

N° d'ordre : .....FS/UMBB/2023

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة أمحمد بوقرة بومرداس  
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



**Faculté des Sciences - Département de Chimie**

**Domaine :** Sciences de la matière

**Filière :** Chimie

**Spécialité :** Chimie des matériaux

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par :

ANEB Loubna

BEN BOURNAN Sarah

**Thème**

***Evaluation de l'activité pouzzolanique du métakaolin : Cas des mortiers à base cimentaire***

Le 20 juillet 2023

**Devant les membres de jury :**

M. IREKTI Amar	Maître de conférences A	FS-UMBB	Président
M. OUALIT Mehena	Maître de conférences A	FS-UMBB	Promoteur
Mme. BOUSSAK Hassina	Maître de conférences A	FS-UMBB	Examinatrice

Année universitaire : 2022 / 2023

# Remerciements

*Tout d'abord nous rendons grâce à dieu le puissant de nous avoir données le savoir et la volonté, surtout la patience de réaliser ce modeste travail.*

*Au premier lieu, nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à notre promoteur, Mr OUALIT MEHENA, d'avoir accepté sans hésitations à diriger notre travail, ses conseils et ses orientations nous ont été d'une grande utilité, qu'il soit assuré de notre profonde gratitude.*

*Nous remercions très sincèrement le président de jury Mr IREKTI AMER et l'examinatrice Mme. BOUSSAK HASSINA ayant acceptés d'évaluer ce travail.*

*Nous tenons remercier sincèrement Mr MADI, le Président Directeur Général du CETIM pour nous avoir acceptées d'effectuer notre stage pratique au sein de ce centre.*

*Nous adressons nos plus sincères remerciements à Mr BELLAL AHMED, directeur de laboratoire " Liants et Bétons", pour ses corrections, ses conseils et sa grande qualité humaine.*

*Nous remercions partiellement l'ensemble des membres de laboratoires du CETIM, pour nous avoir aidées à mener à terme la partie expérimentale, pour leurs accueils bienveillants et leurs conseils avisés.*

*Enfin, que toutes celles et tous ceux qui, de près ou de loin nous ont généreusement offert leurs concours à l'élaboration de ce travail,*

*Trouvent ici l'expression de notre profonde sympathie.*

**SARAH ET LOUBNA**

# Dédicace



*À mes chers parents ; Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, Le respect, la reconnaissance.*

*Vôtres présences bienveillantes et vos encouragements constants ont été un moteur essentiel dans tous mes accomplissements.*

*Je tiens à vous exprimer tout mon amour et ma gratitude pour tout ce que vous avez fait pour moi. Vous êtes mes piliers, ma source d'inspiration et ma force dans la vie.*

*Vous avez toujours été pour moi un exemple de parents respectueux, honnêtes, je vous remercie du fonds du cœur pour tous les sacrifices que vous avez consentis pour mon bonheur.*

*À mes chères sœurs et frères (Soundous, Mouna, Rihab, Omar et Mohamed iyad) ; Vous êtes bien plus que de simples frères et sœurs pour moi, vos encouragements et vôtres soutien inconditionnel ont toujours été une source de réconfort et de bonheur dans ma vie. Que notre fraternité perdure et grandisse avec le temps.*

*Je dédie aussi ce travaille à ma tante **Rabia** et ses filles **Asma** et **Ikram**  
À mes amis : **Nawel, Sarah, Hayette.***

**A. LOUBNA**

# Dédicace



*Du fond du cœur et de toute mon âme je dédie ce mémoire, à la personne la plus chère dans toute ma vie, ma mère **NADJET**, qui nous a quitté trop jeune et trop vite, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.*

*À mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect, mon chère père **MUSTAPHA**, qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'études.*

*À mon support dans ma vie, mon époux **NABIL**, qui guide toujours mes pas vers la réussite.*

*Aussi aux étoiles de ma vie, mes chères sœurs : **AMEL** et **NAWEL**, que dieu les protèges ainsi leurs époux.*

*À mon adorable nièce **NOURCINE**, qui sait toujours comment procurer la joie à toute la famille.*

*Je dédie ce succès à l'âme de **ma belle-mère** et **mon beau père**.*

*Une spéciale dédicace à **ma grande famille**, ainsi que **ma belle-famille**.*

*A mon binôme **LOUBNA**, avec qui j'ai partagé de bons et de durs moments, lors de la réalisation de ce travail.*

*Aussi à toutes mes copines et mes collègues à l'université.*

*A tous ceux qui, par un mot ou une prière, m'ont donné la force de continuer, je vous dis **Merci***

**B. SARAH**

## **Résumé**

Les ajouts cimentaires sont des matériaux utilisés en remplacement partiel du ciment Portland pour améliorer les propriétés des mortiers et bétons à l'état frais et durci. D'autre part leur utilisation contribue à réduire nettement la consommation de clinker et ainsi minimiser les problèmes liés à l'environnement. Ce travail expérimental examine l'utilisation potentielle du kaolin calciné à des fins de construction. L'échantillon de kaolin a été traité thermiquement à une température de 700 °C et mélangé ensuite uniformément avec du ciment Portland en substitutions partielles massiques de 5 à 20% pour la confection des mélanges de mortiers. L'évaluation de l'activité pouzzolanique du métakaolin a été réalisée à travers des méthodes chimiques (tests de Frattini et de chaux saturée) et les caractéristiques physiques, chimiques, minéralogiques et mécaniques des mortiers élaborés ont été déterminées. Les résultats ont montré que l'incorporation du métakaolin dans les mortiers cimentaires peut améliorer significativement leurs propriétés mécaniques, physiques et chimiques. Les résultats ont également montré que l'effet du métakaolin variait selon la teneur incorporée et les conditions de conservation des échantillons, que ce soit dans l'eau, l'étuve ou à l'air d'où l'importance de considérer ces deux paramètres lors de l'utilisation du métakaolin dans la formulation des mélanges à base cimentaire.

## **Abstract**

Cementitious additions are materials used as a partial replacement for Portland cement to improve the properties in fresh and hardened states of mortars and concretes. On the other hand, their use helps to significantly reduce the consumption of clinker and thus minimize the problems related to the environment. This experimental study examines the potential use of calcined kaolin for construction purposes. The kaolin sample was heat-treated at a temperature of 700 °C and then uniformly mixed with Portland cement in partial weight substitutions of 5 to 20% for making mortar mixes. The pozzolanic activity of metakaolin was evaluated using chemical methods (Frattini and saturated lime tests) and the physical, chemical, mineralogical and mechanical characteristics of the mortars produced were determined. The results showed that the incorporation of metakaolin in cementitious mortars can significantly improve their mechanical, physical and chemical properties. The results also showed that the effect of metakaolin varied according to the incorporated content and the storage conditions of the samples, whether in water, the oven or at air, hence the importance of considering these two parameters when using metakaolin in the formulation of cementitious mixtures.

## ملخص

الإضافات الاسمنتية هي مواد تستخدم كبديل جزئي لأسمنت بورتلاند لتحسين خصائص الملاط والخرسانة في الحالة الحديثة والصلبة. من ناحية أخرى، فإن استخدامها يقلل بشكل كبير من استهلاك الكلنكر وبالتالي يقلل من المشاكل البيئية. يقتضي هذا العمل التجريبي الى استخدام الكاولين لأغراض البناء. حيث تمت معالجته بالحرارة عند درجة 700 درجة مئوية ثم مزجه مع الاسمنت البورتلاندي في بدائل جزئية للكتلة بنسبة 5-20% لتحضير الملاط. وقد جرى تقييم النشاط البوزولاني للميتاكاولين باستخدام طرق كيميائية مثل (الفراتيني واختبارات الجير المشبع) وتم كذلك تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية. أظهرت النتائج أن دمج الميتاكاولين في الملاط الاسمنتية يمكن أن يحسن بشكل كبير خصائصها الميكانيكية والفيزيائية والكيميائية. أظهرت النتائج أيضاً أن تأثير الميتاكاولين يختلف باختلاف العينة المدمجة وشروط الحفظ، سواء في الماء أو الفرن أو الهواء، ومن هنا تأتي أهمية مراعاة هذين المعيارين عند استخدام الميتاكاولين في تركيبة المخاليط القائمة على الاسمنت.

## Table des matières

### INTRODUCTION GÉNÉRALE

#### CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I. INTRODUCTION .....	3
II. HISTORIQUE DES MORTIERS .....	3
III. DÉFINITION D'UN MORTIER .....	3
IV. DIFFÉRENTS TYPES DE MORTIER .....	4
IV-1. Mortier de ciment .....	4
IV-2. Mortier de chaux .....	4
IV-3. Mortier hybride.....	4
V. LES COMPOSITIONS DE MORTIER.....	5
V-1. Le liant .....	5
V-1-1. Liant hydraulique.....	5
V-1-1.1 Les différents types de ciment.....	7
V-1-2. La chaux.....	7
V-2. Le sable.....	9
V-3. L'eau de gâchage .....	9
V-4. Les adjuvants .....	9
VI. MISE EN ŒUVRE DES MORTIERS .....	11
VI-1. Gâchage de mortier .....	11
VII. PROPRIÉTÉS DES MORTIERS.....	11
VII-1. A l'état frais .....	12
VII-2. A l'état durci .....	12
VIII. LES AJOUTS.....	12
VIII-1. Classification des ajouts .....	13
VIII-2. Les pouzzolanes.....	13
VIII-2-1. Pouzzolane artificielle .....	13
VIII-2-2. Pouzzolane naturelle.....	13
IX. LE MÉTAKAOLIN.....	14
IX-1. Définition.....	14
X. L'OBTENTION DE MÉTAKAOLIN .....	14
X-1. Le Kaolin .....	14
XI. LA STRUCTURE DE LA KAOLINITE .....	15
XII. MÉTHODES DE CALCINATION DE KAOLIN.....	16
XII-1. Four rotative.....	16
XII-2. Four flash .....	16
XIII. TRAITEMENT THERMIQUE DE LA KAOLINITE .....	17
XIV. ACTIVITÉ POUZZOLANIQUE DU MÉTAKAOLIN.....	17
XV. LA RÉACTION POUZZOLANIQUE DU MÉTAKAOLIN .....	18
XVI. INFLUENCE DES MÉTAKAOLINS SUR LA VITESSE D'HYDRATATION DU CIMENT .....	18
CONCLUSION.....	19
<b>CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES</b>	
I. INTRODUCTION .....	20
II. LABORATOIRE ET CONDITIONS DE TRAVAIL .....	20
III. MATÉRIAUX UTILISÉS .....	20
III-1. Ciment .....	20

III-2. Le sable.....	21
III-3. Le Kaolin .....	21
III-4. L'eau de gâchage .....	22
IV. PRÉPARATION DU MORTIER .....	22
V. MALAXAGE DE LA PÂTE DE MORTIER.....	23
VI. CONFECTION DES ÉPROUVETTES .....	24
VII. CONSERVATION DES ÉPROUVETTES .....	24
VIII. CARACTÉRISTIQUES DES MORTIERS.....	26
VIII-1. Caractérisation du mortier à l'état frais « plastique ».....	26
VIII-1-1. Consistance .....	26
VIII-1-2. Délais de prise (début et fin de prise) .....	27
VIII-1-3. Stabilité (Expansion) .....	28
VIII-1-4. La masse volumique absolue (méthode de Chatelier) .....	29
VIII-1-5. La surface spécifique de Blaine SSB.....	31
VIII-2. Caractérisation du mortier à l'état durci .....	33
VIII-2-1. Les résistances mécaniques .....	33
VIII-2-1-1. Essai de flexion en 3 points.....	33
VIII-2-1-2. Essai de compression .....	33
VIII-2-2. Essai ultrason .....	34
VIII-2-3. Le retrait et gonflement .....	35
VIII-2-4. Essai de la capacité d'absorption d'eau (la porosité).....	35
VIII-2-5. Evaluation de l'activité pouzzolanique du métakaolin.....	36
VIII-2-5-1. Test de frattini .....	36
VIII-2-5-2. Test de chaux saturée.....	38
CONCLUSION.....	39
<b>CHAPITRE III : INTERPRETATION ET DISCUSSION DES RESULTATS</b>	
I. INTRODUCTION .....	40
II. CARACTÉRISTIQUES DES COULIS À L'ÉTAT FRAIS .....	40
II-1. La consistance .....	40
II-2. Les délais de prise .....	40
II-3. Essai d'expansion.....	41
II-4. Surface spécifique de Blaine et masse volumique .....	42
II-5. Test de Frattini .....	43
II-6. Test de chaux saturée .....	44
III. CARACTÉRISATION DES MORTIERS À L'ÉTAT DURCI .....	45
III-1. Résistance à la flexion 3 points .....	45
III-2. Résistance à la compression .....	48
III-3. Le retrait .....	51
III-4. Le gonflement.....	52
III-5. La porosité accessible à l'eau .....	53
III-6. Essai d'ultrason.....	55
IV. INDICE D'ACTIVITÉ DE LA RÉSISTANCE (STRENGTH ACTIVITY INDEX SAI)	
.....	56
V. CORRÉLATION RÉSISTANCE - POROSITÉ.....	58
VI. DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX).....	59
CONCLUSION.....	61
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	



## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : les types de ciment et les teneurs en pourcentage de ces constituants	7
<b>Tableau I.2</b> : types et rôles d'adjuvant d'adjuvants	10
<b>Tableau I.3</b> : les différentes catégories des ajouts	13
<b>Tableau II.1</b> : composition chimique du ciment	21
<b>Tableau II.2</b> : composition chimique de MK	22
<b>Tableau II.3</b> : dosage des constituants	23
<b>Tableau II.4</b> : désignation des échantillons de mortier par des codes	25
<b>Tableau II.5</b> : composition chimique du mortier dans l'eau après 28j	26
<b>Tableau II.6</b> : dosage des constituants	30
<b>Tableau III.1</b> : résultats de mesure de consistance normalisée	40
<b>Tableau III.2</b> : résultats de délai de prise	41
<b>Tableau III.3</b> : résultats de l'essai d'expansion	42
<b>Tableau III.4</b> : résultats de SSB et la masse volumique des échantillons	43
<b>Tableau III.5</b> : Résultats de la chaux saturée	44
<b>Tableau III.6</b> : représentation les variations de retrait des échantillons au cour de temps	52
<b>Tableau III.7</b> : représentation les variations de gonflement des échantillons au cour de temps	53
<b>Tableau III.8</b> : l'évolution de porosité des échantillons à 28 jours	54
<b>Tableau III.9</b> : Résultats d'essai ultra-son dans l'eau	55
<b>Tableau III.10</b> : Résultats d'essai ultra-son dans l'étuve	56
<b>Tableau III.11</b> : Résultats d'essai ultra-son à l'air	56

## Liste des Figures

<b>Figure I.1</b> : Les constituants pour l'obtention d'un mortier	4
<b>Figure I.2</b> : Les différents types de mortier	5
<b>Figure I.3</b> : Représentation des matériaux utilisés pour avoir du ciment	6
<b>Figure I.4</b> : Organigramme de la chaîne de fabrication du ciment Portland	6
<b>Figure I.5</b> : Codification du nom de ciments	7
<b>Figure I.6</b> : représente la poudre de chaux	8
<b>Figure I.7</b> : représente le cycle de fabrication de chaux	9
<b>Figure I.8</b> : schéma de l'effet de super plastifiants sur la pâte de ciment	10
<b>Figure I.9</b> : Mortier gâché	11
<b>Figure I.10</b> : les multi ajouts cimentaire existants	13
<b>Figure I.11</b> : Poudre de méta-kaolin	14
<b>Figure I.12</b> : représente les roches argile naturelle	15
<b>Figure I.13</b> : représentation schématique d'un feuillet de kaolinite	16
<b>Figure I.14</b> : Structure type 1:1, cas de la kaolinite	16
<b>Figure I.15</b> : Schéma d'un four rotatif de cimenterie	17
<b>Figure I.16</b> : Spectres d'analyses thermiques gravimétrique (TGA) et différentielle du kaolin (ATD)	18
<b>Figure II.1</b> : le ciment portland utilisé	20
<b>Figure II.2</b> : le sable normalisé	21
<b>Figure II.3</b> : broyage du kaolin	22
<b>Figure II.4</b> : la poudre de méta-kaolin	22
<b>Figure II.5</b> : malaxage des constituants	23
<b>Figure II.6</b> : la pâte de mortier gâché	23
<b>Figure II.7</b> : les éprouvettes confectionnées Dans le moule 4*4*16	24
<b>Figure II.8</b> : table à choc	24
<b>Figure II.9</b> : enceinte de conservation des éprouvettes	24
<b>Figure II.10</b> : aspect des éprouvettes de mortier élaborées	25
<b>Figure II.11</b> : appareil Vicat	26
<b>Figure II.12</b> : mesure la consistance normale du ciment (témoin)	27
<b>Figure II.13</b> : mesure la consistance liant (ciment+ MK) par appareil Vicat	27
<b>Figure II.14</b> : remplissage de moule	27
<b>Figure II.15</b> : insertion de moule dans le Vicat automatique	27
<b>Figure II.16</b> : détermination de début et fin de prise par l'appareil Vicat	28
<b>Figure II.17</b> : Représentation le moule de Chatelier	28
<b>Figure II.18</b> : Appareil Vicat pour la mesure d'expansion	29
<b>Figure II.19</b> : densimètre rempli de benzène	30
<b>Figure II.20</b> : remplissage de liant dans le volumétre	30
<b>Figure II.21</b> : Récipient pour l'équilibrage de volume	31

