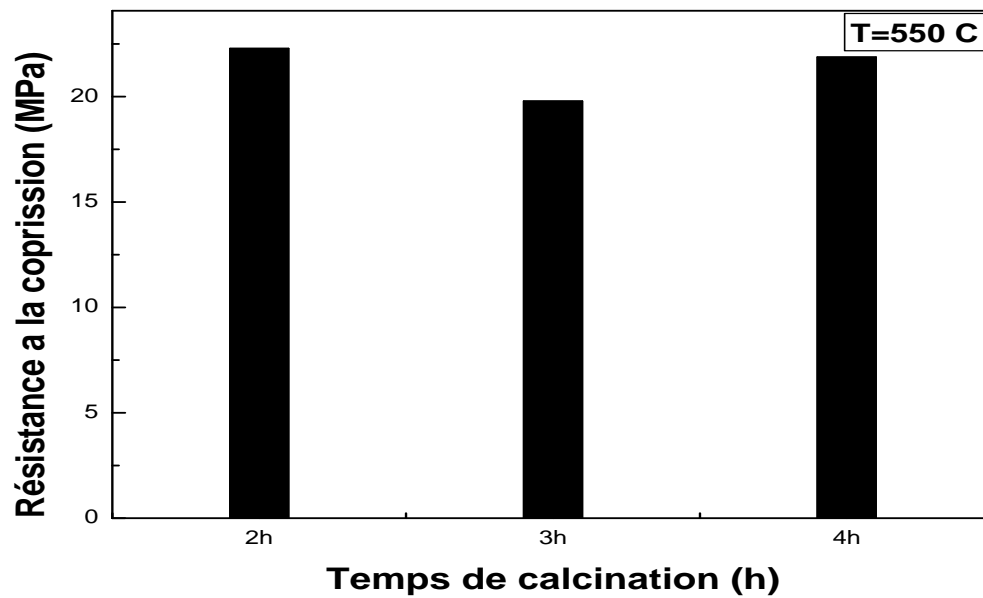


Figure III.46: Résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 550°C.

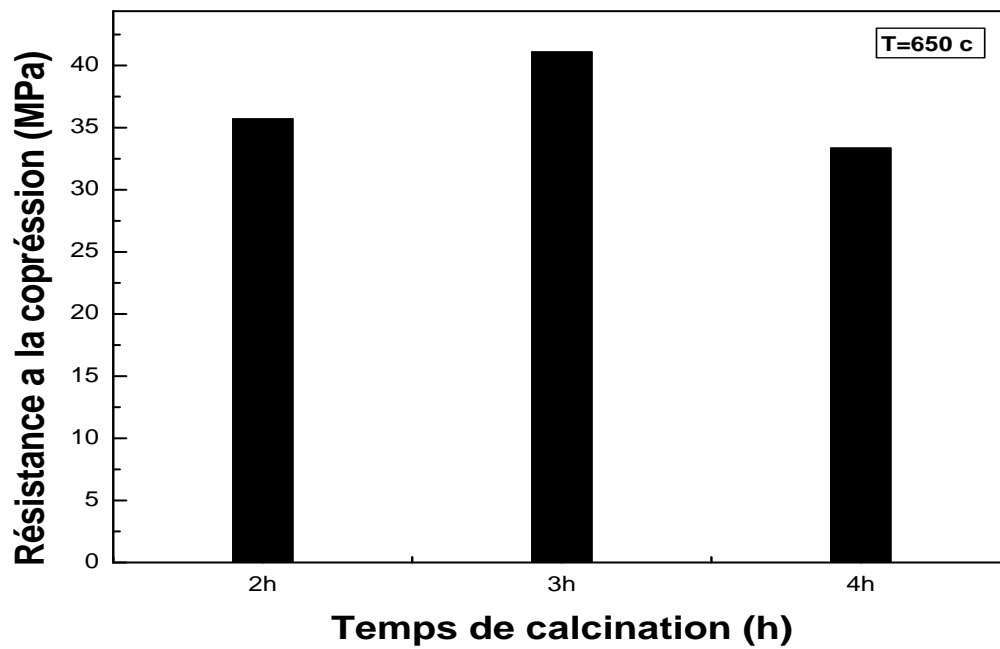


Figure III.47: Résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 650°C.

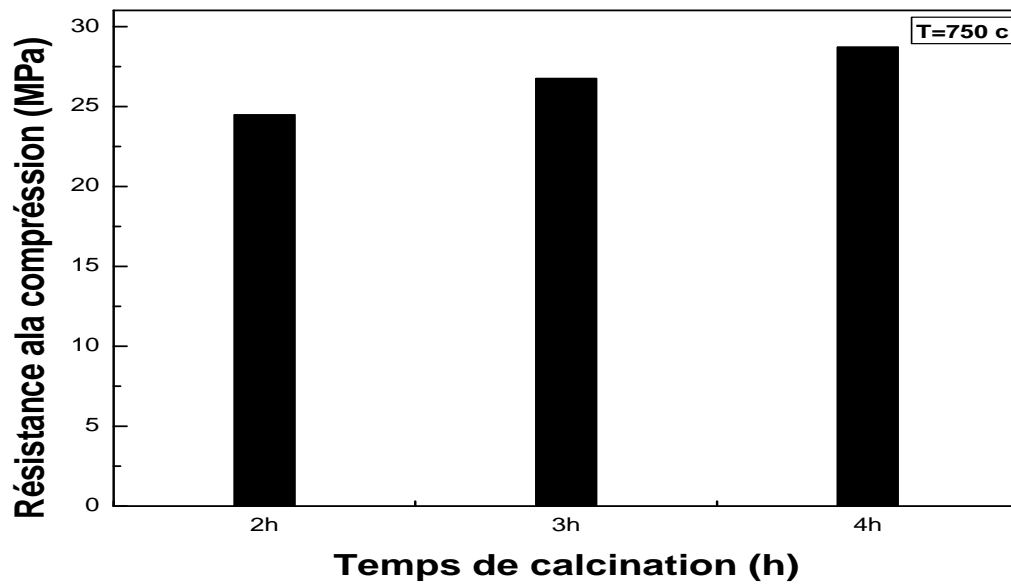


Figure III.48: Résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 750°C.

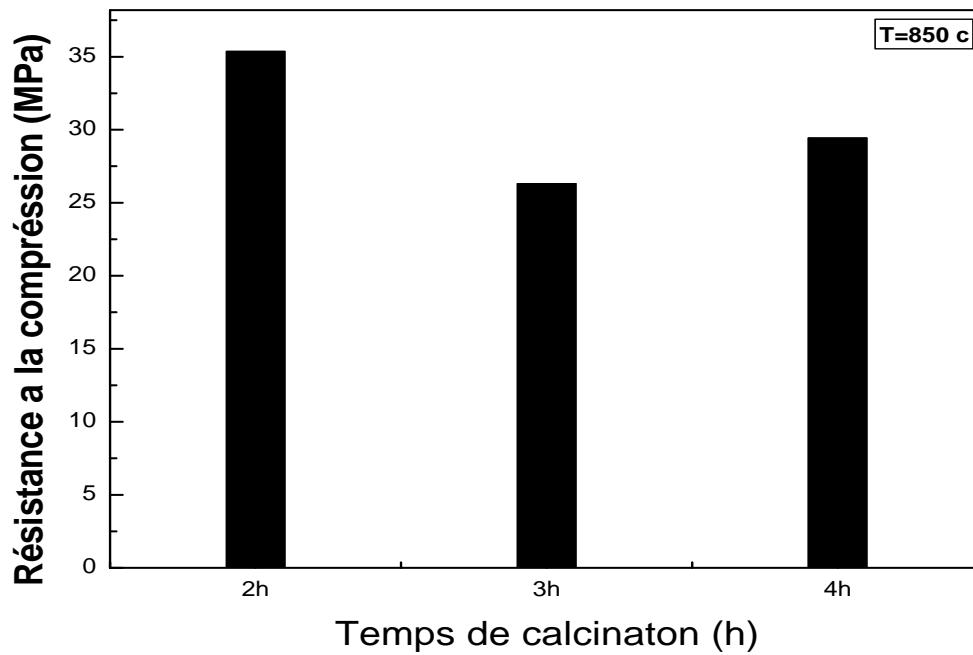


Figure III.49 : Résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 850°C.