<b>Figure II.22</b> : Appareil du Blaine pour la mesure de surface spécifique	31
<b>Figure II.23</b> : coulage de liant dans la cellule	32
<b>Figure II.24</b> : début de mesure le temps d'écoulement de fluide	32
<b>Figure II.25</b> : essai de flexion en 3 points	33
<b>Figure II.26</b> : essai de compression	34
<b>Figure II.27</b> : appareil d'Ultra-son (transducteur)	34
<b>Figure II.28</b> : Les éprouvettes contiennent de Graisse sur les deux côtés	34
<b>Figure II.29</b> : récepteur et émetteur intérieur des ondes entre l'éprouvette et le Transducteur	34
<b>Figure II.30</b> : Appareil de mesure (retrait et gonflement)	35
<b>Figure II.31</b> : séchage des éprouvettes dans l'étuve	36
<b>Figure II.32</b> : introduction des éprouvettes dans l'eau	36
<b>Figure II.33</b> : virage de couleur de la solution filtré par HCl	37
<b>Figure II.34</b> : virage de couleur de la solution titré par EDTA	37
<b>Figure II.35</b> : evaluation pouzzolanique selon le test de Frattini	38
<b>Figure II.36</b> : La solution titrée par EDTA vire du rouge pourpre au bleu	39
<b>Figure III.1</b> : Résultats de test de Frattini à différentes échéances (8 et 15jours)	44
<b>Figure III.2</b> : Quantité de chaux non fixée par le MK en fonction de temps	45
<b>Figure III.3</b> : Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'eau	46
<b>Figure III.4</b> : Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'étuve	47
<b>Figure III.5</b> : Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons laissés à l'air libre	48
<b>Figure III.6</b> : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'eau	49
<b>Figure III.7</b> : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'étuve	50
<b>Figure III.8</b> : Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés à l'air libre	51
<b>Figure III.9</b> : Evolution de retrait des différents mortiers en fonction de temps	52
<b>Figure III.10</b> : Evolution du gonflement des échantillons de mortier conservés dans l'eau en fonction du temps de durcissement	53
<b>Figure III.11</b> : Evolution de porosité des échantillons à 28j en fonction des milieux de conservation	54
<b>Figure III.12</b> : Indice d'activité de la résistance des différents mortiers en fonction de du temps de durcissement	57
<b>Figure III.13</b> : Relation entre la résistance à la compression et la porosité des mortiers muris dans l'eau	58
<b>Figure III.14</b> : Analyse par diffraction des rayons X (DRX) du Métakaolin pur	59
<b>Figure III.15</b> : Analyse par DRX du mortier de référence conservé dans l'eau après 28 jours de durcissement	60
<b>Figure III.16</b> : Analyse par DRX du mortier contenant 20% de Métakaolin conservés dans l'eau à 28 j	60

## Abréviations

**C-S-H** : Silicates de calcium hydratés

**CEM-I** : **Ciment** portland /A

**CP** : ciment portland

**Ca(OH)<sub>2</sub>** : Hydroxyde de calcium (Portlandite)

**DRX** : Diffraction des rayons X

**ATG** : Analyse thermogravimétrique

**CaO** : la chaux

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : l'alumine

**SiO<sub>2</sub>** : la silice

**C<sub>3</sub>A** : Aluminate tricalcique

**CO<sub>2</sub>** : dioxyde de carbone

**MK** : Méta-Kaolin

**m** : mortier

**HRM** : méta-kaolin à haute réactivité

**C-S-H** : Hydrosilicates de calcium

**C-A-H** : Silico-aluminates de calcium hydratés

**Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>** : silicate d'aluminium hydraté

**OH** : L'hydroxyde

**E /C** : le rapport eau / ciment

**C/S** : le rapport ciment / sable

**T** : Température

**d** : Distance (m)

**SSB** : Surface spécifique de Blaine

**V** : Vitesse (m/s)

**E** : l'eau

**ET** : étuve

**L** : L'air

**Eq** : l'équation

**S** : la finesse  $\left(\frac{cm^2}{g}\right)$

**RC** : résistance à la compression

**RF** : résistance à la flexion

**SAI** : Indice d'activité de la résistance (Strength Activity Index SAI)



# *Introduction générale*

### Introduction générale

La production du ciment Portland à l'échelle nationale et mondiale ne cesse d'augmenter au fil des années. Cependant, la production de ce matériau est connue pour sa forte contribution à libérer des gaz à effet de serre, contribuant ainsi à l'appauvrissement de la couche d'ozone et au réchauffement climatique. On estime que la production d'une tonne de ciment Portland génère une quantité presque similaire de dioxyde de carbone dans l'atmosphère. Pour trouver des solutions à cette préoccupation environnementale, plusieurs études ont été menées ces dernières décennies pour trouver des matériaux alternatifs, qui peuvent être utilisés pour remplacer ou compléter le ciment Portland dans les matériaux cimentaires. Le remplacement partiel du ciment Portland par des ajouts s'est avéré être une méthode efficace pour réduire les quantités de ciment produites et atteindre ainsi le développement durable et réduire l'empreinte carbone.

Les pouzzolanes ou couramment appelés ajouts cimentaires suscitent un intérêt croissant car leur utilisation réduit significativement l'impact global sur l'environnement et les coûts lorsqu'elles sont mélangées avec du clinker dans des systèmes de ciments composés. L'utilisation de pouzzolanes réduit le dioxyde de carbone émis par tonne de produit et peut également améliorer diverses propriétés du matériau obtenu. Leur utilisation dans le mortier et béton présente plusieurs avantages, notamment une chaleur d'hydratation réduite, une bonne maniabilité, une résistance améliorée et un surtout meilleur durabilité.

Une pouzzolane est définie comme étant un matériau siliceux et alumineux qui, en soi, possède peu ou pas de valeur cimentaire mais qui, sous forme finement divisée en présence d'humidité, réagira chimiquement avec l'hydroxyde de calcium à température ordinaire pour former des composés possédant des propriétés cimentaires.

Les pouzzolanes sont obtenues à partir de diverses sources et peuvent être des minéraux naturels ou des sous-produits industriels. Ces matériaux ont l'avantage de pouvoir modifier à travers leur réaction pouzzolanique le résultat d'hydratation d'une matrice cimentaire et engendrer une augmentation dans le taux de silicates de calcium hydratés (C-S-H) tout en minimisant les cristaux de Portlandite. Les résultats de cette réaction améliorent nettement les performances physico-mécaniques de la matrice, en plus des avantages remarquables rapportés d'ordre économique et écologique. Les pouzzolanes n'interagissent pas nécessairement avec le CEM-I de la même manière, et les mécanismes impliqués pour former des produits d'hydratation sont différents. Un avantage majeur de ces ajouts est une résistance chimique améliorée, en raison de la réaction entre la pouzzolane et l'excès de  $\text{Ca(OH)}_2$  produit par l'hydratation du ciment pour former un gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H), réduisant ainsi la porosité du matériau.

Un large éventail de méthodes d'essai pour évaluer l'activité pouzzolanique a été rapporté dans la littérature. Celles-ci peuvent être classées en méthodes directes ou indirectes. Les méthodes directes surveillent la présence de  $\text{Ca(OH)}_2$  et sa réduction ultérieure en abondance avec le temps au fur et à mesure que la réaction pouzzolanique se déroule, en utilisant des méthodes analytiques telles que la diffraction des rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG) ou le titrage chimique classique. L'évaluation de cette propriété peut se faire également à travers plusieurs tests et méthodes de type mécanique, physique ...etc.

Le métakaolin est une pouzzolane artificielle obtenue à partir d'argile kaolinite. Sa production implique divers traitements, le plus courant étant le traitement thermique. Au cours de sa calcination, le kaolin libère ses hydroxydes ce qui lui permet de se transformer d'un état cristallin plus ou moins ordonné à un état plutôt désordonné plus actif. Ce phénomène connu par la déshydroxylation reste déterminant pour les effets attendus du métakaolin élaboré, notamment son pouvoir pouzzolanique à travers la quantification de chaux qu'il pourrait fixer.

L'objectif de cette étude consiste en premier lieu à évaluer l'activité pouzzolanique d'un métakaolin local à travers des méthodes chimiques expérimentales (tests de Frattini et test de chaux saturée). Ensuite, introduit à différentes teneurs dans un mortier cimentaire par substitution partielle du ciment, l'impact du métakaolin sur les propriétés physicomécaniques du mortier a été étudié.

Outre l'introduction générale, ce mémoire est structuré en trois chapitres et une conclusion générale.

- Le premier chapitre est consacré à des généralités sur les mortiers en mettant notamment l'accent sur l'effet des ajouts pouzzolaniques en particulier le métakaolin sur les propriétés des matériaux à base cimentaire.
- Le second chapitre présente les matériaux utilisés dans cette étude ainsi que les différents essais de caractérisation et leurs modes opératoires.
- Le 3<sup>ème</sup> chapitre est dédié exclusivement à la présentation des résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations.



***Revue bibliographique***



## I. Introduction

Les ajouts font actuellement partie des développements les plus récents dans la production des matériaux cimentaires, car leurs utilisations apportent une nette amélioration des propriétés physico-mécaniques de ce type de matériaux (mortier et béton). D'autre part, leurs utilisations ont pour objectifs de réduire la consommation du clinker contribuant ainsi de manière simple et économique à résoudre des problèmes liés à l'environnement [1].

Dans ce chapitre nous aborderons une recherche bibliographique sur les mortiers de manière générale en mettant l'accent notamment sur l'évolution des performances des mortiers cimentaires contenant du méta-kaolin utilisé comme ajout pouzzolanique.

## II. Historique des mortiers

Une construction est généralement réalisée par des éléments dont il faut assurer la liaison ou qu'il faut protéger par un revêtement. Ces opérations se font à l'aide d'un liant mélangé à du sable, de l'eau et éventuellement des adjuvants pour obtenir un mortier [2].

L'apparition des premiers mortiers revient au début de l'ère néolithique (10 000 ans avant J.-C), leur invention correspond à la période où l'homme commençait à maîtriser les ressources naturelles de son environnement, et à se sédentariser. C'est la nécessité de construire des habitations fiables qui a permis l'apparition des mortiers [3].

Les premiers mortiers de l'histoire étaient constitués d'un mélange de matériaux facilement disponible, à savoir :

- Glaise ou argile
- Paille
- Herbes sèches

Au milieu de l'âge de pierre, l'homme avait commencé à construire sa maison et ses installations à partir de matériaux dont il disposait, puis est passé à l'érection de murs d'argile compactée ou de boue mélangée à du gravier ou de la pierre [4].

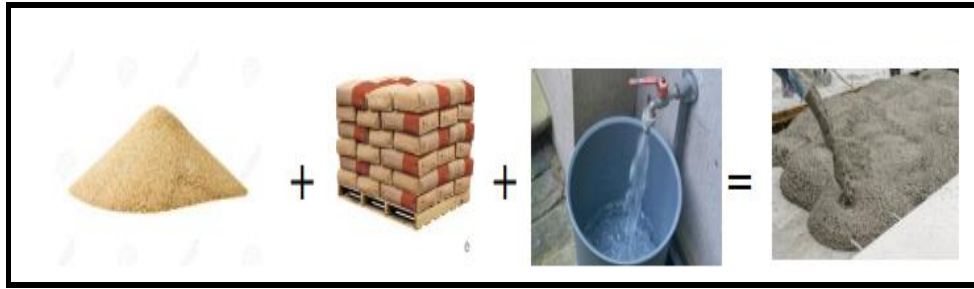
Dans la période bien plus récente de 1770 à 1830, la technologie du ciment moderne, basée sur la cuisson optimisée du calcaire argileux, va peu à peu se dégager des tentatives d'amélioration de la technologie de mortier [5].

## III. Définition d'un mortier

Le mortier, est un matériau composite, résultant de l'homogénéisation du sable (matière inerte), avec un liant (matière active), le tout mélangé avec une quantité déterminée d'eau. Diverses compositions de mortier sont réalisables en ajustant divers facteurs tels que le type et la proportion du liant, les additifs, les ajouts, ainsi que la quantité d'eau employée...etc.

Concernant le liant, il est considéré comme étant l'un des éléments indispensables de toute construction que l'on utilise pour solidariser les éléments entre eux, assurer la stabilité de l'ouvrage, combler les interstices entre les blocs de construction [6].

Le mortier forme le fondement de toutes les opérations liées à la maçonnerie, que ce soit pour la construction, l'enduit ou la réparation. La figure I.1 présente les constituants habituels d'un mortier.



**Figure I.1 :** Les constituants pour l'obtention d'un mortier.

#### **IV. Différents types de mortier**

Il est important de noter qu'il existe une variété de types de mortiers, chacun étant plus ou moins approprié en fonction de son utilisation spécifique. Les mortiers sont choisis selon leurs applications, voici les plus fréquemment utilisés sur les chantiers.

##### **IV-1. Mortier de ciment**

Est un mortier élémentaire conventionnel, robuste et fiable, constitué d'un mélange très classique de ciment, sable et d'eau. Il est utilisé pour construire des murs, lier des pierres et des briques entre elles [7]. Généralement, il possède une excellente ouvrabilité et une résistance mécanique modérée car il durcit plus vite que la plupart des autres mortiers. Les microbulles d'air entraînées contribuent à créer l'effet de roulement à billes et à améliorer l'ouvrabilité de ce type de mortier malgré une mauvaise granulométrie des granulats [8].

##### **IV-2. Mortier de chaux**

Le mortier à base de chaux est le mortier le plus utilisé dans les anciennes constructions. Il est obtenu à partir d'un mélange d'eau, sable et de chaux, il est encore utilisé aujourd'hui grâce à ses propriétés intéressantes [7].

Le mortier de chaux est moins résistant par rapport aux mortiers cimentaires car la durée de durcissement est plus longue [9].

##### **IV-3. Mortier hybride**

Dit aussi batard, ce sont les mortiers dont le liant est le mélange de ciment et de chaux. Souvent, la chaux et le ciment sont utilisés à quantités égales, mais des fois on prend une quantité plus ou moins importante de l'un ou l'autre suivant l'usage et les propriétés recherchées [10].

Les chaux apportent leur plasticité tandis que les ciments apportent la résistance mécanique et un durcissement plus rapide [6].

L'usage de ces deux liants donne un mortier résistant, une prise plus rapide grâce au ciment.

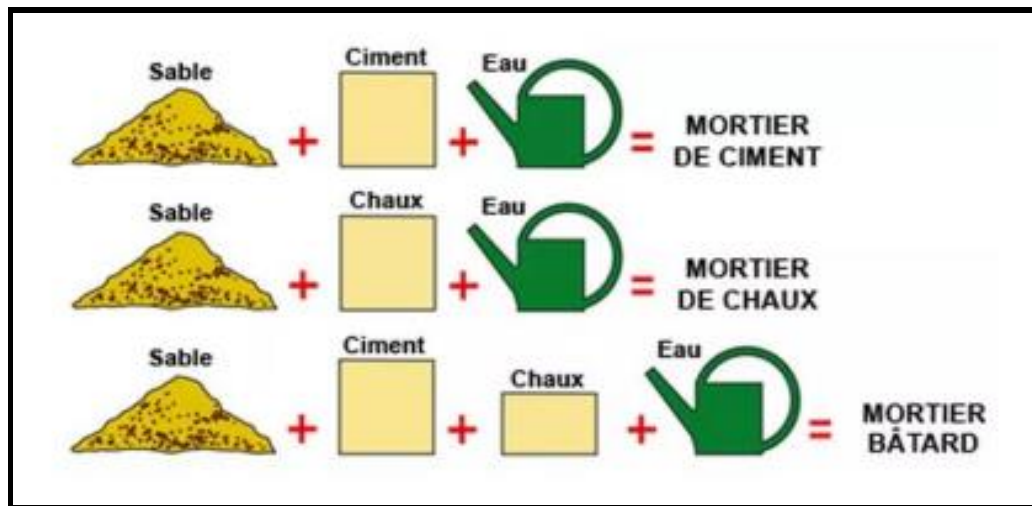


Figure I.2 : Les différents types de mortiers.

## V. Les compositions de mortier

Habituellement, un mortier est un simple mélange de liant (chaux ou ciment), de sable et d'eau. Néanmoins, de nos jours l'emploi d'adjuvants et de différentes additions minérales est souhaitable pour atteindre des propriétés améliorées [11].