➤ Avec superplastifiant :

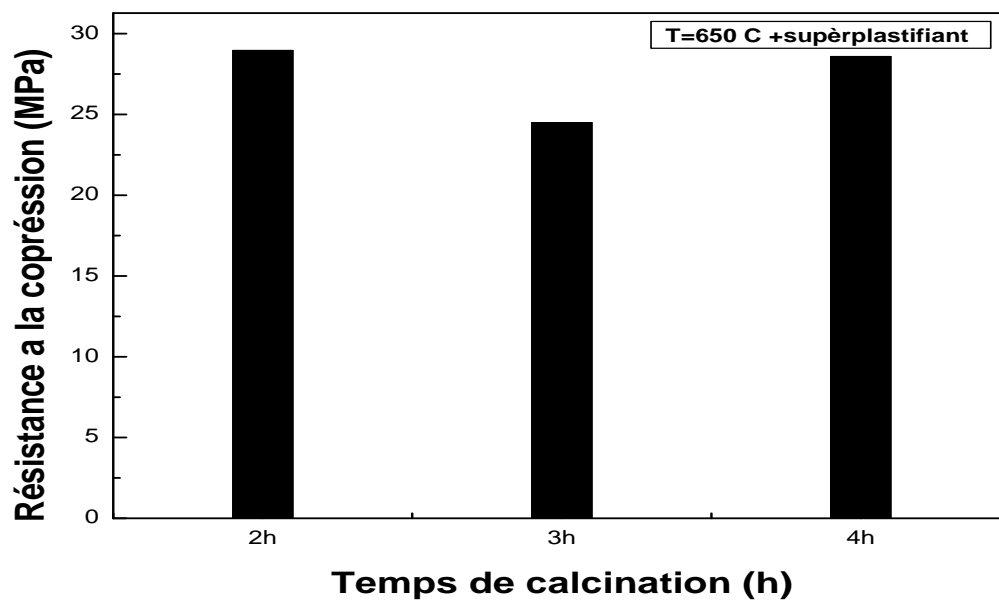


Figure III.50 : La résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps du calcination à 650°C avec superplastifiante.

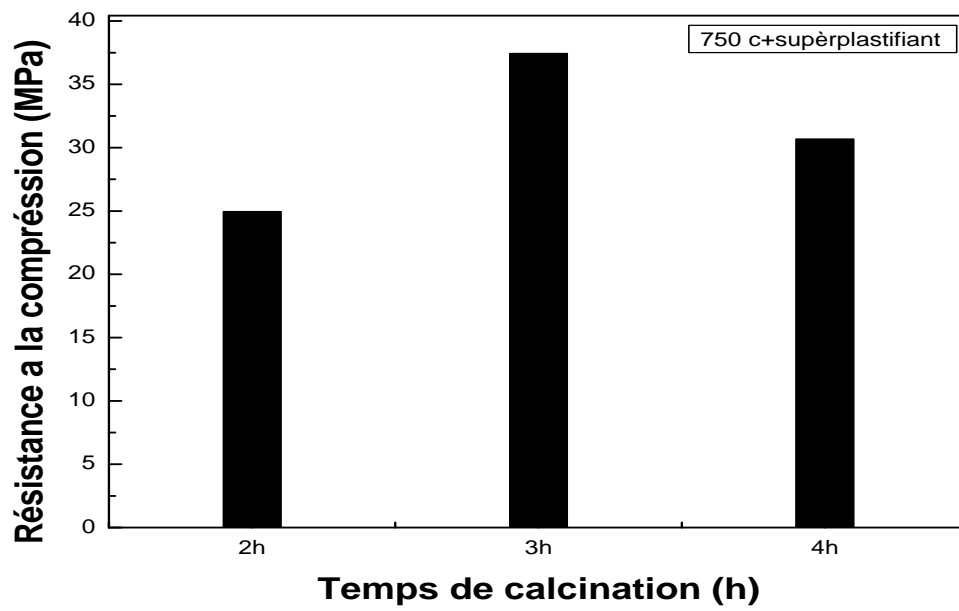


Figure III.51 : La résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 750°C avec esuperplastifiante.

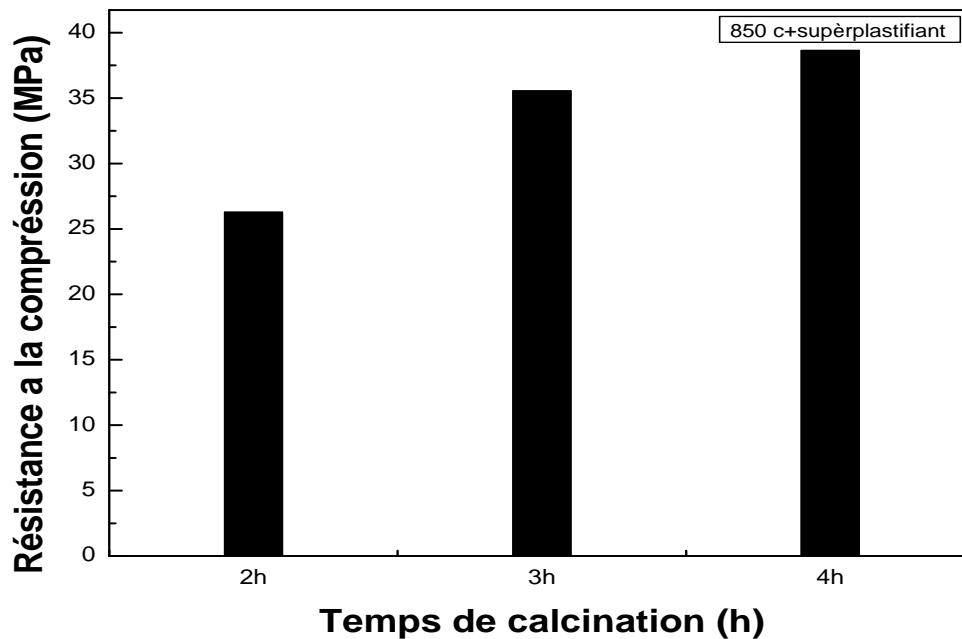


Figure III.52 La résistance à la compression des éprouvettes en fonction de temps de calcination à 850°C avec superplastifiant.

IV- 4-2 Résistance à la flexion :

Les résultats d'essais de résistance à la flexion réalisés sur des éprouvettes de mortier à base de métakaolin à l'âge de 28 jours de durcissement, sont présentés respectivement dans les figures suivantes :

➤ Sans superplastifiant :

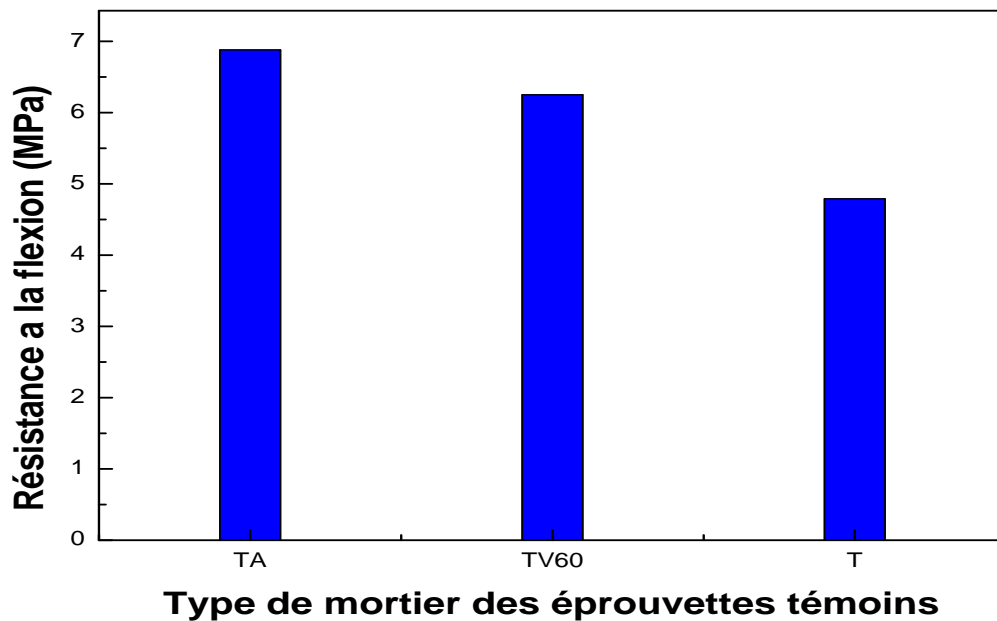


Figure III.53: Résistance à la flexion du mortier témoin.