### V-1. Le liant

Les liants sont des produits généralement employés sous forme de poudre fines, gâchés avec l'eau et donnent une pâte plus au moins épaisse, durcissent en formant une masse dure et compacte analogue à la roche naturelle [12]. Ce constituant de base (liant) joue le rôle d'adhésif et de liaison entre les différents éléments, il peut être du ciment, de la chaux ou un mélange de ces deux matériaux [8].

#### V-1-1. Liant hydraulique

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire capable de faire prise dans l'eau. Il se présente sous l'aspect d'une poudre très fine qui mélangée avec de l'eau, forme une pâte faisant prise et durcissant progressivement dans le temps [13].

Après durcissement, cette pâte conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau [14].

Le ciment est constitué principalement de :

**Clinker :** Le clinker est le principal constituant des ciments courants. Il est produit par cuisson jusqu'à fusion partielle (clinkérisation) vers 1450 °C d'un mélange convenablement dosé et homogénéisé de calcaire et d'argile. Il est constitué en majeure partie de la chaux (CaO) de la silice (SiO<sub>2</sub>) et de l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [15].

**Le gypse :** L'addition de gypse au clinker a pour but de régulariser la prise du ciment, notamment de ceux qui contiennent des proportions importantes d'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A [16].



Figure I.3 : Représentation des matériaux utilisés pour avoir du ciment.

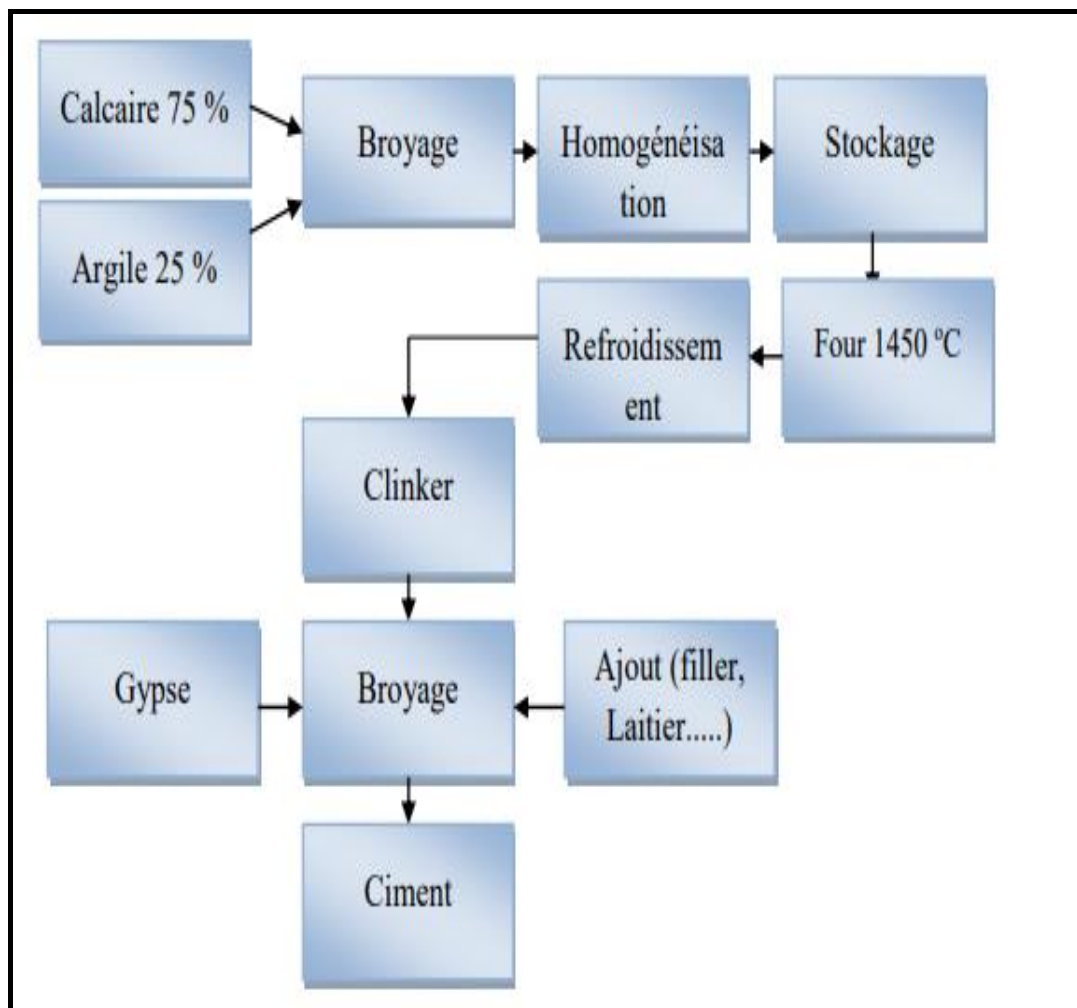


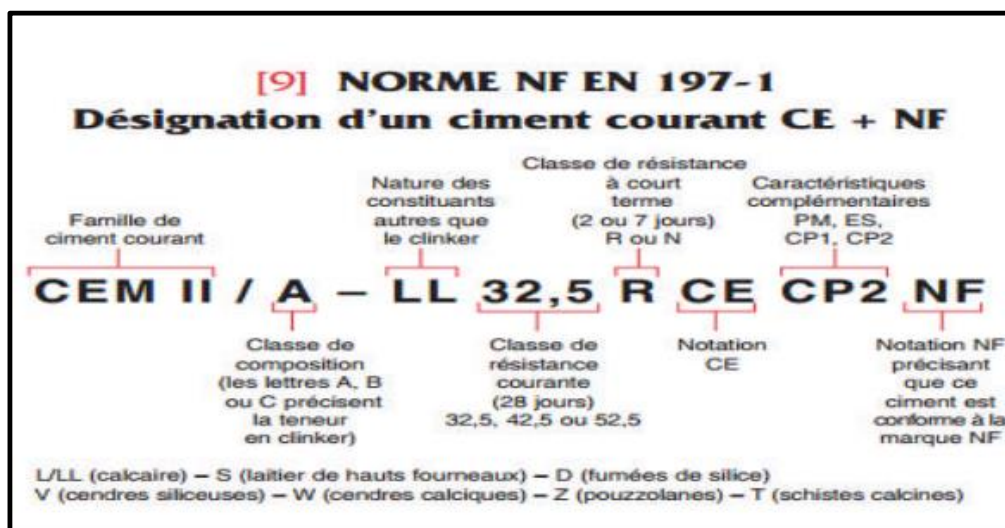
Figure I.4 : Organigramme de la chaîne de fabrication du ciment Portland

**V-1-1-1. Les différents types de ciment**

Le tableau I.1 affiche les types de ciment en précisant la teneur des constituants, la Figure I.5 illustre leurs désignations.

**Tableau I.1 :** Types de ciments et teneurs en pourcentage des constituants [6].

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



**Figure I.5 :** Codification et désignation des ciments.

**V-1-2. La chaux**

La chaux est un produit naturel et biologique, qui respecte l'environnement. C'est une matière, généralement, pulvérulente et de couleur blanche, (Voir Figure I.6) [17].



**Figure I.6 :** La poudre de chaux.

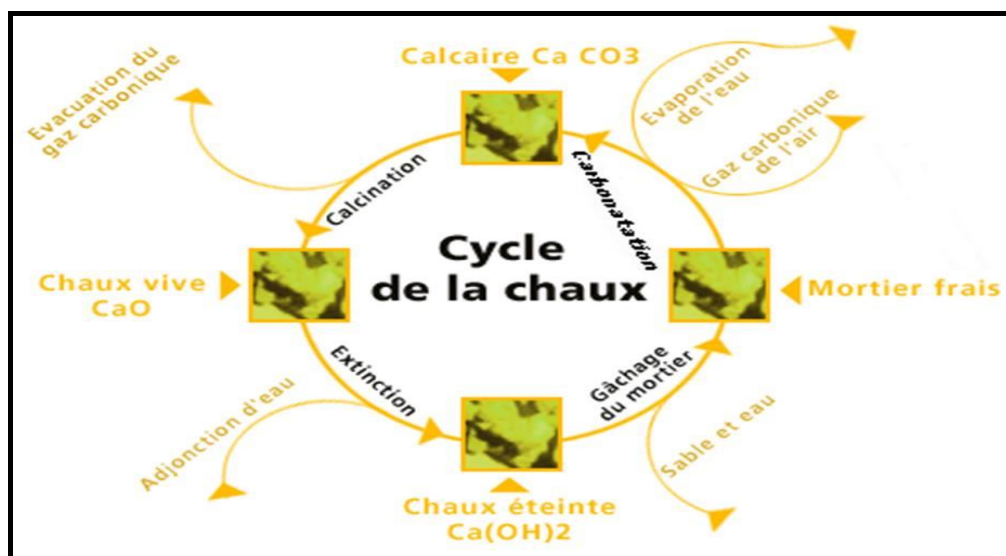
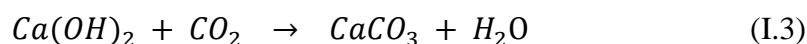
La chaux (CaO) est obtenue par cuisson de pierre calcaire à une température allant de 700 à 950 °C, une cuisson pendant laquelle elle abandonnera son gaz carbonique. Cuire le calcaire pour le transformer en chaux s'appelle calcination. Elle est exprimée par la réaction chimique (I.1) :



Le produit obtenu est appelé chaux vive (oxyde de calcium CaO). Plongée dans l'eau, la chaux vive se transforme en chaux éteinte (hydroxyde de calcium Ca(OH)<sub>2</sub>, cette opération s'appelle extinction ou hydratation. Elle est exprimée chimiquement par la réaction (I.2) :



Grâce au gaz carbonique de l'air, l'hydroxyde de calcium durcit et devient du carbonate de calcium autrement dit du calcaire. L'équation chimique (carbonatation) s'exprime par la réaction (I.3) [18].



**Figure I.7 :** Le cycle de fabrication de chaux

## V-2. Le sable

Le sable est un matériau granulaire constitué de petites particules provenant de la désagrégation des roches dont la dimension est comprise entre 0.063 (limon) et 2 mm (gravier) [19].

Le sable doit être propre et ne pas contenir d'éléments nocifs en vue de son utilisation dans la confection des mortiers et bétons, le sable doit être soumis à des essais de laboratoire tels que l'analyse granulométrique, l'essai d'équivalent de sable ...etc. [20].

Ils proviennent de plusieurs sources telles :

- **Naturels et roulés** : Mer, Oued, Sahara de nature siliceuse ou silico-calcaire.
- **Spéciaux (lourds, réfractaires, légers)** : Sable de laitier, sable d'oxydes de fer.
- **Industrielle** : Issu du concassage des granulats de carrière, et plus rarement du recyclage des déchets de construction [21].

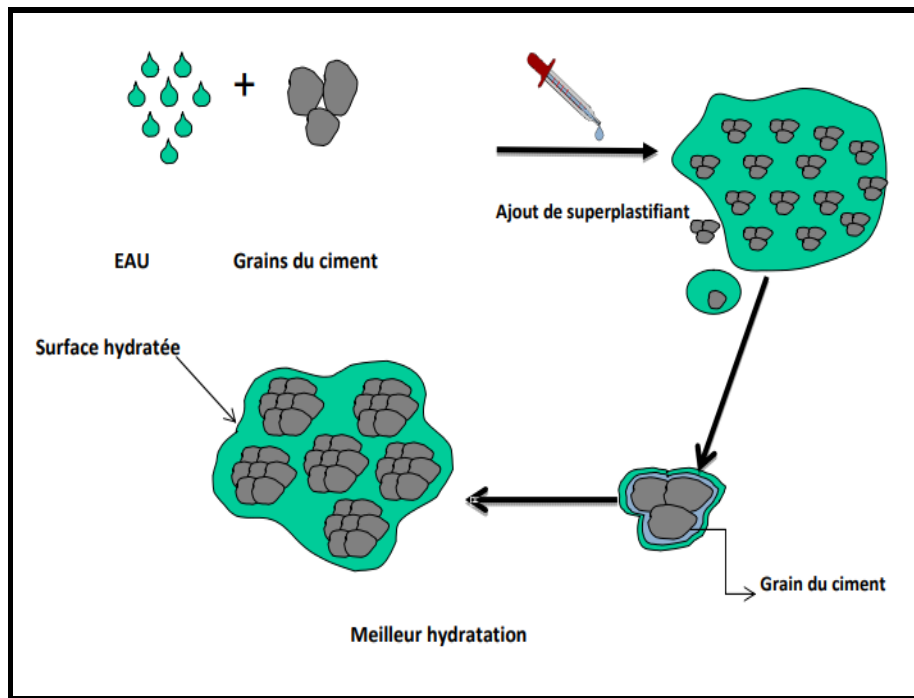
## V-3. L'eau de gâchage

L'eau est un des ingrédients essentiels de la pâte de liant. En effet, l'eau introduite dans le mortier lors de sa fabrication va remplir deux fonctions essentielles : une fonction physique qui confère au mortier frais les propriétés rhéologiques d'un liquide et une fonction chimique qui contribue au développement de la réaction d'hydratation et donc la résistance mécanique. [22]

L'eau doit être propre et ne pas contenir d'impuretés nuisibles (matières organiques, alcalis...). L'eau potable convient toujours [23].

## V-4. Les adjuvants

Les adjuvants sont des produits chimiques ou naturels sous forme liquides ou poudres, ils sont capables d'améliorer certaines propriétés des produits cimentaires tel que les bétons, mortiers et les coulis. Les adjuvants sont incorporés aux mortiers à faible dose inférieure à 5% par rapport à la masse du ciment, avant ou pendant le malaxage. Les propriétés à améliorer sont visées soit à l'état frais, pendant la prise et le durcissement, ou bien à l'état durci [24].



**Figure I.8 :** Effet des super-plastifiants sur la pâte de ciment.

Les mortiers peuvent contenir différents types d’adjuvants :

**Tableau I.2 :** Types et rôles des adjuvants [11].

<b>Adjuvants modifiant la rhéologie de la pâte de mortier</b>	
Plastifiants – Réducteurs d’eau :	permettent de réduire la teneur en eau sans modifier la consistance ou d’augmenter la fluidité sans modifier la teneur en eau.
Super plastifiants – Haut réducteurs d’eau :	permettent de réduire fortement la teneur en eau sans modifier la consistance ou d’augmenter considérablement la fluidité sans modifier la teneur en eau.
<b>Adjuvants modifiant la prise et le durcissement</b>	
Accélérateurs de prise :	diminuent le temps de début de transition du mélange pour passer de l’état plastique à l’état rigide.
Accélérateurs de durcissement :	augmentent la vitesse de développement des résistances initiales du matériau, avec ou sans modification du temps de prise.
Retardateurs de prise :	augmentent le temps de début de transition du mélange pour passer de l’état plastique à l’état rigide.



## VI. Mise en œuvre des mortiers

L'entreprise qui fabrique sur chantier son mortier doit choisir correctement le liant en fonction de son type et de sa classe, la teneur en eau (pour obtenir la plasticité désirée) et les adjuvants adaptés à la destination du mortier [25].

### VI-1. Gâchage de mortier

La fabrication du mortier sera à partir des constituants secs, bien sélectionnés, conditionnés en sacs, contrôlés en usine et parfaitement réguliers [26].

L'opération se fait à l'aide d'un liant toujours mélangé à du sable, de l'eau et éventuellement un adjuvant [10].



**Figure I.9 :** Mortier gâché.

- il faut Prévoir une surface de mélange suffisamment plane et assez grande pour balayer cette zone de mélange avec un balai, elle doit être propre.
- Préparer les ingrédients dans le bon dosage et versez la quantité exacte de sable et de liant dans le malaxeur en remuant et en mélangeant bien les matériaux pendant une minute.
- Ajouter la quantité d'eau pour relier toutes les substances, et bien mélanger dans le malaxeur pendant 3 minutes.
- Préparer les moules avec nettoyage et élimination des impuretés.
- Enfin, nous versons le mélange dans les moules, Lorsque la surface plane de la pelle passe le mortier, le mortier est correctement mouillé ; il devient lisse et l'eau remonte à la surface [27].

## VII. Propriétés des mortiers

Les caractéristiques des différents constituants du mortier ont des influences plus ou moins importants sur les propriétés des mortiers. C'est pour cela qu'il faut les connaître pour les prendre en considération dans le calcul de la composition des mortiers [12].

### VII-1. A l'état frais

La propriété la plus importante du mortier plastique est son ouvrabilité. On peut la définir comme étant la propriété du mortier à s'étaler à la truelle pour colmater toutes les fentes et fissures de l'élément de maçonnerie. En réalité, l'ouvrabilité est une combinaison de plusieurs propriétés comprenant : la plasticité, la compacité et la cohérence [28].