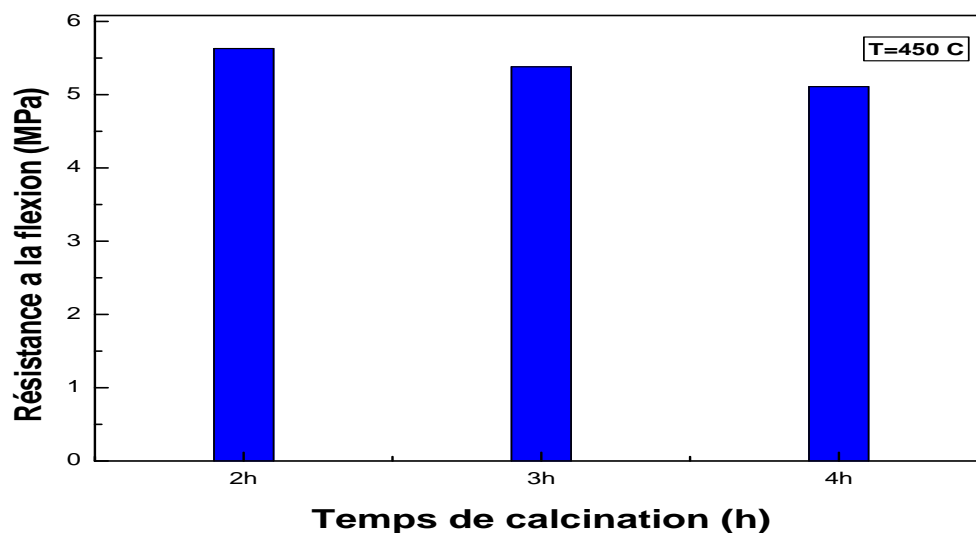


Figure III.54: Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 450°C.

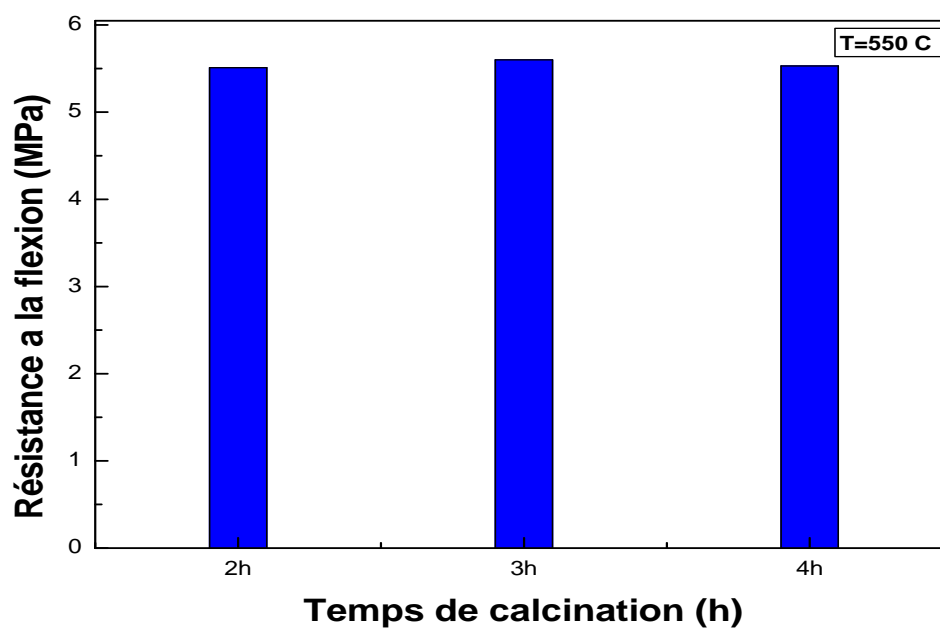


Figure III.55 Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 550°C.

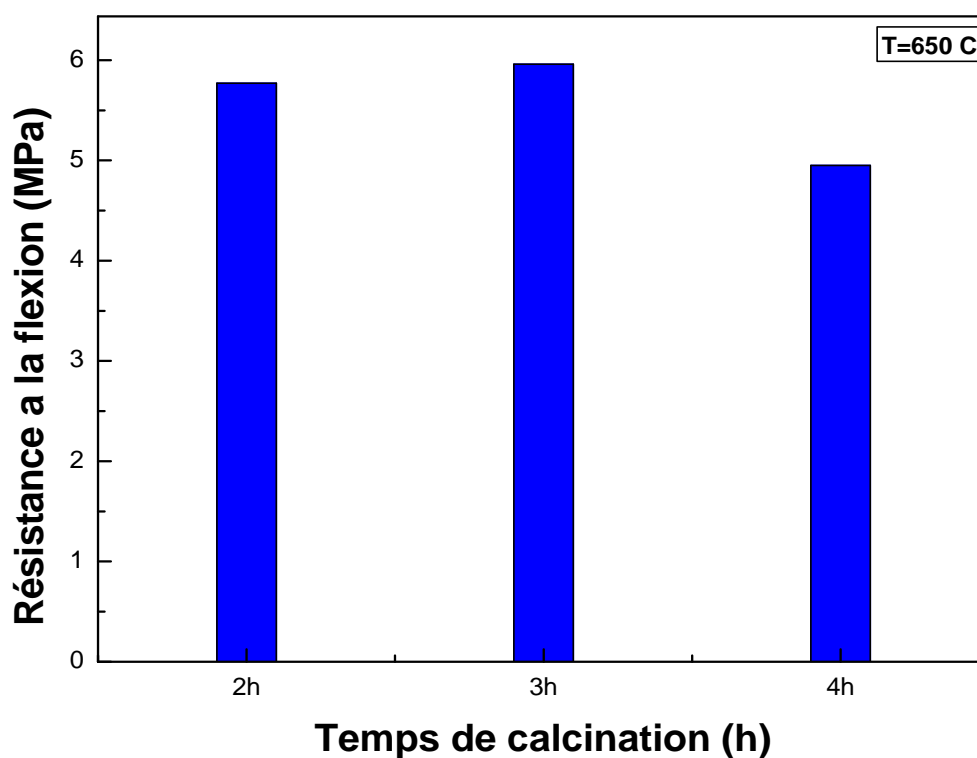


Figure III.56: Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 650°C.

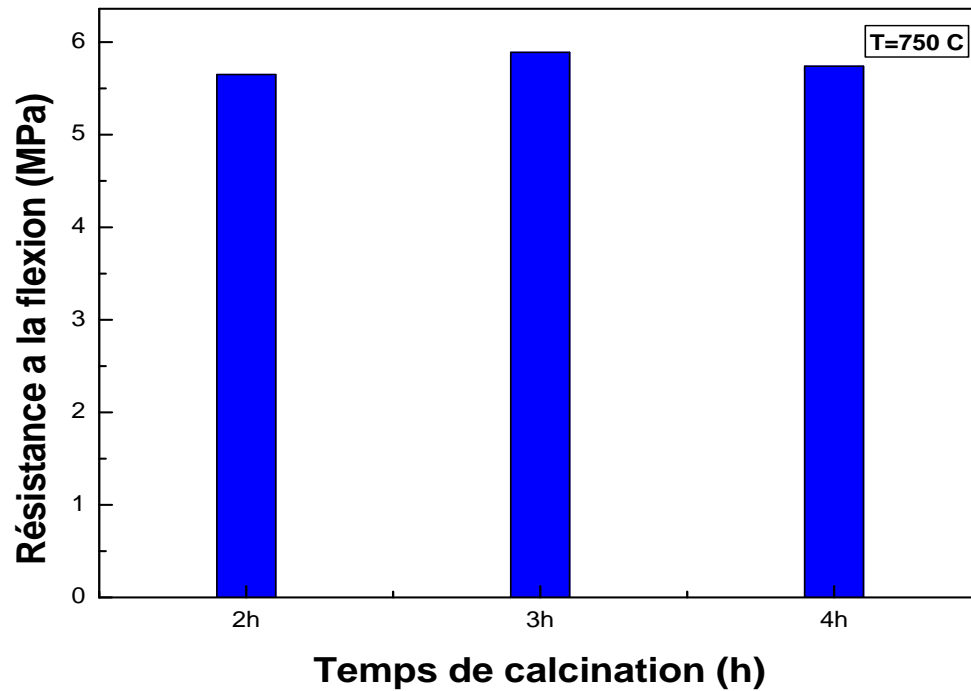


Figure III.57: Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 750°C.

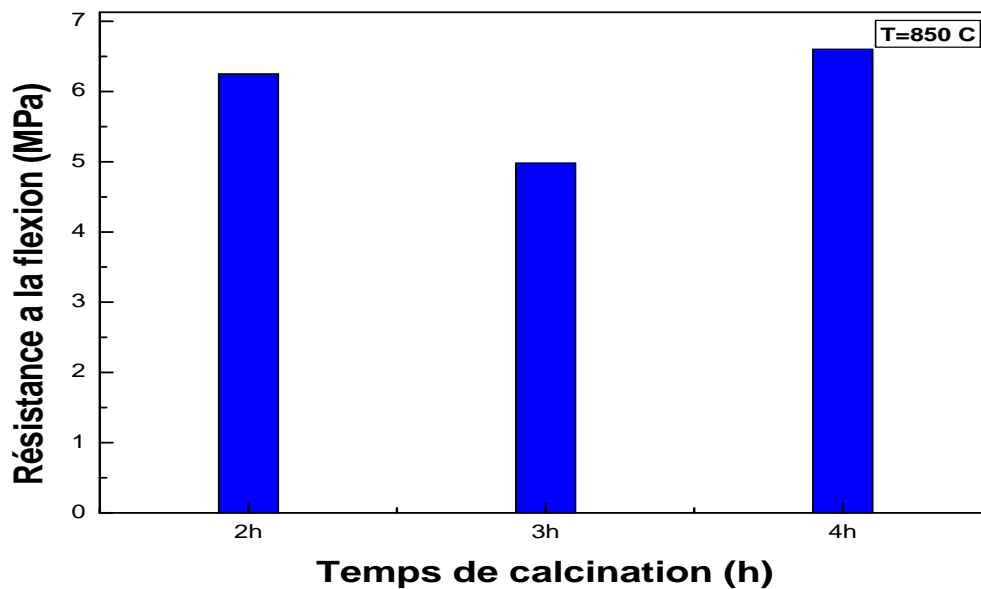


Figure III.58: Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 850°C.

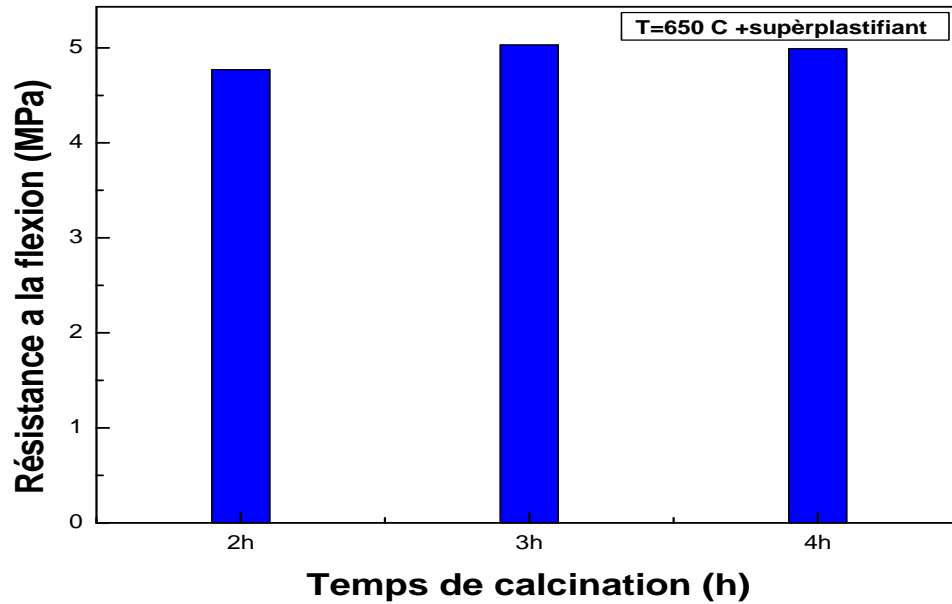
➤ Avec superplastifiant :

Figure III.59: Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 650°C avec superplastifiant.

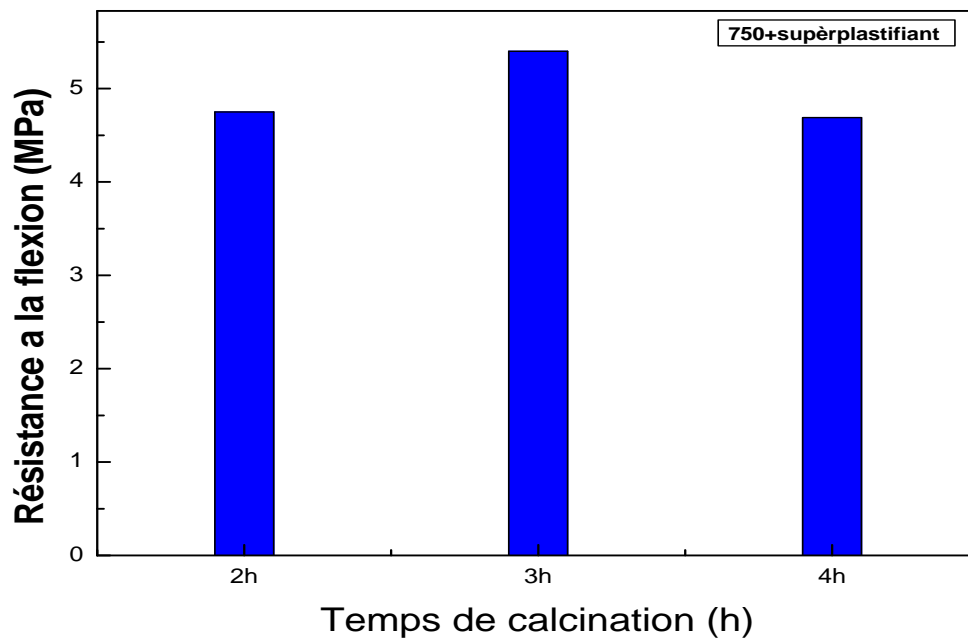


Figure III.60 : Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 750°C avec superplastifiant.

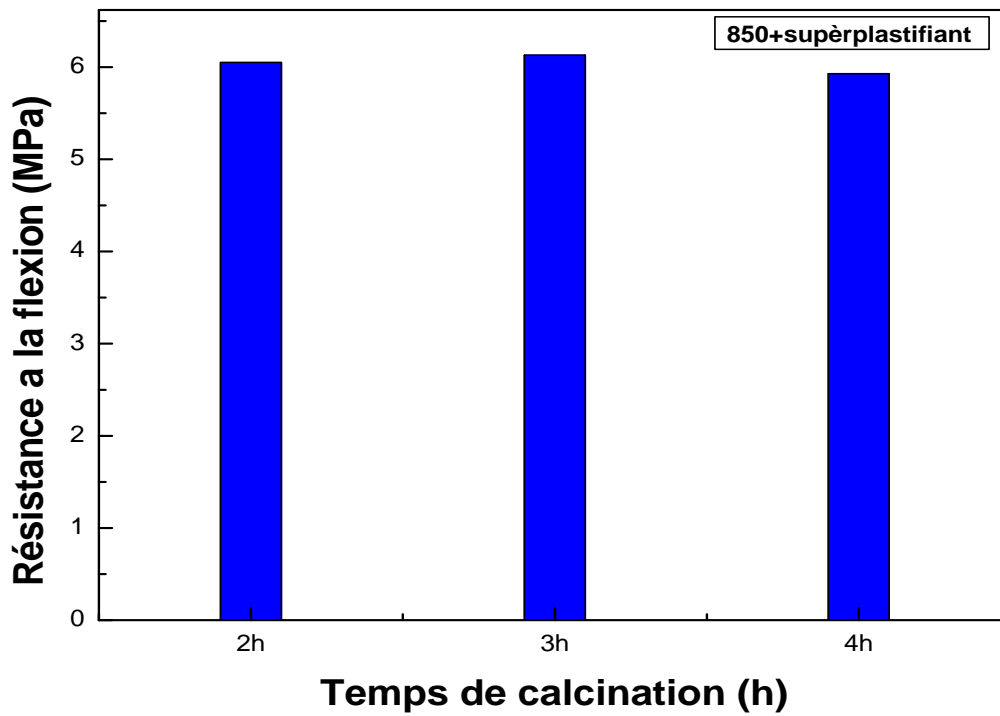


Figure III.61 : Résistance à la flexion du mortier en fonction du temps de calcination à 750°C avec superplastifiant.