Le pouvoir de rétention d'eau est caractérisé par la propriété de la pâte de ne pas se stratifier (exemple : pendant le transport), et de conserver assez d'eau dans la couche fine sur une base poreuse. La dessiccation du mortier peut être si importante qu'il n'y aura plus suffisamment d'eau pour le durcissement du mortier qui ne pourra pas atteindre la résistance requise. Le pouvoir de retenir de l'eau peut être augmenté par introduction des plastifiants [29].

### VII-2. A l'état durci

Le mortier durci possède un certain nombre de propriétés de résistance mécanique d'importance majeure. La solidité de rejointoiement entre le mortier et l'élément est très importante, ainsi que la bonne ouvrabilité et un bon pouvoir de rétention d'eau donnent un rejointoiement maximal et par le fait même ces qualités sont plus importantes que la résistance de mortier à la compression. La résistance à la flexion est également importante, par ce qu'elle détermine la capacité d'un mortier à résister à la fissuration [30].

### VIII. Les ajouts

Afin de réduire son coût de fabrication ainsi que le taux des émissions de gaz à effet de serre (exemple  $\text{CO}_2$ ), le clinker est remplacé par certains matériaux, dits ajouts. L'utilisation d'un tel ajout se diffère selon le type de ciment voulu et ses performances visées. Les ajouts peuvent être inertes ou actifs, à leur tour, les ajouts actifs peuvent être hydrauliques ou pouzzolaniques [31].



**Figure I.10** : Les multi ajouts cimentaires existants.

### VIII-1. Classification des ajouts

Le tableau I.3 affiche les catégories des ajouts existants.

**Tableau I.3** : Représentation des différentes catégories d'ajouts [32].

Type d'ajout	Réactivité	Matériau
Hydraulique	Fortement réactif	Ciments spéciaux - chaux hydraulique
Hydraulique, latent		Laitier granulé - cendres volantes riches en calcium (calciques).
Pouzzolanique	Fortement réactif	Fumée de silice, roches traitées thermiquement (argile, schiste, latérite...). Briques et tuiles pulvérisées (appelées tuileaux).
	Moyennement Réactif	Cendres volantes pauvre en calcium, pouzzolanes naturelles (verre volcanique, tufs volcanique, terres à diatomées
	Faiblement réactif	Scories cristallines
Inerte	Non réactif	Fillers (fines calcaires,) fibres, pigments colorants, matières expansives, dispersions synthétiques.

### VIII-2. Les pouzzolanes

Les pouzzolanes sont des matériaux, naturels ou artificiels, capables de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de calcium pour donner naissance à des composés nouveaux, stables, peu solubles dans l'eau et possédants des propriétés liantes [33].

#### VIII-2-1. Pouzzolane artificielle

Les pouzzolanes artificielles sont toute matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Elles sont des déchets des efférentes industries, on distingue : Soit des résidus de fabrication industrielle tel que le mach fers, cendres de bois ou d'houille, soit des débris de brique et de tuile fabriquées avec des argiles pures cuites à des températures modérées [34].

#### VIII-2-2. Pouzzolane naturelle

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].

## IX. Le métakaolin

### IX-1. Définition

Le métakaolin (MK), ou bien métakaolin à haute réactivité (HRM) est un ajout cimentaire, qui est relativement nouveau dans l'industrie de la fabrication de ciment et béton, il a un grand potentiel d'améliorer les performances mécaniques et durabilité de mortier [35].

Le métakaolin est considéré comme étant un matériau pouzzolanique, c'est-à-dire qu'il réagit en présence de la chaux éteinte (la portlandite) pour former des hydrosilicates de calcium (C-S-H) et des silico-aluminates de calcium hydratés (C-A-H) [36]. La figure I.11 illustre l'état de la poudre de métakaolin.



**Figure I.11 :** Poudre de métakaolin.

## X. L'obtention de métakaolin

### X-1. Le Kaolin

Le produit de base pour l'obtention du métakaolin est une argile naturelle, molle et blanche appelée kaolin, constitué principalement de la kaolinite minérale qui est un silicate d'aluminium hydraté ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) [37].

Il est beaucoup plus rarement constitué de dickite et de nacrite, minéraux de formule chimique identique à celle de la kaolinite, mais de structure cristalline différente [38].



**Figure I.12 :** Les roches d'argile naturelle.

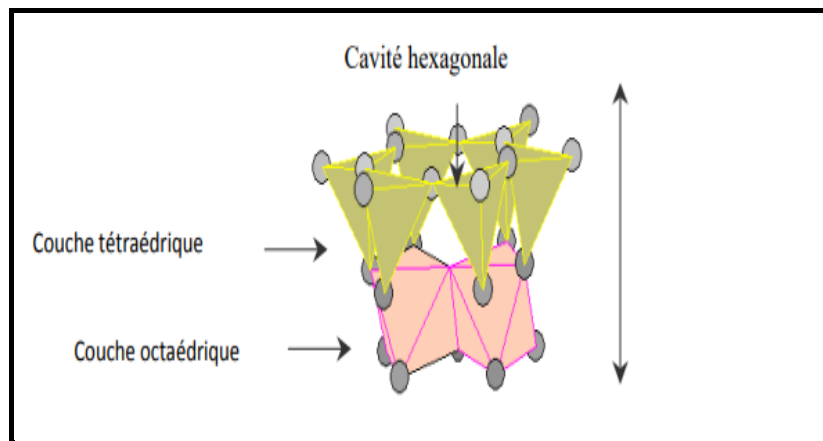
La kaolinite dont est issu le métakaolin, peut provenir de gisements primaires ou secondaires. Les gisements primaires sont issus de l'altération sur place de roches riches en feldspaths

principalement des roches acides (granite, granodiorite, pegmatite), le kaolin-que qui en résulte est relativement pur avec peu d'inclusion d'éléments, comme le fer, le potassium, le chrome ; En revanche, les gisements secondaires sont obtenus après transport et dépôt de kaolin, postérieurs au processus de kaolinisation [39].

### XI. La structure de la kaolinite

La kaolinite présente une structure de type 1:1, avec une équidistance d'environ  $7\text{\AA}$  entre les feuillets et elle est de type di-octaédrique (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 [40].

Les feuillets élémentaires de la kaolinite sont formés d'empilement d'une couche de tétraèdres de silice et d'une couche octaèdres d'hydroxyde d'aluminium (Figure I.13). Les faces basales sont donc de deux types, constituées, soit d'ions oxygène organisés en réseau hexagonal, soit d'hydroxyde (OH) en assemblage compact, la kaolinite présente un système cristallographique triclinique [41].



**Figure I.13** : Représentation schématique d'un feuillet de kaolinite.

La kaolinite est électriquement neutre puisqu'il y a un équilibre entre 14 charges négatives et 14 charges positives. Les charges négatives appartenant aux ions d'oxygène et d'hydroxyles et les charges positives appartenant aux ions d'aluminium et de silicium [42].

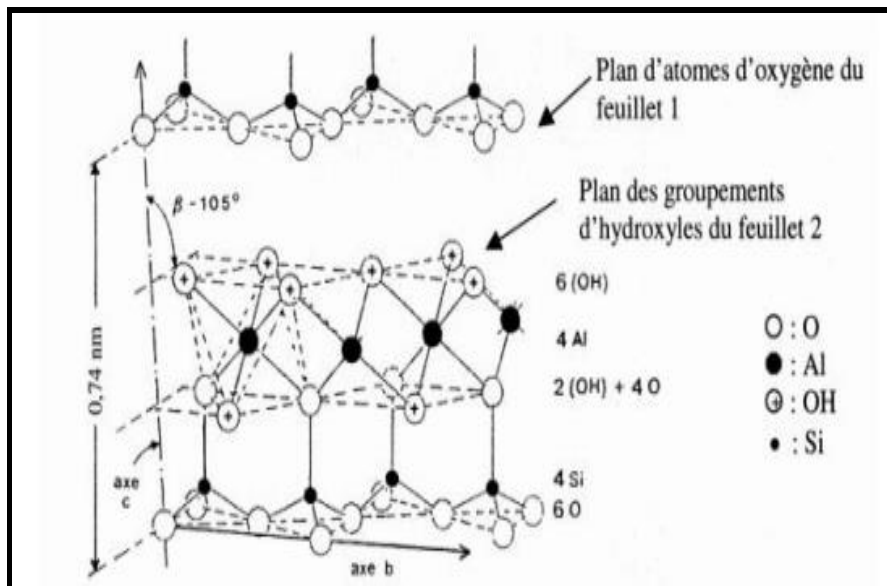


Figure I.14 : Structure type 1:1, cas de la kaolinite.

## XII. Méthodes de calcination de kaolin

### XII-1. Four rotative

Le four constitué par une virole cylindrique de 90 m de long et de 5.6 m de diamètre protégée par de la brique réfractaire, incliné selon un angle de 1 à 4 degrés par rapport à l'horizontale. Le mélange cru est chargé à l'extrémité supérieure, le combustible et l'air comburant étant brûlé à l'extrémité inférieure [43].

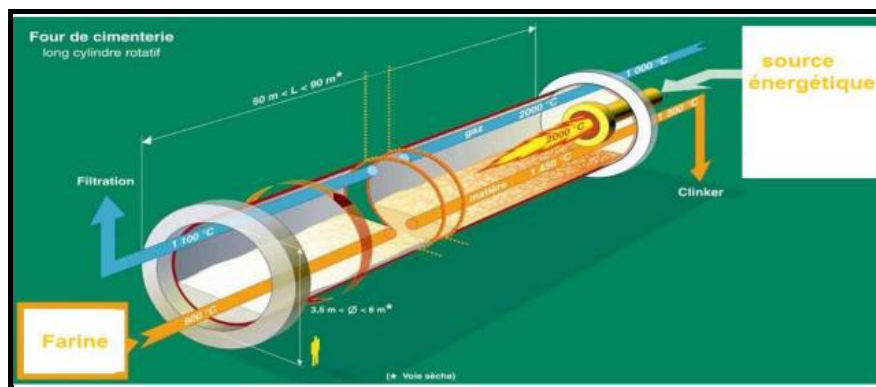


Figure I.15 : Schéma d'un four rotatif de cimenterie.

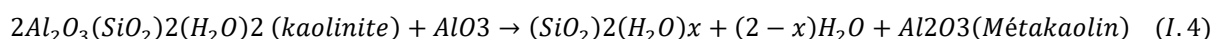
### XII-2. Four flash

Four qui base son processus sur la fusion flash, dont le but de suspendre et de faire fondre la charge séchée dans un flux vertical ou horizontal d'air enrichi en oxygène [44].

Ce four permet de simuler le passage des particules en front de flamme. Cette installation ne peut pas travailler qu'avec des particules des petites tailles, les particules sont chauffées pendant environ 20 min ou moins. Le temps de résidence à cette température est compris entre 0.1 et 3 s. Le refroidissement des particules est brusque [41].

### XIII. Traitement thermique de la kaolinite

Les métakaolins sont obtenus par calcination d'argile kaolinique (silicate d'alumine hydraté) à des températures comprises entre 600 et 900 °C (Equation 1.4). La température de calcination dépend du degré de pureté en kaolin (autrement dénommé kaolinite) de l'argile kaolinique utilisée. La calcination entraîne la des-hydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale du kaolin. Le composé formé est la méta-kaolinite (kaolinite calcinée). La durée du traitement thermique utilisée est couramment environ de cinq heures. [45]



Avec :

$x$  : est le coefficient de dés-hydroxylation

La première étape dans cette série de transformation est la réaction endothermique située dans le domaine de température environ 600 °C chez la majorité des auteurs, elle est due en effet au dégagement de la totalité d'eau de structure compris dans la kaolinite contenus dans le kaolin avec la formation d'une kaolinite dés-hydroxylée définit comme la méta-kaolinite ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ). Quand il s'agit de la réaction exothermique située dans la limite du 900 °C, due à la formation de l'alumine phase spinelle ( $Al_2O_3$ ), où la nucléation de la mullite est associées [46].

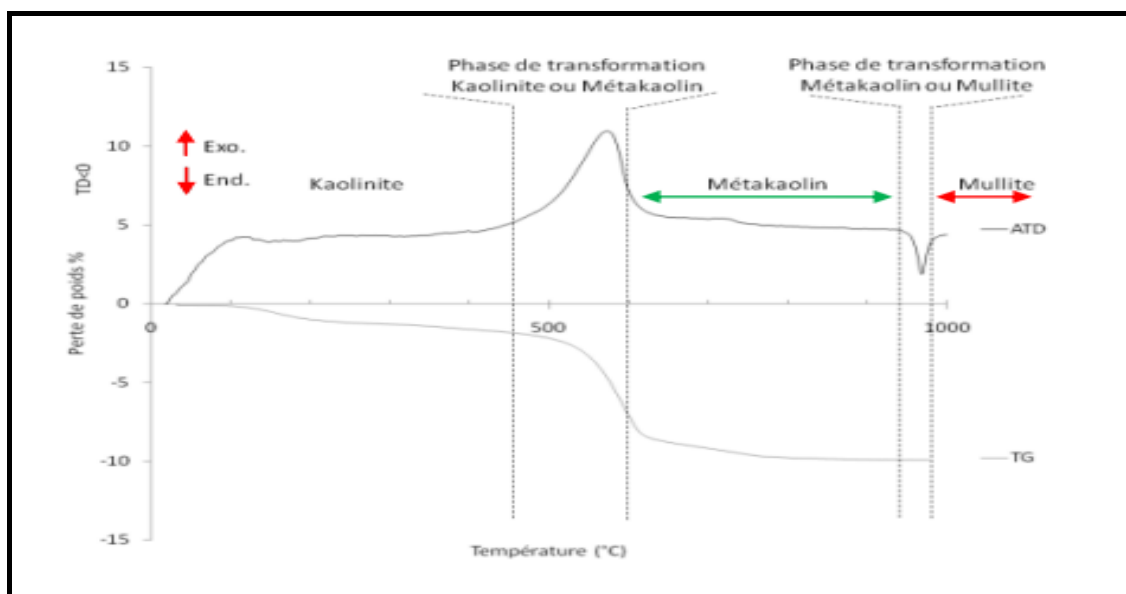


Figure I.16 : Spectres d'analyses thermiques gravimétrique (TGA) et différentielle du kaolin (ATD).

### XIV. Activité pouzzolanique du Métakaolin

L'activité pouzzolanique est l'aptitude d'un matériau à fixer l'hydroxyde de calcium et durcir sous l'eau à des températures ordinaire et en un temps raisonnable, cette propriété se constate à des degrés variables pour des matériaux riches en silice, qu'ils soient d'origine naturelle ou artificielle [47].

Les différents matériaux pouzzolaniques possèdent tous la propriété, selon la définition, de réagir avec l'hydroxyde de calcium, en présence d'humidité pour former des composés

possédant des propriétés liantes. L'influence de la silice et de l'alumine ne peut pas être négligée, la silice participe dans le mélange par la fixation de la chaux et l'alumine augmente la résistance mécanique du matériau à court terme [48].

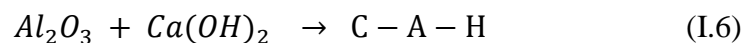
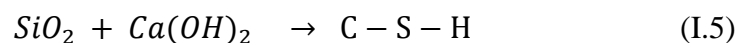
### XV. La réaction pouzzolanique du métakaolin

La réaction pouzzolanique est une réaction de dissolution-précipitation en milieux aqueux entre l'hydroxyde de calcium (chaux) et un matériau pouzzolanique (en général un silico-aluminate). Pour le métakaolin, la silice et l'alumine amorphes ou réactives qu'il contient réagissent avec la chaux (portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$ ). Les composés formés sont des silicates de calcium hydratés (C-S-H), ainsi que des produits cristallins tels que des aluminates de calcium hydratés (C-A-H) [49].

La réaction de dissolution-précipitations déroule en quatre étapes : [50]

- Dissolution de la pouzzolane en milieu basique ;
- Sursaturation de la solution en ions aluminates, silicates et calcium ;
- Germination et précipitation des hydrates C-S-H, C-A-H.
- croissance des hydrates.

Cette réaction peut se résumer comme indiqué dans les réactions chimiques (I.5) et (I.6) :



### XVI. Influence des métakaolins sur la vitesse d'hydratation du ciment

L'hydratation des ajouts pouzzolaniques est généralement très lente et s'observe dans le long terme, mais le métakaolin est très réactif au jeune âge. Lors de l'hydratation du ciment en présence d'additions minérales de type pouzzolane, une grande quantité d'ions calcium et hydroxyde est consommée. La teneur en portlandite pour ce type de liant est plus petite comparée à celle d'un ciment. Au contraire, la quantité de C-S-H est généralement plus grande pour les ciments avec additions minérales [51].