Les résultats des essais de la résistance à la compression et à la flexion dans les courbes suivantes :

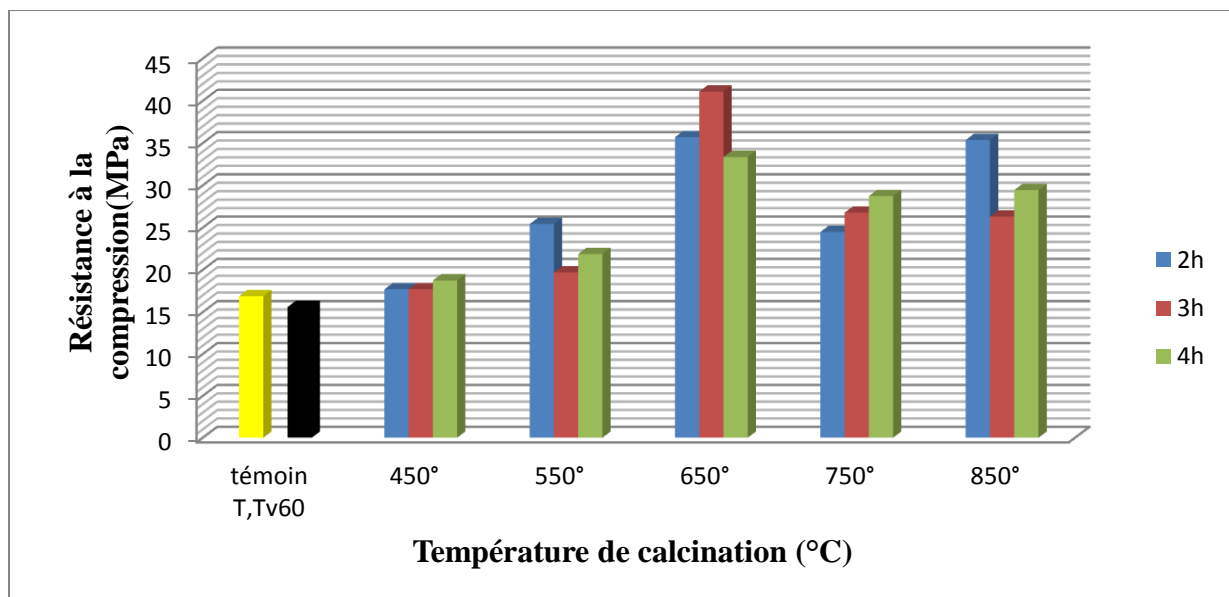


Figure III.62 : Résistance à la compression de toutes les éprouvettes sans superplastifiant.

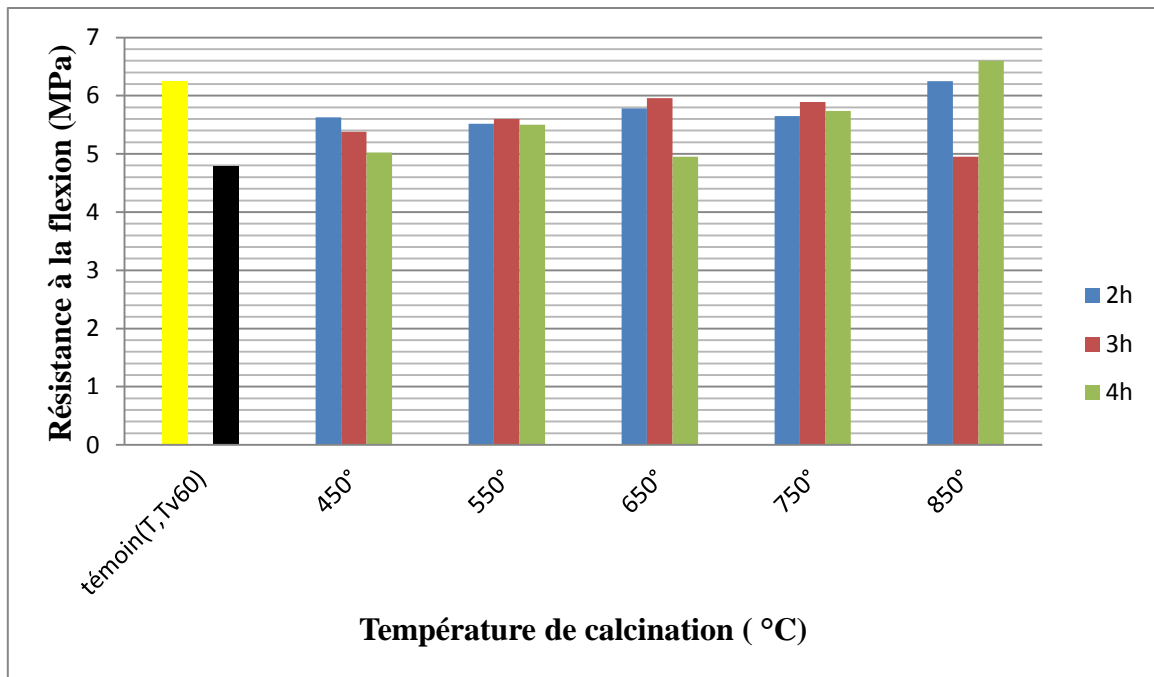


Figure III.63 : Résistance à la flexion de toutes les éprouvettes sans superplastifiant.

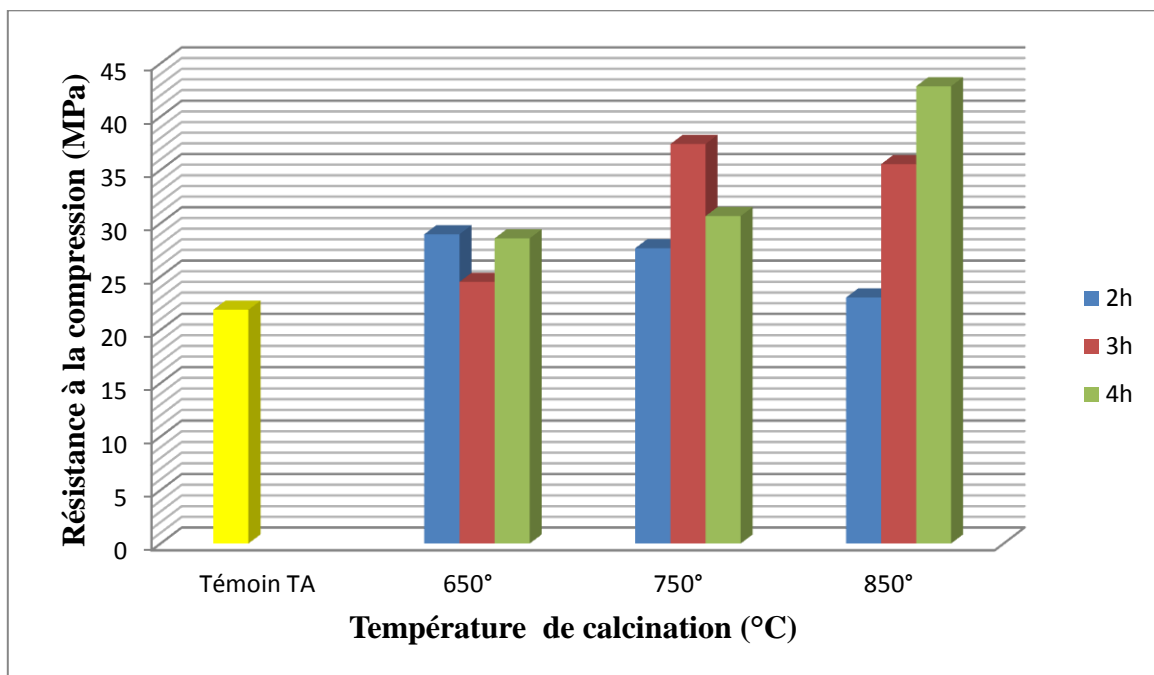


Figure III.64 : Résistance à la compression de toutes les éprouvettes avec Superplastifiant.

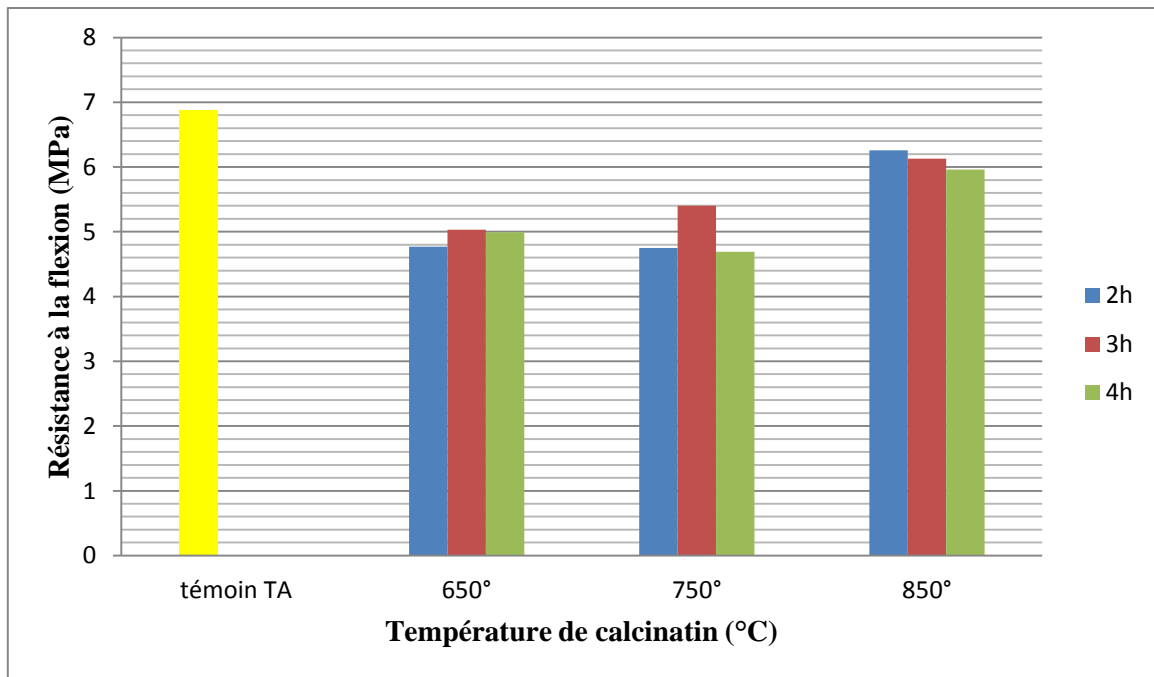


Figure III.65 : Résistance à la flexion de toutes les éprouvettes avec superplastifiant.