Dans les travaux de Poon et al, [52]. Qui ont étudié la vitesse de réaction pouzzolanique dans des pâtes de ciment de type CEM I contenant du métakaolin ; de la fumée de silice ou des cendres volantes en mesurant l'évolution de la résistance mécanique en compression et la diminution de la porosité. Les premiers 7 jours, c'est dans les pâtes contenant des métakaolins que la réaction pouzzolanique est la plus avancée (résistance mécanique plus élevés et porosité la plus faible). La cinétique des réactions pouzzolaniques des métakaolins tend à diminuer après 28 jours ; la résistance mécanique et la porosité évoluent peu. Les réactions pouzzolaniques perdurent au moins jusqu'à 90 jours.



**Conclusion**

Cette étude traite des notions théoriques sur l'incorporation d'un additif pouzzolanique dans un mortier cimentaire.

L'utilisation du métakaolin (MK) dans les mortiers a reçu un intérêt important ces dernières années, en raison de sa réactivité pouzzolanique élevée et de son effet bénéfique sur la durabilité à long terme. Le métakaolin améliore les performances du mortier grâce à deux mécanismes : le premier est d'ordre physique et est attribué à sa finesse, qui permet de remplir les pores, tandis que le seconde est d'ordre chimique et est due au caractère pouzzolanique du métakaolin.



***Matériels et méthodes  
expérimentales***

## I. Introduction

Dans ce chapitre, on présente les différents matériaux utilisés dans la confection du mortier à étudier ainsi que les essais effectués selon les normes et les modes opératoires en vigueur. La caractérisation des matériaux utilisés dans la composition d'un mortier joue un rôle primordial sur ses propriétés et ses performances ultérieures.

## II. Laboratoire et conditions de travail

Notre projet de fin d'études a été réalisé au niveau des laboratoires du centre d'études et de services technologiques de l'industrie des matériaux (CETIM) sis à Boumerdès. Certaines conditions de travail sont instaurées et doivent être respectées :

Le laboratoire dans lequel s'effectuent tous les essais et la confection des éprouvettes, doit être maintenu à une température de  $20 \pm 2$  °C et à une humidité relative supérieure ou égale à 50%.

La chambre humide ou la grande armoire pour la conservation des éprouvettes dans le moule doit être maintenue de manière continue à une température de  $20 \pm 1$  °C et une humidité relative supérieure ou égale à 90%.

La température de l'eau dans les récipients de conservation doit être maintenue à  $20$  °C  $\pm$  1 °C.

La température et l'humidité relative de l'air dans le laboratoire ainsi que la température des récipients de conservation doivent être enregistrées au moins une fois par jour pendant les heures de travail.

La température et l'humidité relative dans la chambre ou l'armoire humide doivent être enregistrées au moins toutes les 4h. Lorsque les intervalles de température sont donnés, la température de réglage doit être la valeur médiane de l'intervalle.

## III. Matériaux utilisés

### III-1. Ciment

Le ciment utilisé dans notre étude est un ciment Portland CPA (CEM I 52,5 N-LH SR5 NA 442) provenant de la cimenterie (Ain El-Kbira- Sétif) pour confectionner les échantillons.



Figure II.1 : Le ciment Portland utilisé

Le Tableau II.1 affiche la composition chimique en oxydes réalisée à l'aide de la fluorescence des rayons X.

**Tableau II.1 :** Composition chimique du ciment.

Oxyde	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>
Teneur (%)	21,59	4,47	5,12	62,82	1,56	2,23	0,30	0,03	0,19	0,24

### III-2. Le sable

Dans notre campagne expérimentale, nous avons utilisé le sable normalisé de référence CEN, qui est un sable naturel siliceux, de grains arrondis, dont la teneur en silice est au moins égale à 98%.

La conformité doit être attestées par l'organisme national de normalisation dans le domaine de compétence du quel le « sable normalisé CEN EN 196-1 » est fabriqué.



**Figure II.2 :** Le sable normalisé

### III-3. Le Kaolin

Le kaolin utilisé provient du gisement de *Tamazert* de Jijel. Sa finesse de mouture est d'environ 6056 cm<sup>2</sup>/g.

Le kaolin a été ensuite séché à l'étuve avant d'être finement broyé puis calciné dans un four à une température de 700 °C pendant 4 heures. Du métakaolin (MK) a été obtenu (Voir figure II.4).



Figure II.3 : Broyage du kaolin

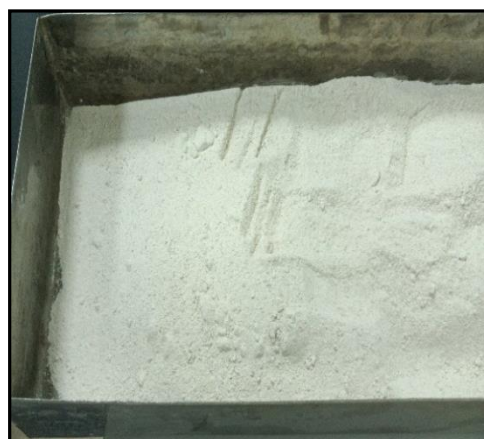


Figure II.4 : La poudre du métakaolin

La composition chimique du métakaolin est présentée dans le tableau II.2

Tableau II.2 : Composition chimique du MK.

Oxyde	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>
Teneur (%)	71,06	21,99	0,46	0,88	0,19	0,01	2,01	1,73	0,04	0,28

#### III-4. L'eau de gâchage

Elle sert aux réactions d'hydratation du ciment et elle contribue également à son ouvrabilité. L'eau utilisée est l'eau potable.

#### IV. Préparation du mortier

La préparation du mortier s'appelle le gâchage, il s'agit simplement de mélanger les trois composants, ciment, sable et eau. Dans notre cas pratique, on a introduit le métakaolin MK comme ajout. Les paramètres suivants ont été fixés :

- Le rapport utilisé E/C = 0,5 ; aura également une influence très importante sur la rhéologie du mortier. C'est le moyen le plus simple pour régler la consistance d'un matériau cimentaire.
- Le ratio Ciment/Sable C/S = 1/3, Le liant remplit les vides du sable, c'est à dire que 1m<sup>3</sup> de sable plus 1/3 de m<sup>3</sup> de liant ne fournit qu'un m<sup>3</sup> de mortier.

Au cours de notre étude, nous avons opté pour différents pourcentages d'ajouts (5%, 10%, 15% et 20%) par substitution de ciment dans le mortier.

Le tableau II.3 affiche les dosages massiques des différents constituants du mélange de mortier.

**Tableau II.3 :** Dosage des constituants.

N°	MK (%)	Ciment (g)	Méta-kaolin(g)	Eau (ml)	Sable (g)
01	00	450	0	125	1350
02	5	427,5	22,5	125	1350
03	10	405	45	125	1350
04	15	382,5	67,5	125	1350
05	20	360	90	125	1350

### V. Malaxage de la pâte de mortier

Le gâchage des composants a été effectué par un malaxeur automatique (Figure II.5), dans des conditions bien précises.



**Figure II.5 :** Malaxage des constituants



**Figure II.6 :** La pâte de mortier gâchée

Les étapes suivantes ont été suivies :

- Introduit 125 ml d'eau dans la cuve de malaxeur ;
- Peser une quantité de ciment + méta kaolin ;
- Ajouter le ciment et le méta-kaolin à l'eau et ceci soigneusement afin d'éviter toute perte d'eau ou de liant ;
- Mettre le malaxeur en marche immédiatement et le faire tourner à vitesse lente pour homogénéiser ces constituants solides pendant 90 s (le sable est introduit automatiquement pendant le malaxage) ;
- Le mélange est arrêté pour décoller du bol du malaxeur tout le mortier qui y adhère.
- Le malaxage est ensuite repris 1 min et 30 s à grande vitesse.

Il est utile de signaler que tous les essais sur le mortier ont été réalisés conformément à la norme NF EN 196-3.

## VI. Confection des éprouvettes

Après le malaxage, le mortier obtenu est ensuite placé en deux couches dans un moule métallique (hydraté par une huile légère pour faciliter le démoulage), constitué de 3 compartiments permettant la réalisation de 3 éprouvettes 4cm x 4cm x 16cm (Voir figure II.7). La mise en place du mortier est réalisée par l'intermédiaire d'une table à chocs (Figure II.8), chaque couche subissant 60 chocs normalisés. Puis conserver dans une chambre climatique.



Figure II.7 : Les éprouvettes confectionnées dans le moule 4×4×16 cm<sup>3</sup>



Figure II.8 : Table à chocs

## VII. Conservation des éprouvettes

Les moules sont conservés dans la chambre climatique à T= 20 °C et Humidité = 95% (Figure II.9), le démoulage est effectué après 24h, période durant laquelle toute évaporation d'eau a été évitée.



Figure II.9 : Enceinte de conservation des éprouvettes

Les éprouvettes sont ensuite pesées puis conservées dans trois (3) milieux à savoir :

- Dans l'eau (E)
- Milieu chaud à T = 40 °C (ET)
- L'air libre (L)



**Figure II.10 :** Aspect des éprouvettes de mortier élaborées

Des codes ont été attribués aux différentes formulations des mortiers élaborés selon la composition et le milieu de conservation (Voir tableau II.4).

**Tableau II.4 :** Désignation des échantillons de mortiers par des codes.

Echantillons	Code attribué
Mélange (Ciment + 00 %MK) conservé dans l'eau	CE
Mélange (ciment + 5% MK) conservé dans l'eau	CMKE 5%
Mélange (ciment + 10% MK) conservé dans l'eau	CMKE 10%
Mélange (ciment + 15% MK) conservé dans l'eau	CMKE 15%
Mélange (ciment + 20% MK) conservé dans l'eau	CMKE 20%

Mélange (Ciment + 00 %MK) conservé dans l'étuve à 40 °C	CET
Mélange (ciment + 5% MK) conservé dans l'étuve à 40 °C	CMKET 5%
Mélange (ciment + 10% MK) conservé dans l'étuve à 40 °C	CMKET 10%
Mélange (ciment + 15% MK) conservé dans l'étuve à 40 °C	CMKET 15%
Mélange (ciment + 20% MK) conservé dans l'étuve à 40 °C	CMKET 20%

Mélange (Ciment + 00 %MK) conservé à l'air libre	CL
Mélange (ciment + 5% MK) conservé à l'air libre	CMKL 5%
Mélange (ciment + 10% MK) conservé à l'air libre	CMKL 10%
Mélange (ciment + 15% MK) conservé à l'air libre	CMKL 15%
Mélange (ciment + 20% MK) conservé à l'air libre	CMKL 20%



### VIII. Caractéristiques des mortiers

D'après leurs propriétés, les mortiers se subdivisent en deux catégories : les mortiers plastiques et les mortiers durcis.

**Tableau II.7 :** Composition chimique des échantillons des mortiers conservés dans l'eau après 28 jours.

Oxyde	SiO <sub>2</sub> %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	CaO%	MgO%	SO <sub>3</sub> %	K <sub>2</sub> O%	Na <sub>2</sub> O%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	TiO <sub>2</sub> %
CE	76,96	1,49	1,14	14,04	0,20	0,31	0,19	0,01	0,06	0,16
CMKE 5%	77,63	1,84	1,10	13,38	0,21	0,30	0,21	0,02	0,07	0,15
CMKE10%	77,74	1,85	1,09	13,38	0,20	0,33	0,22	0,02	0,06	0,16
CMKE15%	77,98	2,16	1,01	12,50	0,22	0,22	0,26	0,10	0,06	0,17
CMKE20%	79,11	2,40	0,97	11,74	0,18	0,32	0,31	0,18	0,05	0,13

#### VIII-1. Caractérisation du mortier à l'état frais « plastique »

Lors de la caractérisation de notre mortier à base de ciment + métakaolin ; « le sable est négligé dans cette étape ». Nous indiquons que les essais effectués sont les même que ceux réalisés pour une pâte de ciment.

##### VIII-1-1. Consistance

###### ➤ Principe

L'essai de consistance effectué avec l'appareil de Vicat montré à la figure II.11 est réalisé conformément à l à norme NF EN 196-3.



**Figure II.11 :** Appareil Vicat

La consistance est déterminée en mesurant l'enfoncement dans la pâte, d'une tige cylindrique sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide.

La pâte de mortier est alors rapidement introduite dans le moule tronconique posé sur une plaque, sans tassement ni vibration excessive ; Il faut enlever l'excès de pâte par un mouvement de va- et -vient effectuer avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface supérieure du moule. Puis l'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat.

La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30s d'attente), on

mesure la distance « d » séparant l'extrémité de la sonde et de la plaque de base. Cette distance (d) caractérise la consistance de la pâte étudiée.

Si  $(d) = 6 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ , on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée. (Consistance normalisée).



**Figure II.12 :** Mesure de la consistance normale du ciment (témoin)



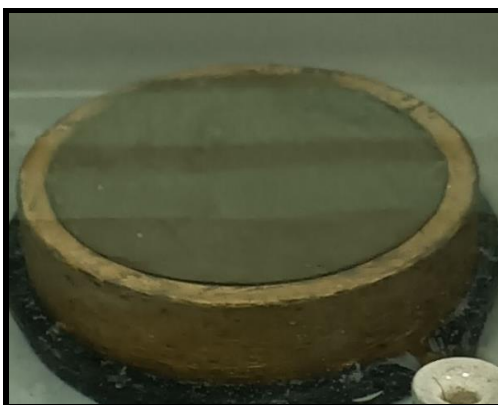
**Figure II.13 :** Mesure de la consistance du liant (ciment+MK) par l'appareil Vicat

### VIII-1-2. Délais de prise (début et fin de prise)

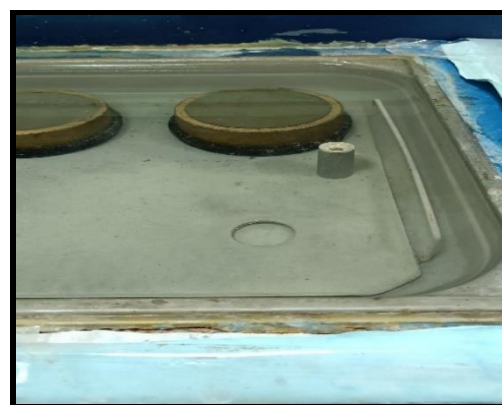
#### ➤ Principe

Le moule rempli de pâte normale et placé dans le Vicat automatique (Voir figure II.15), on ajoute de l'eau à température de 20 °C de manière que la surface de la pâte soit recouverte de 5ml d'eau au minimum.

Le Vicat automatique menée d'une aiguille en acier sert pour déterminer à la fois le temps de début et fin de prise, et doit avoir la forme d'un cylindre droit.



**Figure II.14 :** Remplissage du moule



**Figure II.15 :** Insertion du moule dans le Vicat automatique

L'appareil Vicat fait des piques chaque cinq minutes automatiquement, le premier qui touche au fond de moule et indiquer comme le temps  $(t=0)$  et le dernier pique à la surface de la pâte normalisée désigne le temps de fin de prise.



**Figure II.16 :** Détermination de début et fin de prise par l'appareil Vicat

L'essai donc consiste à suivre la transformation d'état d'un matériau visqueux. Facile à travailler à l'état d'un matériau durci, il est donc nécessaire de connaître le délai de prise, en vue de déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre de mortier.

### VIII-1-3. Stabilité (Expansion)

#### ➤ Principe

Le but principal de l'essai de stabilité est d'apprécier le risque possible d'expansion tardive due à l'hydratation des oxydes de calcium libres.

L'essai est effectué simultanément sur la même gâchée de la pâte de consistance normale.

Le moule le Chatelier est placé sur une plaque inférieure légèrement huilée et le remplit immédiatement sans tassement ni vibration excessif, uniquement à la main et à l'aide d'un outil à bord droit, si on le désire, pour araser la surface supérieure.

Le moule est couvert par une plaque supérieure, munie du poids supplémentaire (Voir figure II.17).



**Figure II.17 :** Représentation du moule *de Chatelier*

A la fin, l'appareil est placé dans l'armoire humide pendant 24h.

Après cette période :

1. On mesure l'écartement A entre les points des aiguilles ;

2. Le moule est placé dans un bain d'eau à la température d'ébullition pendant 3h.
3. Au bout de l'ébullition, on mesure l'écartement B et laisser refroidir, puis la mesure de distance  $C = B - A$ , entre les points des aiguilles.
4. Calculer la différence entre les deux valeurs ( $B - A$ ), afin d'obtenir une valeur inférieure à 10mm.

Si  $B - A > 10\text{mm}$ , une autre pâte (de même composition) sera mélangée et laisser une semaine après refaire l'analyse, pour indiquer si elle est gonflable « selon la norme EN 196-3 ».



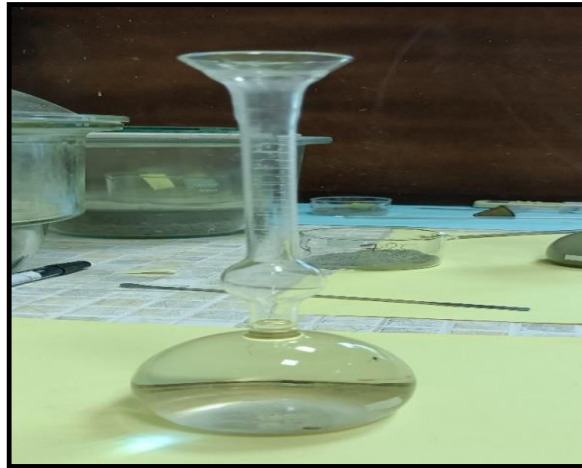
**Figure II.18 :** Appareil Vicat pour la mesure d'expansion

#### VIII-1-4. La masse volumique absolue (méthode de Chatelier)

Est une mesure de la masse d'une substance par unité de volume, sans tenir compte des vides pouvant exister entre les grains de l'échantillon.

##### ➤ Mode opératoire

On remplit le densimètre par le liquide inerte (benzène) jusqu'à ce que le niveau parvienne entre les divisions 0 et 1, on évite de mouiller les parois lors de remplissage (Figure II.19).



**Figure II.19 :** Densimètre rempli de benzène

Le volumétre est immergé dans un récipient contenant de l'eau à 20 °C.

Pendant l'équilibrage de température, le pesage de masse de liant (métakaolin par substitution de ciment) est effectué comme suit :

**Tableau II.8 :** dosage des constituants.

N°	Pourcentage de MK	Quantités du ciment (g)	Quantité du métakaolin (g)
01	00 %	64	0
02	5 %	60,8	3,2
03	10 %	57,6	6,4
04	15 %	54,4	9,6
05	20 %	51,2	12,8

On verse le liant très lentement dans le volumétre, en prenant garde à ne pas laisser le dépôt sur les parois (Voir figure II.20), on va le faire rouler avec des va et vient de manière à faciliter le départ de l'air.



**Figure II.20 :** Remplissage de liant dans le volumétre

Le volumétre contenant le mélange est placé dans le récipient, incliné à 20°C pendant 20 min environ et lis le volume résultant.



**Figure II.21 :** Récipient pour l'équilibrage de volume

La masse volumique ( $\delta$ ) a été calculée selon l'équation (II.1) :

$$\delta = \frac{m}{v_1 - v_0} \left( \frac{g}{cm^3} \right) \quad (\text{éq II. 1})$$

### VIII-1-5. La surface spécifique de Blaine SSB

#### ➤ Principe

L'appareil utilisé pour déterminer la finesse de liant est appelé « Perméabilimètre de Blaine ». Cet appareil est illustré sur la figure II.22. Il se compose pour l'essentiel d'une cellule dans laquelle est placé le liant à tester et d'un manomètre constitué d'un tube en verre en forme de U rempli, jusqu'à son repère inférieur d'une huile légère. La cellule est équipée d'une grille en sa partie inférieure. Un piston sert à tasser l'échantillon dans la cellule sous un volume V défini.

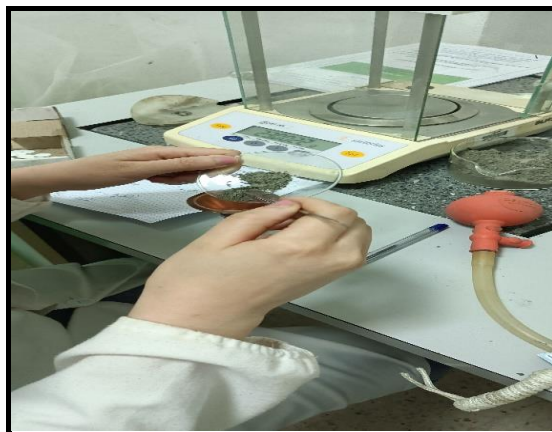


**Figure II.22 :** Appareil de Blaine pour la mesure de la surface spécifique

La masse nécessaire qui introduit dans la cellule (Figure II.23) a été calculée selon l'équation II.2)

$$m = \delta (1 - e) \cdot v \text{ en (g)} \quad (\text{éq II. 2})$$

Avec  $e = 0,5$  (la porosité est plus ou moins 5 selon la compacité de l'échantillon dans la cellule).



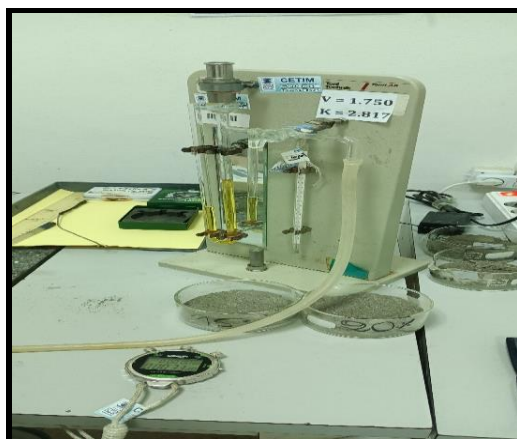
**Figure II.23 :** Coulage du liant dans la cellule

En raison de la nécessité d'un jeu entre la cellule et le piston plongeur, le volume du lit de l'échantillon compacté varie pour chaque ensemble cellule/ piston plongeur.

la surface conique est placée dans la cellule dans le rodage conique ou sommet de manomètre on utilisant si nécessaire un peu de graisse légère, pour assurer un joint étanche ( faire précision de ne pas perturber le lit de l'échantillon).

On ouvre le robinet d'arrêt et ajuster par une aspiration modérée le liquide manométrique au niveau de la ligne la plus haute.

Le fluide manométrique va commencer à couler et le chronomètre démarré, atteint la deuxième relever le temps  $t$  à 0,2 s près et la température à 1°C près.



**Figure II.24 :** Début de mesure du temps d'écoulement de fluide

La finesse ( $S$ ) est ensuite calculée à partir de l'équation (II.3).

$$S = \frac{K}{\delta} \frac{\sqrt{e3}}{(1-e)} \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{0,1\eta}} \left( \frac{cm^2}{g} \right) \quad (\text{éq II.3})$$

## VIII-2. Caractérisation du mortier à l'état durci

### VIII-2-1. Les résistances mécaniques

#### VIII-2-1-1. Essai de Flexion 3 points

Est une mesure de la capacité d'un matériau à résister à la force appliquée sur une éprouvette avant sa rupture.

La machine utilisée est une machines universelles pilotée par ordinateur ; équipé de logiciel test-Xpert et munie d'un capteur de force 10 kN selon la norme EN 196-1, (Voir figure II.25).

Le dispositif de chargement se compose de deux appuis disposés parallèlement pour l'éprouvette et d'une panne de flexion, qui applique la charge à l'éprouvette au centre des appuis.

La résistance à la flexion (RF) a été calculée à partir de la moyenne de deux éprouvettes, identiques (même composition, mise en œuvre et conditions de cure).

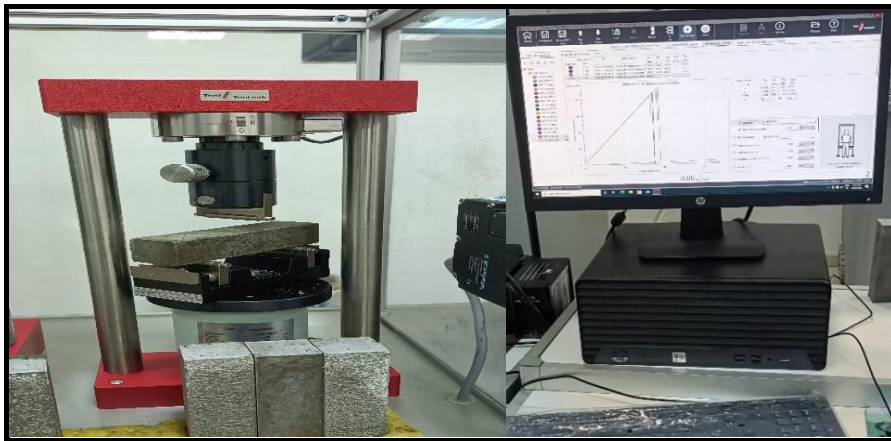


Figure II.25 : Essai de flexion en 3 points

#### VIII-2-1-2. Essai de compression

La résistance à la compression est déterminée en appliquant progressivement une charge de compression sur une éprouvette et en mesurant la charge maximale qu'il peut supporter avant de subir une rupture.

Les essais de résistance à la compression (RC), ont été effectués sur les demi-éprouvettes obtenues après l'essai de flexion.

L'écrasement des éprouvettes est fait sur une presse hydraulique de force 250 kN (Figure II.26) et répondant aux prescriptions de la norme EN 196-1

La résistance à la compression est calculée à partir de la moyenne de 4 essais réalisés sur les demi-éprouvettes.





**Figure II.26 :** Essai de compression

### VIII-2-2. Essai ultrason

L'essai utilise des ondes ultrasonores pour évaluer les propriétés et la qualité des matériaux. Il repose sur la mesure de la vitesse de propagation des ondes et l'analyse des signaux réfléchis pour détecter les défauts ou les caractéristiques du matériau testé.

L'essai ultrason fonctionne en émettant une onde ultrasonore à travers le mortier à tester à l'aide d'un transducteur (Voir figure II.27). Cette onde se propage à travers le matériau et interagit avec ses différentes caractéristiques.



**Figure II.27 :** Appareil d'Ultra-son (transducteur)

Lorsque l'onde rencontre une interface entre deux matériaux, une partie de l'onde est réfléchiée et renvoyée vers le transducteur.



**Figure II.28 :** Les éprouvettes graissées sur les deux côtés



**Figure II.29 :** Récepteur et émetteur intérieur des ondes entre l'éprouvette et le transducteur

Le transducteur capte les ondes réfléchies et les convertit en signaux électriques. Ces signaux sont ensuite analysés pour déterminer diverses propriétés de l'éprouvette de mortier, telles que la vitesse de propagation des ondes ultrasonores, le temps de transit.

### VIII-2-3. Le retrait et gonflement

Le retrait est la diminution du volume apparent de la matière ou ses dimensions, il est utilisé pour mesurer les variations dimensionnelles de l'éprouvette de mortier, qui peuvent être dues à la perte d'humidité ou à d'autres facteurs tels que la transformation chimique du matériau.

L'éprouvette utilisée pour les mesures de retrait est de dimension  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ , conservée à l'air (température  $T = 20 \text{ °C}$  et d'humidité relative), pendant 3, 7 et 28 jours.

Le gonflement est l'augmentation de volume apparent qui se produit lorsque les éprouvettes sont conservées ( $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ) Dans l'eau pendant 3, 7 et 28 jours

#### ➤ L'appareillage

L'appareillage de retrait et gonflement montré sur la figure II.30 typique, comprend les éléments suivants :

- Support de fixation : il s'agit d'une structure robuste sur laquelle les éprouvettes sont fixées, le support de fixation doit être suffisamment rigide pour minimiser les déformations indésirables.
- Jauge de mesure : c'est un dispositif précis qui permet de mesurer les variations dimensionnelles des éprouvettes de mortier, la jauge est équipée de capteur pour enregistrer le déplacement.



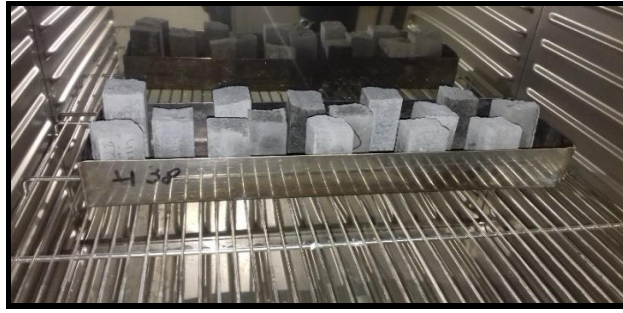
**Figure II.30 :** Appareil de mesure (retrait et gonflement)

### VIII-2-4. Essai de la capacité d'absorption d'eau (la porosité)

La capacité d'absorption d'un mortier donne une idée générale sur la présence et l'importance des vides (pores). C'est une manière comme une autre de tester la compacité du mélange. Plus le mortier est compact, plus sa capacité d'absorption est faible, et donc plus il est étanche.

Cette capacité d'absorption est déterminée par une méthode simple :

Les éprouvettes de mortier sont pesées, après leur passage à l'étuve (à  $40 \text{ °C}$ ) (Figure II.31) où elles ne sont retirées qu'après stabilisation de leurs masses, notée ( $M_s$ )



**Figure II.31** : Séchage des éprouvettes dans l'étuve

Ensuite elles sont entièrement trempées dans l'eau (Figure II.32) pendant 24h, puis retirées et pesées, soit (Mh)



**Figure II.32** : L'introduction des éprouvettes dans l'eau

En dernière étape, les échantillons sont pesés sous l'eau à l'aide de la balance hydrostatique, soit (Mh').

La capacité d'absorption d'eau ( $\eta$ ) est donnée par l'équation (II.4) :

$$\eta = \frac{Ma - Ms}{Mh - Mh'} 100 \text{ (\%)} \quad (Eq. II.4)$$

Où :

Ma : Masse des échantillons avant séchage (en g).

### VIII-2-5. Evaluation de l'activité pouzzolanique du métakaolin

#### VIII-2-5.1. Test de Frattini

##### ➤ Le principe

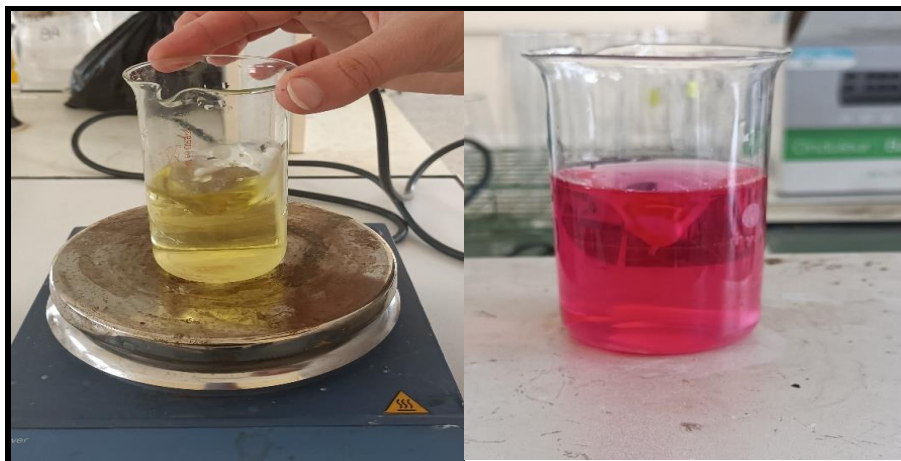
Le test de Frattini est une méthode simple et pertinente permettant d'évaluer avec certitude l'activité pouzzolanique du Métakaolin.

Il s'agit d'une réaction accélérée, basée sur la réduction de la chaux, qui a été proposée par Frattini en 1950. L'essai est réalisé conformément à la norme EN NF 196-5.

Une quantité de 16g de ciment avec 4g de Métakaolin (MK), (80% en masse de ciment et 20% de MK), finement broyée, mis en réaction avec 100ml d'eau, la solution a été fermée et conservée pour une période de 8 à 15 jours, sous une température de 40 °C, au cours de l'hydratation, la réaction se déclenche, ce qui permet au MK de réagir avec la portlandite  $\text{Ca(OH)}_2$  issue de l'hydratation du ciment.

Après 8 jours (et 15 jours), la solution a été filtrée à l'aide d'un papier filtre, puis laissée refroidir à température ambiante.

50 ml de la solution filtrée est ensuite analysée pour déterminer la concentration en  $[\text{OH}^-]$  par titrage par une solution d'acide chlorhydrique (HCl) diluée à 0.1 mol/l, en ajoutant 5 gouttes d'indicateur Méthylorange. Le titrage est arrêté une fois que que la coloration vire du jaune au rose, (Voir figure II.33).