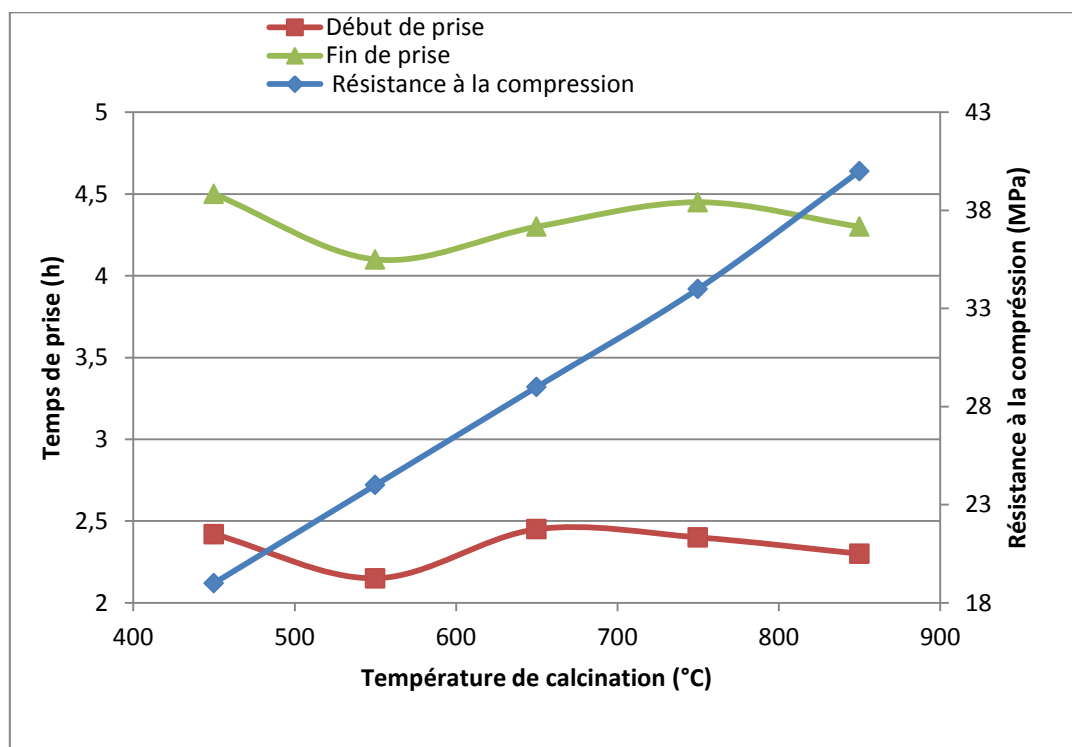


Figure III.66: Résistance à la compression et le temps de prise en fonction du temps de calcination.

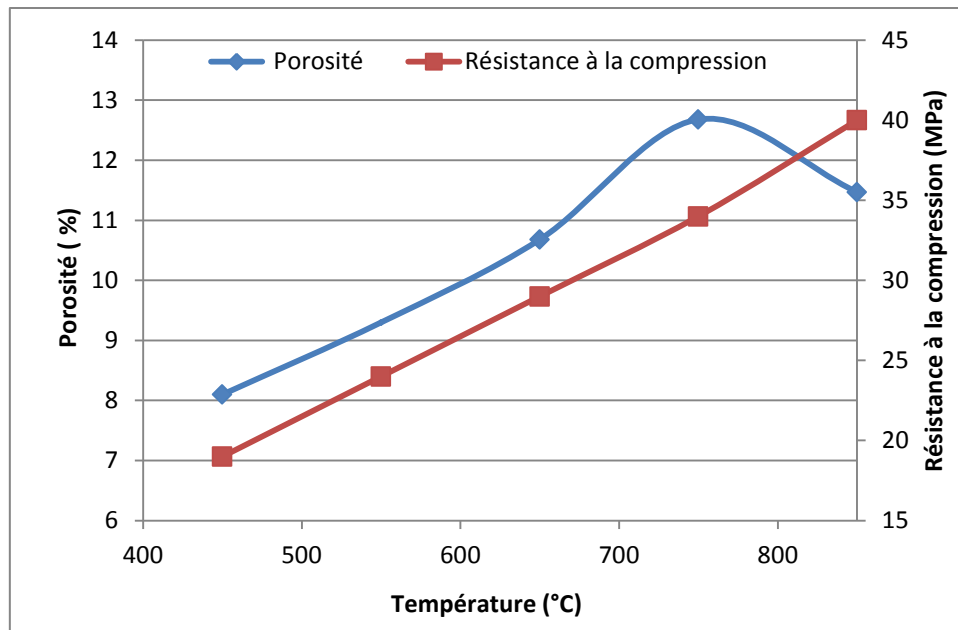


Figure III.67: Résistance à la compression et la porosité en fonction de temps de calcination.

III - 5 L'interprétation des résultats :

III -5-1 La résistance mécanique à la compression :

On remarque que la bonne résistance est donnée pour la température de calcination 650°C dans le cas du mortier sans superplastifiant et la température de calcination à 850°C si le mortier est avec superplastifiant. Les résultats présentent un pic de résistance. Au-delà de ce pic la résistance chute à 450 °C comme le montre la figure (III-42). L'analyse des résultats des figures (III-41 jusqu'à 49) montre que la résistance mécanique à 28j augmente pour les hautes températures (650°C, 750°C et 850°C).

On observe que la résistance à la flexion donne de bons résultats pour toutes les températures de calcination et la valeur maximale de résistance est donnée pour la température de 850°C comme le montre les figures de III-50 à III-58.

III -5-3 Effet de la température de calcination :

D'après les résultats obtenus, les grandes températures de calcination à une durée de 3 à 4 heures donnent des bons résultats de résistance par exemple à la température de 850°C la résistance à la compression peut aller jusqu'à 45 MPa.

III -5- 4 Effet du temps de prise :

D'après les résultats de la figure (III-66), on constate que la résistance à la compression augmente avec le temps de calcination et que le début et la fin de prise n'ont pas d'effet sur cette résistance.

En plus on constate que la différence entre le début et la fin de prise reste constant en fonction de la température de calcination.

III -5- 5 Effet de la porosité :

D'après les résultats de la figure (III-67), on peut dire que la porosité augmente avec le temps de calcination jusqu'à une valeur maximale de 750 °C, alors que la résistance à la compression croît linéairement avec le temps de calcination.

❖ Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons formulé un mortier à base de métakaolin avec différentes températures et durées de calcination.

On plus nous avons examiné la variation de la résistance mécanique à la compression et à la flexion en fonction de temps de calcination qu'on a présenté sous forme de courbes.

Conclusion générale

❖ Conclusion générale :

Les résultats obtenus dans ce travail nous amènent aux conclusions suivantes:

- Le métakaolin améliore la performance du béton à travers deux actions : la première est physique attribuée à sa finesse permettant le remplissage des pores alors que la deuxième est chimique due au caractère pouzzolanique du métakaolin.
- Pour la transformation du kaolin en métakaolin, une température entre 650 °C et 850°C est nécessaire.
- Les propriétés des métakaolins dépendent fortement de leur surface spécifique, de la taille des particules et de leurs compositions chimiques et minéralogiques.
- La substitutions de 10 et 15% du ciment par du métakaolin augmente la résistance à la compression et à la traction.
- Le métakaolin améliore les performances mécaniques des mortiers.
- La bonne résistance est donnée pour la température de calcination 650°C pour le cas du mortier sans superplastifiant et une température de 850°C pour le cas avec superplastifiant.
- La résistance à 450 °C est la plus faible comme le montre les résultats obtenu.
- La résistance mécanique à 28j augmente pour les hautes températures (650°C, 750°C et 850°C).
- Pour la résistance à la flexion la bonne résistance est obtenue pour la température de 850°.
- La résistance à la compression augmente avec le temps de calcination et que le début et la fin de prise n'ont pas d'effet sur cette résistance.
- La porosité augmente avec le temps de calcination jusqu'à une valeur maximale à 750 °C, alors que la résistance à la compression croit linéairement avec le temps de calcination.