**Figure II.33 :** Virage de couleur de la solution titrée par HCl

La concentration en  $[\text{Ca}^{2+}]$  est déterminée par ajustement de pH à 12.5 avec une solution de NaOH de 2.5 mol/l, en ajoutant au préalable le "meruxide" comme indicateur coloré suivi d'un titrage avec la solution EDTA concentrée à 0.03 mol/l ; le virage de rouge pourpre au violet » est observé, (Voir figure II.34)



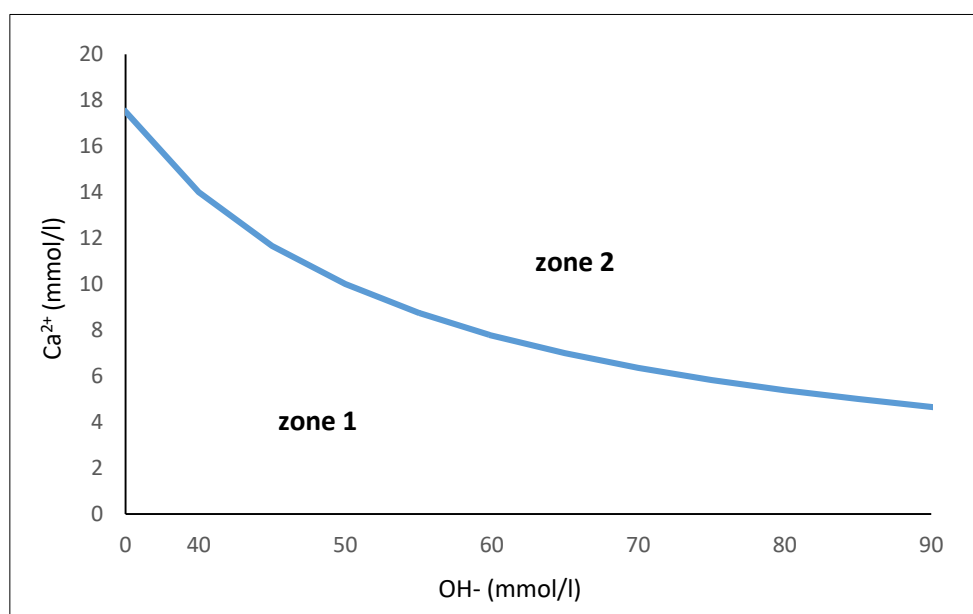
**Figure II.34 :** Virage de couleur de la solution titrée par EDTA

Les résultats seront présentés sous forme de graphique de  $[\text{Ca}^{2+}]$ , exprimée en équivalent CaO (en mmol/l) sur l'axe des ordonnées par rapport à  $[\text{OH}^-]$  (en mmol/l) sur l'axe des abscisses. La courbe de solubilité de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est tracée.

Un échantillon témoin de 100% de ciment (20g de ciment) est comparé pour s'assurer que son résultat se trouve sur cette même courbe de saturation (Figure II.35).

La courbe de saturation a été tracée à partir de l'équation (II.5).

$$[CaO] = \frac{350}{[OH] - 15} \quad (\text{éq. II.5})$$



**Figure II.35** : Evaluation pouzzolanique selon le test de Frattini

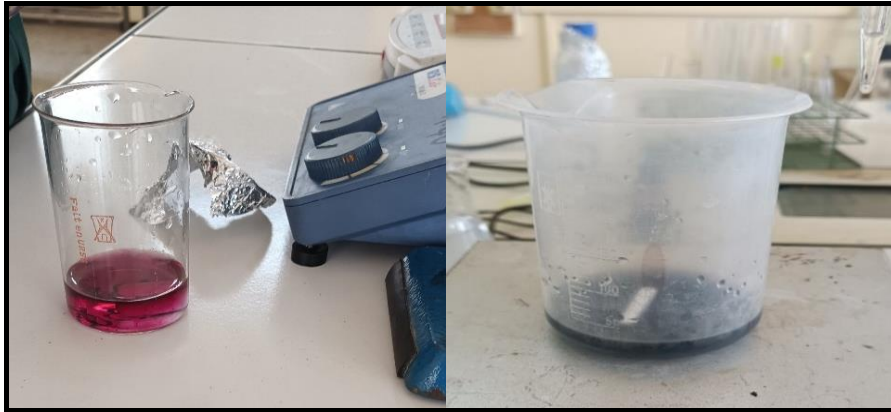
Les résultats de test situés en dessous de la courbe de saturation (zone 1) indiquent une réduction de  $[Ca^{2+}]$  et  $[OH^-]$  dans la solution, ce qui est attribué à l'activité pouzzolanique du (MK). En revanche, les résultats situés au-dessus de cette ligne (zone 2) montrent une activité pouzzolanique nulle. Il est important de souligner que cette procédure suppose l'absence d'autres sources de calcium soluble dans le système.

#### VIII-2-5.2. Test de chaux saturée

Ce test permet de calculer la quantité de chaux non fixée par le métakaolin (MK) par rapport à celle initialement présente dans une solution de chaux saturée. Pour cela, on a fait dissoudre 2g de chaux dans un 1 litre d'eau distillée, 1g de MK est introduit par la suite dans une bouteille en plastique fermée contenant 75 ml de la solution saturée en chaux préalablement préparée, le mélange sera laissé sous une température de 40 °C pour quelque jours (nous avons choisi d'effectuer les analyses à 8 et 16 jours).

A chaque échéance, la bouteille est retirée de l'étuve, la solution est filtrée immédiatement dans une fiole, puis laissée refroidir à température ambiante. Ensuite, on a introduit 15 ml de solution filtrée dans un bécher.

Pour déterminer la concentration en  $[Ca^{2+}]$  on ajuste le pH à 12,5 avec NaOH à 2,5 mol/l, et avec l'ajout de l'indicateur Noir d'Eriochrome, la solution est titrée par EDTA à 0.03 mol/l « jusqu'à la zone du virage où la coloration vire du rouge pourpre au bleu », (Voir Figure II.36).



**Figure II.36 :** La solution titrée par EDTA vire du rouge pourpre au bleu

### Conclusion

Ce chapitre se concentre sur la description des différents matériaux utilisés dans la formulation des mortiers de ciment contenant du métakaolin.

Afin de comprendre l'effet du métakaolin dans le mortier, nous avons effectué des essais physiques et mécaniques. Ces essais ont été expliqués en détail, y compris leur méthode de réalisation.

Des études supplémentaires peuvent être menées pour explorer l'avantage des effets du métakaolin sur d'autres caractéristiques de mortier et pour optimiser les dosages pour des performances optimales dans des conditions spécifiques.

Les résultats complets de cette étude sont présentés et analysés dans le chapitre III suivant, permettant ainsi de tirer des conclusions sur l'impact de métakaolin sur les propriétés de mortier cimentaire.



***Interprétation et  
discussion des résultats***

## I. Introduction

Le chapitre de discussion des résultats constitue une étape essentielle de cette étude, car il permet d'analyser et d'interpréter les résultats obtenus à partir des expériences et des analyses réalisées. Nous aborderons les principaux points marquants des résultats obtenus et les comparerons avec les références existantes.

## II. Caractéristiques des coulis à l'état frais

### II-1. La consistance

Le tableau III.1 affiche les résultats de l'essai de consistance, qui représentent les mesures de fluidité et de maniabilité pour chaque échantillon pour différents pourcentages d'ajout.

**Tableau III.1** : Résultats de mesure de consistance normalisée.

Echantillon	Quantité d'eau nécessaire [ml]	Consistance [mm]
CMK0%	125	4
CMK5%	127	6
CMK10%	133	4
CMK15%	134	4
CMK20%	135	4

Pour un pourcentage d'ajout de 0% : Une quantité d'eau de 125 ml est nécessaire pour atteindre une consistance de 4. Cela indique que le mortier sans ajout a une consistance moyenne.

Pour un pourcentage d'ajout de 5% : Une légère augmentation de la quantité d'eau nécessaire à 127 ml conduit à une consistance plus élevée de 6. Cela suggère que l'ajout de 5% a un effet sur l'augmentation de la fluidité du mortier, le rendant plus facile à travailler.

Pour un pourcentage d'ajout de 10%, 15% et 20% : La quantité d'eau nécessaire reste relativement stable autour de 133-135 ml, tandis que la consistance reste constante à 4. Cela indique que l'ajout de ces pourcentages n'a pas d'impact significatif sur la consistance du mortier.

Les résultats montrent que l'ajout du métakaolin n'a pas d'effet majeur sur la consistance du mortier, sauf pour un pourcentage d'ajout de 5% qui entraîne une légère augmentation de la fluidité. Cela peut être bénéfique pour faciliter la mise en œuvre du mortier.

### II-2. Les délais de prise

Le tableau III.2 montre les résultats de l'essai des délais de prise, qui indiquent le temps de début et fin de prise pour chaque échantillon.



**Tableau III.2** : Résultats des essais des délais de prise

Echantillons	Début de prise [min]	Fin de prise [min]
CMK0%	240	335
CMK5%	255	340
CMK10%	270	395
CMK15%	275	375
CMK20%	250	335

Les résultats des délais de prise montrent une variation avec l'ajout du métakaolin dans les mélanges cimentaires. On observe que l'incorporation du métakaolin entraîne généralement un léger retard dans le début de prise et un temps de prise plus long par rapport au mélange de ciment sans ajout.

Pour le mélange de ciment sans métakaolin (0% MK), le début de prise est de 240 minutes (environ 4h) et la fin de prise est de 335 minutes (environ 5h et 35min).

Avec l'ajout de 5% de métakaolin (5% MK), on observe un léger retard dans le début de prise qui augmente à 255 minutes, tandis que la fin de prise est prolongée à 340 minutes.

Pour le mélange de ciment avec 10% de métakaolin (10% MK), on constate un délai de prise légèrement plus long, avec un début de prise à 270 minutes et une fin de prise à 395 minutes.

Avec l'ajout de 15% de méta-kaolin (15% MK), le délai de prise montre un début de prise à 275 minutes et une fin de prise à 375 minutes.

Pour le mélange de ciment avec 20% de métakaolin (20% MK), le délai de prise est similaire au mélange sans métakaolin, avec un début de prise à 250 minutes et une fin de prise à 335 minutes.

Ces résultats indiquent que l'ajout de métakaolin dans les mélanges de ciment peut influencer les délais de prise. Plus le pourcentage de métakaolin est élevé, plus le délai de prise est retardé, ce qui peut être dû aux interactions chimiques entre le ciment et le métakaolin. Il est important de prendre en compte ces variations de délais de prise lors de la formulation des mortiers cimentaires contenant du métakaolin afin de garantir un temps de prise approprié pour les applications spécifiques.

### II-3. Essai d'expansion

Les résultats de l'essai d'expansion, qui illustrent les valeurs d'expansion pour chaque échantillon à des différents pourcentages mesurés après un certain délai de temps (Tableau III.3)

**Tableau III.3** : Résultats de l'essai d'expansion

Echantillons	L'écartement A [mm]	L'écartement B [mm]	La distance C (B - A) [mm]
CMK0%	3	5	2,0
CMK5 %	16	16	0,0
CMK10 %	5	6	1,0
CMK15 %	5	6	1,0
CMK20 %	1	3	2,0

Pour un pourcentage d'ajout de 0% : On observe un écartement A de 3 mm et un écartement B de 5 mm, ce qui donne une différence C de 2mm. Cela indique une expansion du mortier cimentaire sans ajout, mais la différence est inférieure à 10mm, ce qui suggère une faible expansion.

Pour un pourcentage d'ajout de 5% : Les écartements A et B sont égaux à 16 mm, ce qui donne une différence C de 0 mm. Cela indique une absence d'expansion significative du mortier avec un ajout de 5%.

Pour un pourcentage d'ajout de 10% et 15% : Les écartements A et B sont tous deux de 5 mm, donnant une différence C de 1mm. Cela indique une expansion similaire pour ces deux pourcentages d'ajout, mais encore une fois, la différence est inférieure à 10 mm, ce qui suggère une expansion acceptable.

Pour un pourcentage d'ajout de 20% : L'écartement A est de 1 mm et l'écartement B est de 3 mm, ce qui donne une différence C de 2mm. Cela indique une légère augmentation de l'expansion du mortier avec un ajout de 20% par rapport aux autres, mais reste dans les normes en vigueur (inférieur à 10mm).

Les résultats montrent que l'ajout de métakaolin dans le mortier cimentaire a généralement un effet limité sur l'expansion, avec des différences C inférieures à 10 mm pour la plupart des pourcentages d'ajout. Cependant, un ajout de 20% montre une légère augmentation de l'expansion. Il est important de noter que d'autres facteurs, tels que les conditions environnementales et les méthodes d'essai, peuvent également influencer les résultats de l'expansion.

#### II-4. Surface spécifique de Blaine et masse volumique

Le tableau III.4 présente les valeurs de la masse volumique et de la surface spécifique de Blaine (SSB) des échantillons à différents pourcentages, ce qui fournit des indications sur la densité et la finesse des échantillons.

**Tableau III.4** : Résultats de SSB et la masse volumique des échantillons

Matériaux	SSB (cm <sup>2</sup> /g)	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )
Ciment	2800	3,2
Métakaolin	6056	2,61
CMK5%	3497	3,17
CMK10%	3657	3,12
CMK15%	3254	3,12
CMK20%	3949	3,06

Les résultats de la surface spécifique de Blaine (SSB) et de la masse volumique des différents matériaux utilisés dans les mélanges de ciment avec du métakaolin fournissent les informations suivantes :

Le ciment seul présente une SSB de 2800 cm<sup>2</sup>/g et une masse volumique de 3,2 g/cm<sup>3</sup>.

Le métakaolin pur montre une SSB plus élevée de 6056 cm<sup>2</sup>/g, ce qui indique une plus grande finesse de ses particules, tandis que sa masse volumique est de 2,61 g/cm<sup>3</sup>, nettement inférieure à celle du ciment.

L'ajout de 5% de métakaolin au ciment entraîne une augmentation de la SSB du mélange à 3497 cm<sup>2</sup>/g par rapport au ciment pur, mais la masse volumique reste pratiquement inchangée à 3,17 g/cm<sup>3</sup>.

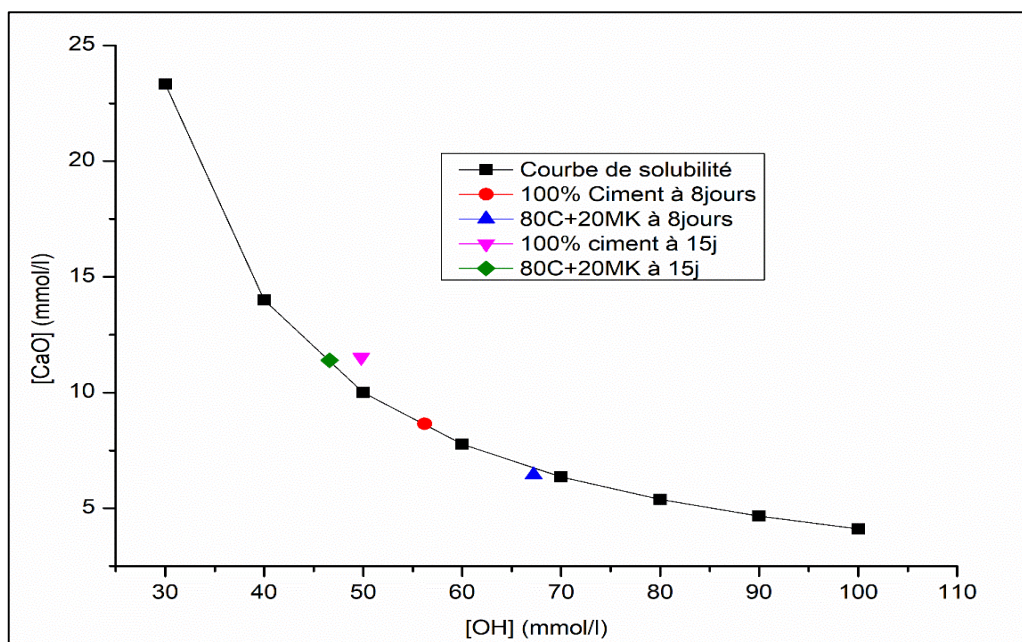
L'augmentation du pourcentage de métakaolin dans les mélanges de ciment conduit à une augmentation progressive de la SSB par rapport à celle du ciment seul. Les mélanges contenant 10% et 20% de méta-kaolin affichent des valeurs de SSB de 3657 cm<sup>2</sup>/g, 3949 cm<sup>2</sup>/g respectivement. Ces résultats suggèrent une augmentation de la finesse des mélanges à mesure que la proportion de métakaolin introduit augmente.

La masse volumique des mélanges de ciment avec du métakaolin diminue également progressivement avec l'augmentation du pourcentage d'ajout. Les mélanges contenant 10%, 15% de métakaolin ont tous une masse volumique de 3,12 g/cm<sup>3</sup>, indiquant une légère diminution par rapport à celle du ciment pur.

En conclusion, l'incorporation de métakaolin dans les mélanges de ciment a un impact sur la surface spécifique de Blaine et la masse volumique des matériaux. Les mélanges présentent une SSB plus élevée par rapport au ciment seul, ce qui suggère une modification de la granulométrie. De plus, la masse volumique diminue légèrement avec l'ajout de métakaolin, ce qui peut influencer la densité et les propriétés physiques des mélanges de ciment.

## II-5. Test de Frattini

La figure III.1 représente les mesures qui permettent d'évaluer la capacité de la chaux à se lier et à réagir avec le MK dans des conditions de saturation, fournissant ainsi des informations sur son activité et sa performance.



**Figure III.1 :** Résultats du test Frattini à différentes échéances (8 et 15 jours)

La courbe de saturation est utilisée comme référence pour évaluer l'activité pouzzolanique d'un matériau.

A 8 jours, les points de l'échantillon à 100% ciment, se trouvent sur la ligne de solubilité, ainsi que les points de (80% ciment + 20 % de MK) se trouvent légèrement au-dessous de la courbe, cela indique une légère activité pouzzolanique du métakaolin utilisé.