Ce qui permet de conclure que le métakaolin est un substitut efficace capable de réduire le contenu de ciment pour l'obtention de mortiers équivalents, économiques et contribuer à réduire le dosage en ciment et ainsi à résoudre les problèmes liés à l'environnement dans la production du ciment.

❖ Références bibliographiques :

- [1]- William-D Jr Callister, « Science et génie des matériaux », Modulo Edition, 2001.
- [2]- R. dupain, R. Lanchon, J-C. Saint-Arroman « Granulat, sols, ciment et béton » Edition Casteilla, Paris, 2004.
- [3]- L. Baali, Cours de MDC, Licence Université de M'sila.
- [4]- Bétons et mortiers : préparation et mise en oeuvre sur chantier / Cimbéton. - 2e édition . - La Défense : Cimbéton, 1996 . - 1 vol. (32 p.)
- [5]- Arezki Tagni Hamou «Microstructure et physico-chimie des ciments et des bétons, chapitre 8 », Thèse de Doctorat, 2014, Université de Sherbrooke.
- [6]- CIMBETON, les bétons : formulation, fabrication et mise en œuvre, Tome2, 137p, janvier 2013,
- [7]-GCI712 « Durabilité et réparation du béton », département Génie civil, Université de Sherbrooke-Canada, Avril, 2009.
- [8]- P. Sylver, science des matériaux, université pierre et marie curie 2005, 2006.
- [9]- Laboratoire de Mécanique et Technologie – Cachan (ENS Cachan/CNRS UMR8535/UPMC/PRES UniverSud Paris), Cachan, France
- [10]http://www.univchlef.dz/fgca/doc/cours/polycopie_rdm_1_licence_2_genie_civil_harichan_z.pdf, consulté le 24/04/2018
- [11] - Oliveira, L. A. P., Jalali, S., Fernandes, J. M., & Torres, E. (2005). L'emploi de métaKaolin dans la production de béton écologiquement efficace. *Materials and structures*, 38(3), 403-410.
- [12]- Université de Toulouse; UPS, INSA; LMDC (Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions), Toulouse Cedex 4, FranceThèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 2011 24.03.2018
- [13]-<https://fr.wikipedia.org/wiki/Calcination>, consulté le 24.04.2018
- [14]- Le site web: www.whitemudresources.com , consulté le 15/04/2018
- [15] - http://www.argeco.fr/le_metakaolin.php, consulté le 24.04.2018
- [16] -wikipedia.org/wiki/compression,
- [17]- [https://fr.wikipedia.org/wiki/Flexion_\(mat%C3%A9riau\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/Flexion_(mat%C3%A9riau))
- [18] -[wikipedia.org/wiki/Filler_\(g%C3%A9otechnique\)](http://wikipedia.org/wiki/Filler_(g%C3%A9otechnique))
- [19]-ZEROUB hamid « valorisation du verre l'élaboration de béton durable (approche expérimentale) »mémoire de magister (spécialité SCIENCES ET GENIE MATERIAUX) option physico-chimie des matériaux minéraux Boumerdes 15/04/2018

[20]:A.KERBOUCHE. « Influence des ajouts minéraux sur les propriétés mécaniques des bétons » mémoire de magister .UST Oran 2009.

[21] - M VENUAT. La pratique des ciments, mortiers et bétons-Tome 1 : « caractéristiques des liants et des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers »- édition2-Collection moniteur.1989

[22]- SOPHIE Housson « étude physique chimique et mécanique des interactions cimentfiller. Application aux mortiers ».thèse de l'institut national polytechnique de grenoble et de l'école nationale supérieure des mines de Saint –Etienne (spécialité : Génie des procédés).

[23] -T.W.Davies, (Equipment for the study of flash heating of particules suspension). High Temperature Technology. Vol. 3, 1984, p141-147.

[24]- J.P.Henin, A. Pinoncely, (FCB et la calcination flash). Mines et Carriers Technologies, Vol.6, 1986, p249-252.

[25]-S.Salvador, (Production de pouzzolanes de synthèse par calcination flash de sols argileux : etude des produits et conception d'une installation). These INSA de Toulouse, 1992, 177p.

[26]- P. Y. Chen, M. L. Lin, Z. Zheng, (On the origin of the name kaolin and kaolin deposits of the Kauling and Dazhou areas), Kiangsi, China, Applied Clay Science, Vol. 12, 1997, p125.

[27]- H. H. Murray, (Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite : a general overview), Applied Clay Science, Vol. 17, 2000, p207-221.

[28]- C.Bich; (contribution a l'étude de l'activation thermique Du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique), Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon ,09 mars 2005

[29]Université de Bechar, FIMAS (Laboratoire Fiabilité des Matériaux et Structures), BP.417, 08000, BECHAR, Algérie 04.05.2018

[30] Université USTHB, SGM (Laboratoire des sciences et Génie des Matériaux), BP.32, El Alia Bab Ezouar, 16000, ALGER, Algérie 04.05.2018

[31]Université de Saad Dahleb-Blida, Algérie, sdkenai@yahoo.com 03.05.2018

[32] L2MGC-Université de Cergy Pontoise - 5 Mail Gay-Lussac, Neuville Sur Oise 95031 Cergy Pontoise Cedex. Elhem.ghorbel@u-cergy.fr 20.03.2018.

[33] C.Bich; (contribution a l'étude de l'activation thermique Du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique), Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon ,09 mars 2005

[34] R.T.C. SLADE, T.W. DAVIES, H. ATAKUL, R.M. HOOPER, (Flash calcines of kaolinites: effect of process variable on physical characteristics). Journal of materials science, vol. 27, 1992, p2490-2500.

[35] T.W. DAVIES, (Equipment for the study of flash heating of particule suspension. High Temperature Technology), vol. 2, n°3, 1984, p141-147.

[36] S.BUATHIER, (Modélisation en régime dynamique d'un four tournant). Rapport de stage de DEA. DEA Procédés, systèmes matériaux. Toulouse: Université de Toulouse, 1998, p43.

[37] J.PERA, (Developpement of new binders by recycling papers sludges). Lyon: Project funded by The European community under the Brite/Euram Project, 1997, p85

[38] Tebbal, Nadia, and Zine El Abidine Rahmouni."Influence of Locale Sand on the Physicomechanical Comportment and Durability of High Performance Concrete". Advances in Civil Engineering 2016 (2016): 126-135.

Annexe

MATINE
Ciment pour béton exigeant
CEM II/B 42,5 N NA 442



FICHE TECHNIQUE

Réf : DC/FT MT. v03

MATINE est un ciment gris de hautes résistances initiales et finales, résultat de la mouture du clinker obtenu par cuisson jusqu'à la fusion partielle (clinkérisation) d'un mélange convenablement dosé et homogénéisé de calcaire et d'argile.

Ce ciment est constitué d'oxydes minéraux dont les principaux sont la chaux (CaO) à fonction basique et la silice (SiO²) à caractère acide. On trouve également l'alumine (Al²O³) et le fer (Fe²O³). ils sont rendus aptes à réagir entre eux et avec l'eau par traitement thermique à des températures comprises entre 1300 et 1500°C. En présence d'eau a lieu la réaction d'hydratation consistant en la formation d'un réseau résistant (propriété hydraulique) constitué principalement de micro-cristaux de silicates de calcium hydratés.

MATINE présente des performances mécaniques et des caractéristiques physico-chimiques conformes à la norme NA 442, EN 197-1 et à la norme NF P 15-301/94.

Domaine d'utilisation :

MATINE est utilisé pour tous les projets de construction qui nécessitent de hautes résistances mécaniques mais qui ne présentent pas un besoin spécifique en bétons exposés à des conditions sévères comme l'attaque des sulfates du sol ou de l'eau, ainsi que dans les ouvrages dans lesquels le béton n'est pas affecté par le taux de chaleur d'hydratation du ciment.

Les principales applications de ce ciment sont :

- Secteur habitat (logements et d'autres constructions civiles) ;
- Secteur travaux publics (tunnels, ponts, port, aéroport .etc.) ;
- Secteur hydraulique (barrages, châteaux d'eau, stations d'épuration, stations de dessalement, .etc.) ;
- Secteur industriel.

Algerian Cement Company (SPA)

Hammam Dalaa, M'sila (ACC)
Tel: +213.35.50.78.20
Fax: +213.35.55.70.30

Direction générale

33, Rue des Pins, Hydra, Alger
Tél.: +213 (0) 21 48 16 65
Fax : +213 (0) 21 48 16 71

Ciment Blanc Algérien (SPA)

Usine Oggaz (CiBA)
BP 67, 29350, Mascara
Tél. / Fax : +213 (0) 45 84 88 88



MATINE
Ciment pour béton exigeant
CEM II/B 42,5 N NA 442



FICHE TECHNIQUE

Réf : DC/FT MT. v03

Analyses et caractérisation

Analyses chimiques

Perte au feu (%), (NA 5042):	7,50 – 12,00
Résidus insolubles (%), (NA 5042):	0,7 – 2,00
Teneur en sulfates SO3 (%), (NA 5042):	2,00 – 2,70
Teneur en oxyde de magnésium MgO (%):	1,00 – 2,20
Teneur en chlorures (%), (NA 5042):	0,01 – 0,05
Teneur équivalent en alcalis (%):	0,3 – 0,75

Composition hypothétique du clinker (Bogue)

Silicates tricalciques C3S (%):	58 - 64
Silicates bicalciques C2S (%):	12 - 18
Aluminates tricalciques C3A (%):	6,00 – 8,00
Aluminoferrites tetracalciques C4AF (%):	10,00 – 12,00

Propriétés physiques

Consistance normale de la pâte de ciment (%):	25 – 28,50
Finesse suivant la méthode de Blaine (NA 231):	4150 – 5250
Retrait à 28 jours en µm/m	<1 000
Expansion en mm	0,3 – 2,5

Temps de prise à 20°C (NA 230)

Début de prise (min)	140 - 195
Fin de prise (min)	195 - 290

Résistance à la compression (NA 234)

02 jours (MPa)	≥ 10,0
28 jours (MPa)	≥ 42,5

Algerian Cement Company (SPA)

Hammam Dalaa, M'sila (ACC)
Tel: +213.35.50.78.20
Fax: +213.35.55.70.30

Direction générale

33, Rue des Pins, Hydra, Alger
Tél.: +213 (0) 21 48 16 65
Fax : +213 (0) 21 48 16 71

Ciment Blanc Algérien (SPA)

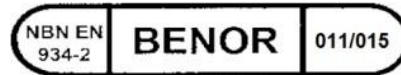
Usine Oggaz (CIBA)
BP 67, 29350, Mascara
Tél. / Fax : +213 (0) 45 84 88 98

LAFARGE
لافارج

FICHE TECHNIQUE

Sikafluid

SUPERPLASTIFIANT / HAUT REDUCTEUR D'EAU



DESCRIPTION DU PRODUIT

Le Sikafluid est un superplastifiant haut réducteur d'eau sans chlorure, à base de polynaphtalènes sulfonés.

DOMAINES D'APPLICATION

Le Sikafluid est un superplastifiant haut réducteur d'eau adapté aux marchés du béton prêt à l'emploi et la Préfabrication.

Il permet la fabrication de:

- Bétons fluides.
- Bétons pompés.
- Bétons à hautes performances.
- Sols industriels et chapes.
- Prédalles en béton précontraint.
- Bétons fermes destinés à la fabrication de pièces manufacturées en démoulage Immédiat (tuyaux, regards, bordures, ...).

AVANTAGES

Le Sikafluid est un superplastifiant haut réducteur d'eau qui confère aux bétons les propriétés suivantes:

- Fluidification.
- Très forte réduction d'eau.
- Amélioration de leur compacité.

ESSAIS

AGRÉMENTS / NORMES

Marquage CE: DoP n° 02 13 03 01 100 0 000002 1017 (NBN EN 934-2)

Possède un certificat BENOR 011/015.

Conforme à la Norme NBN EN 934-2 Tab 3.1 et 3.2

INFORMATION PRODUIT

FORME

ASPECT / COULEUR

Liquide brun foncé

EMBALLAGE

Vrac

Conteneur perdu de 1000 litres

Fûts de 200 litres

STOCKAGE

CONDITIONS DE STOCKAGE / CONSERVATION

18 mois à partir de la date de fabrication si stocké dans l'emballage d'origine intact non entamé et à l'abri de l'humidité entre 5 et 30°C.

CARACTERISTIQUES TECHNIQUES

DENSITÉ

Env. 1,15 kg/l \pm 0,03

pH

7,5 \pm 1,0

TENEUR EN IONS Cl⁻

\leq 0,10%

TENEUR EN Na₂O Eq.

\leq 5,3%

EXTRAIT SEC

31,5% \pm 1,3% (en poids)

INFORMATION SUR LE SYSTEME

DÉTAILS D'APPLICATION

CONSOMMATION

Plage d'utilisation recommandée 0,6 à 3 kg par 100 kg de ciment selon les performances recherchées.

Au dosage maximal, le Sikafluid peut entraîner un retard de prise important sur certains ciments.

INSTRUCTIONS POUR L'APPLICATION

MISE EN ŒUVRE

Le Sikafluid est introduit de préférence directement dans l'eau de gâchage ou au même moment que l'eau de gâchage.

PRECAUTIONS D'EMPLOI

En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau.

BASE DES VALEURS

Toutes les caractéristiques spécifiées dans cette fiche technique sont basées sur des tests de laboratoire.

Les mesures effectives peuvent varier en raison de circonstances échappant à notre contrôle.

RESTRICTIONS LOCALES

Les performances de ce produit peuvent varier d'un pays à l'autre en raison de réglementations locales spécifiques. Veuillez consulter la fiche technique locale pour la description exacte des champs d'application.

INFORMATIONS EN MATIERE DE SANTE ET DE SECURITE

Pour des informations et des conseils concernant la manipulation, le stockage et la mise au rebut de produits chimiques en toute sécurité, veuillez consulter la fiche de sécurité la plus récente du matériau concerné, qui comporte ses données physiques, écologiques, toxicologiques, etc.

RAPPEL

NOTICE LÉGALE

Nos produits doivent être stockés, manipulés et appliqués correctement.

Les informations sur la présente notice, et en particulier les recommandations relatives à l'application et à l'utilisation finale des produits Sika, sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société Sika a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et appliqués dans des conditions normales conformément aux recommandations de Sika. En pratique, les différences entre matériaux, substrats et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. L'utilisateur du produit doit tester la compatibilité du produit pour l'application et but recherchés. Sika se réserve le droit de modifier les propriétés du produit. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une application non conforme à nos renseignements. Les droits de propriété détenus par des tiers doivent impérativement être respectés. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la fiche technique locale correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande.

POUR PLUS D'INFORMATION SUR LES ADJUVANTS DU BÉTON SIKA:



SIKA BELGIUM NV

Concrete
Venecoweg 37
9810 Nazareth
Belgium
www.sika.be

Tél.: +32 (0)9 381 65 00
Fax: +32 (0)9 381 65 10
E-mail: info@be.sika.com

Fiche technique
Sikafluid
04/12/2014, VERSION 1

FR/Belgique

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تثمين رقائق الكاولين المكلسن كاضافة لمواد البناء المستعملة كتعويض جزئي في الاسمنت . الهدف الرئيسي ايضا من هذه الدراسة يكمن في تشكيل وتقييم مدي فعالية واداء المتاكاولين في الملاط.

ان تحضير مادة المتاكاوليين ناتجة من كلسنة الكاولين في درجة حرارة تصل الي 800 درجة مئوية خلال مدة 3 ساعات. الدراسة هذه ارفقت نتائجها التحليلية مقارنة بالملاط الشاهد بدون اضافات .

النتائج المتحصل عليها اثبتت بان تعويض جزء من الاسمنت 10 بالمئة في تشكيل الملاط ساهم في رفع من المقاومة الميكانيكية للضغط والشد علي المدي القصير.

Résumé

Cette étude a pour objectif la valorisation de la poudre de kaolin calciné comme ajout dans les matériaux de construction à matrice cimentaire. Le but principal de cette étude est de formuler et d'analyser la performance des mortiers à base de métakaolin. La préparation du métakaolin a été réalisée par une calcination du Kaolin à une température de 800 °C pendant une durée de 3 heures. Une comparaison des résultats avec un mortier témoin sans ajout est établie.

Les résultats observés ont montré que le taux de substitutions de 10 % du ciment par du métakaolin augmente la résistance à la compression et à la traction au jeune âge.

Abstract

This study aims to valorize calcined kaolin powder as an addition to cementitious matrix building materials. The main purpose of this study is to formulate and analyze the performance of metakaolin mortars. The preparation of the metakaolin was carried out by calcining the Kaolin at a temperature of 800 ° C. for a duration of 3 hours. A comparison of the results with a control mortar without addition is established. The observed results showed that the rate of substitution of 10% of cement by metakaolin increases the compressive strength and tensile strength at a young age.