À 15 jours, les points de l'échantillon à 100% ciment se trouvent au-dessus de la courbe, ce qui signifie une pouzzolanicité nulle. Néanmoins avec le (80% de ciment + 20% de MK) les points représentant l'activité pouzzolanique du métakaolin (MK) se trouvent sur la ligne de courbe de saturation, cela indique que le métakaolin n'est pas réactif à cette échéance. En d'autres termes, il ne présente pas d'activité pouzzolanique significative dans les conditions de l'essai.

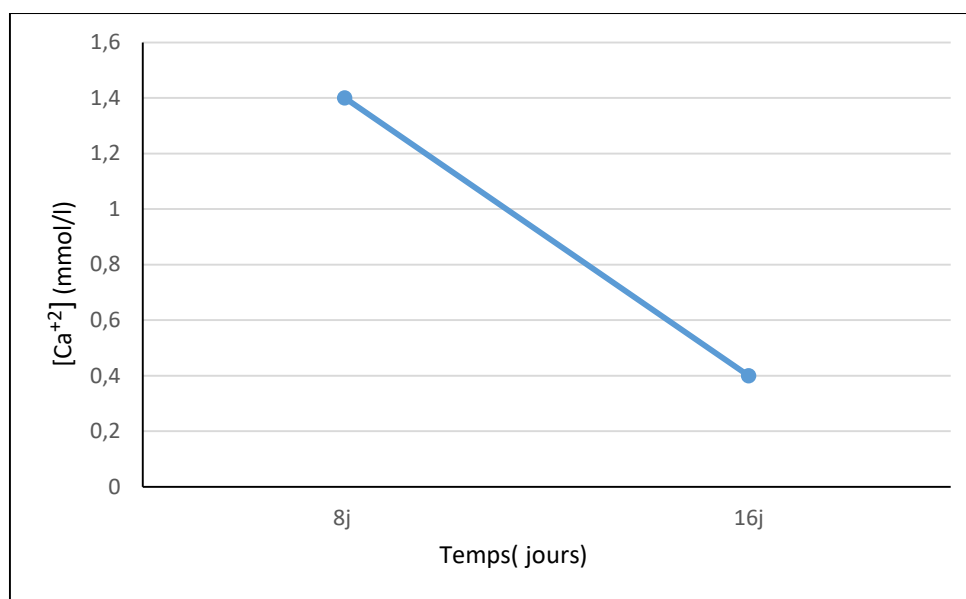
Cette interprétation indique donc que le métakaolin utilisé dans l'expérience n'a pas la capacité de réagir chimiquement avec la chaux présente, ce qui est essentiel pour son activité pouzzolanique. Il est important de noter que d'autres facteurs, tels que la composition et les propriétés physico-chimiques du métakaolin, ainsi que les conditions expérimentales de l'essai, peuvent également influencer sa réactivité, ce qui a été confirmé par l'essai de chaux saturée.

**II-6. Test de chaux saturée**

Les résultats du test de chaux saturée reportés dans le tableau III.5 et illustrés dans la figure III.2 indiquent les quantités de chaux non fixée par le métakaolin à deux échéances bien précises (8 et 16 jours).

**Tableau III.5 :** Résultats de l'essai de la chaux saturée

	V <sub>eq</sub>	[Ca <sup>2+</sup> ]
À 8jr	0,7 ml	1,4mmol /l
À 16jr	0, 2 ml	0,4mmol /l



**Figure III.2 :** Quantité de chaux non fixée par le MK en fonction de temps

La valeur de 1,4 mmol/l indique la concentration de la chaux non fixée par le métakaolin après une période de 8 jours. Une valeur de 1,4 peut être interprétée comme une quantité très réduite de chaux non fixée, ce qui suggère que le métakaolin a réussi à fixer efficacement la chaux pendant cette période.

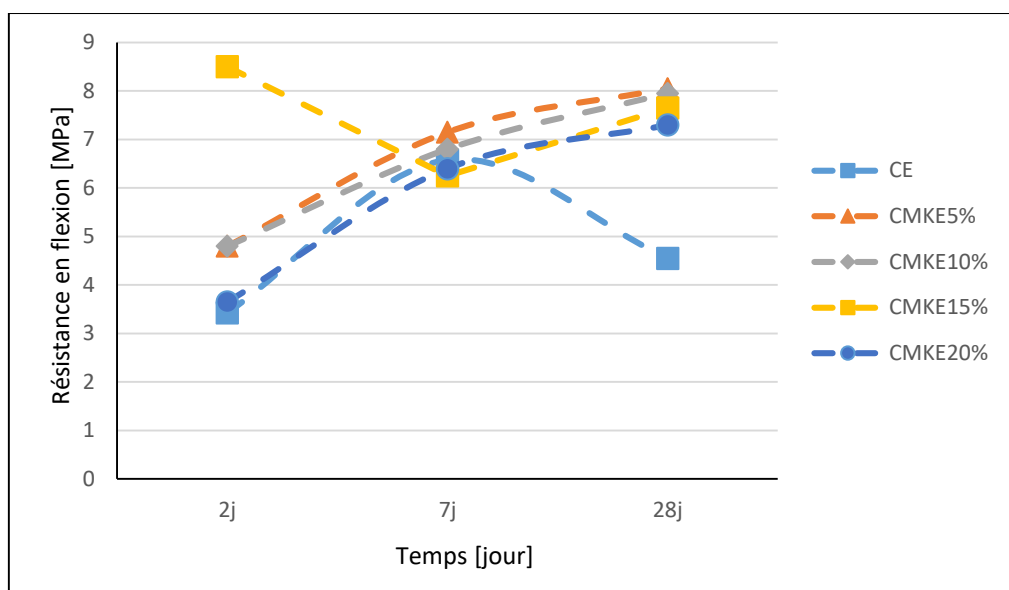
La valeur de 0,4 représente la quantité de chaux non fixée par le métakaolin après une période de 16 jours, qui est une durée plus longue que le test précédent. Cette valeur plus basse indique une diminution de la quantité de chaux non fixée, ce qui suggère une meilleure fixation de la chaux par le méta-kaolin au fil du temps.

Ces résultats suggèrent que le méta-kaolin a été plus efficace pour fixer la chaux à mesure que la durée du test s'est prolongée. Une diminution de la quantité de chaux non fixée à 16 jours peut indiquer une amélioration de l'interaction chimique entre la chaux et le métakaolin, entraînant une meilleure fixation de la chaux.

### III. Caractérisation des mortiers à l'état durci

#### III-1. Résistance à la flexion 3 points

Les courbes spécifiées dans les figures III.3, III.4 et III.5 présentent les résistances en flexion des échantillons (mortier témoin et les mélanges contenant respectivement 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin dans différents milieux de conservation à savoir dans l'eau, l'étuve et l'air. Ces essais ont été effectués à des intervalles de 2 jours, 7 jours et 28 jours. Ces données permettent d'évaluer la performance et l'influence des différents milieux sur la résistance en flexion des échantillons.

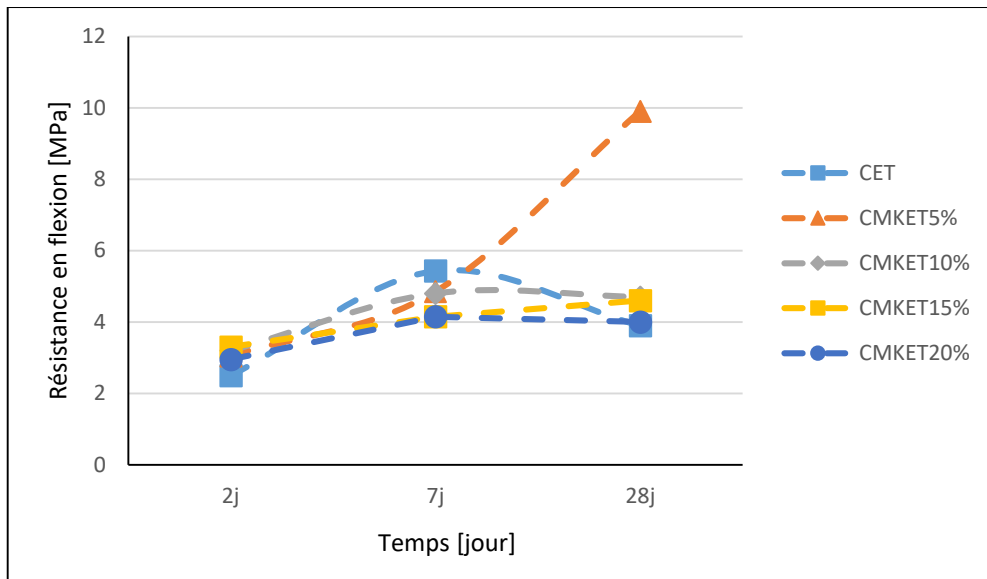


**Figure III.3 :** Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'eau.

Au bout de 2 jours, on n'observe que l'échantillon CMKE15% présente la plus grande résistance en flexion, avec une valeur de 8,5MPa. Les autres échantillons ont des valeurs inférieures, variant entre 3,42 MPa et 4,8 MPa. Cela suggère que l'ajout de 15% de MK a un effet positif sur la résistance en flexion précoce du matériau.

À 7 jours, les échantillons CMKE5%, CMKE10% et CMKE20% présentent des valeurs de résistance en flexion presque similaires, autour de 6,25 MPa à 7,15MPa. L'échantillon CE (sans ajout de MK) a une résistance légèrement inférieure, mesurée à 6,576 MPa. Cela indique que l'incorporation de métakaolin dans le mortier cimentaire peut influencer la résistance en flexion à moyen terme.

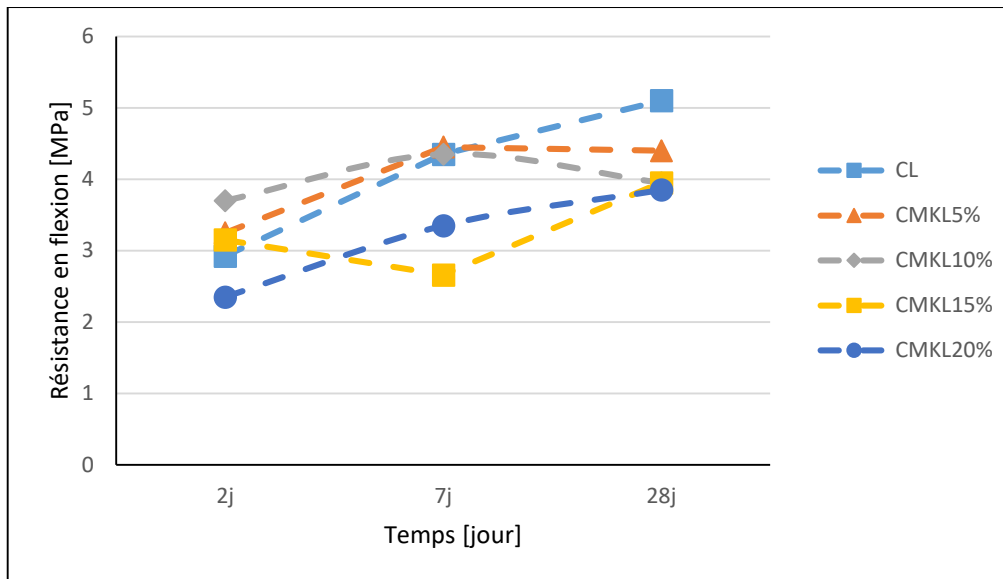
À 28 jours, tous les échantillons contenant du MK montrent des résistances en flexion nettement supérieures par rapport à l'échantillon référence (sans ajout) avec une valeur maximale enregistrée par l'échantillon contenant 5% de MK estimée à 8,05 MPa ce qui représente un gain de résistance de 76.92%. Cela suggère que l'ajout de métakaolin à des teneurs allant jusqu'à 20% améliore la résistance en flexion à plus long-terme (28 jours).



**Figure III.4 :** Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'étuve à 40 °C.

Au bout de 2 jours, on observe que les échantillons CMKET10% et CMKET15% présentent les résistances en flexion les plus élevées, avec des valeurs de 3,2 MPa et 3,3 MPa respectivement. Les autres échantillons ont des valeurs inférieures, allant de 2,5 MPa à 3,5 MPa. Cela suggère que l'ajout de 10% et 15% de MK a un effet positif sur la résistance en flexion.

À 7 jours, les échantillons CMKET5%, CMKET10% et CMKET15% présentent des valeurs de résistance en flexion similaires, autour de 4,15 MPa à 4,8 MPa. L'échantillon CET (sans ajout de MK) a une résistance légèrement supérieure, mesurée à 5,43 MPa. Cela indique que l'intégration de métakaolin dans l'étuve peut influencer la résistance en flexion à moyen terme. À 28 jours, l'échantillon CMKET5% présente la résistance en flexion la plus élevée, avec une valeur de 10 MPa. On constate également que plus la teneur de MK incorporé augmente, les valeurs de résistance diminuent légèrement, variant entre 4 MPa et 4,7 MPa tout en restant néanmoins supérieure à celle du mortier témoin. Cela suggère que l'ajout de 5% de métakaolin dans les échantillons étuvés représente la meilleure teneur pour améliorer moyennement la résistance en flexion à 28 jours.



**Figure III.5 :** Evolution de la résistance à la flexion 3 points en fonction du temps de durcissement des échantillons laissés à l'air libre

Au bout de 2 jours, on n'observe que l'échantillon contenant entre 5 à 15% de MK affiche des résistances supérieures à celle de l'échantillon témoin. Ce n'est pas le cas de l'échantillon où le ciment est substitué à hauteur de 20% par le MK. CMKL10% présente la résistance en flexion la plus élevée, avec une valeur de 3,7 MPa, suivi de près par l'échantillon CMKL5% avec une valeur de 3,25 MPa. On peut dire que l'ajout de 5% et 10% de MK peut améliorer la résistance en flexion précoce des échantillons.

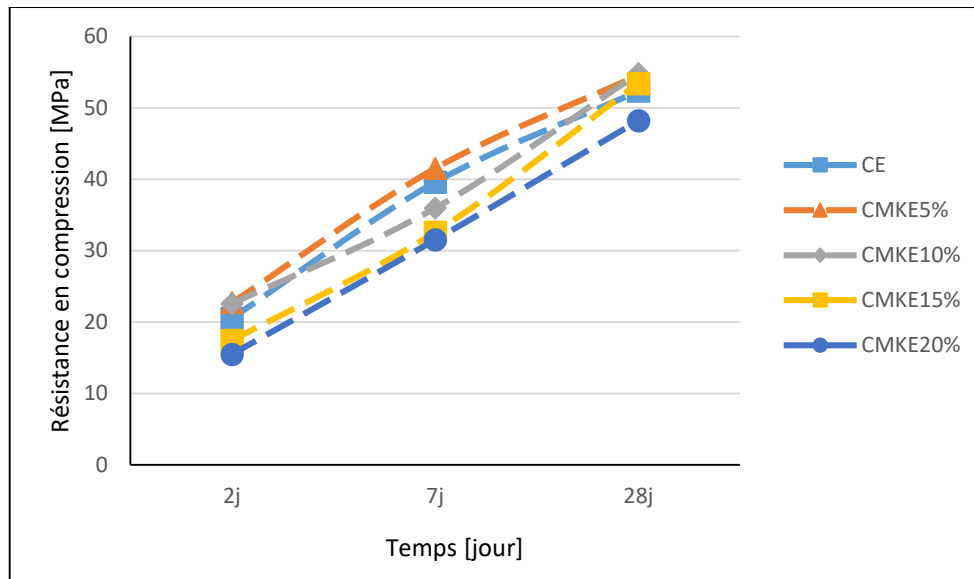
À 7 jours, les échantillons CL, CMKL5% et CMKL10% présentent des valeurs de résistance en flexion presque similaires, allant de 4,35 MPa à 4,45 MPa. L'échantillon CMKL15% à une résistance légèrement inférieure de 2,66 MPa, tandis que l'échantillon CMKL20% présente une résistance de 3,35 MPa. Cela suggère que l'ajout de métakaolin dans les échantillons conservés à l'air n'influence pas la résistance en flexion à 7 jours, mais peut avoir un effet négatif si le taux de métakaolin incorporé dépasse un certain seuil.

À 28 jours, l'échantillon CL présente la résistance en flexion la plus élevée, avec une valeur de 5,1 MPa. Les autres échantillons ont des valeurs légèrement inférieures, allant de 3,85 MPa à 4,4 MPa. Cela indique que l'ajout de métakaolin peut légèrement réduire la résistance en flexion à 28 jours par rapport à l'échantillon témoin CL.

### III-2. Résistance à la compression

Les figures III.6, III.7 et III.8 présentent les résultats des tests de résistance en compression des échantillons sans ajout et des ceux contenant respectivement 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin, muris dans les trois milieux de conservation. Les écrasements ont été réalisés à différents âges de durcissement.





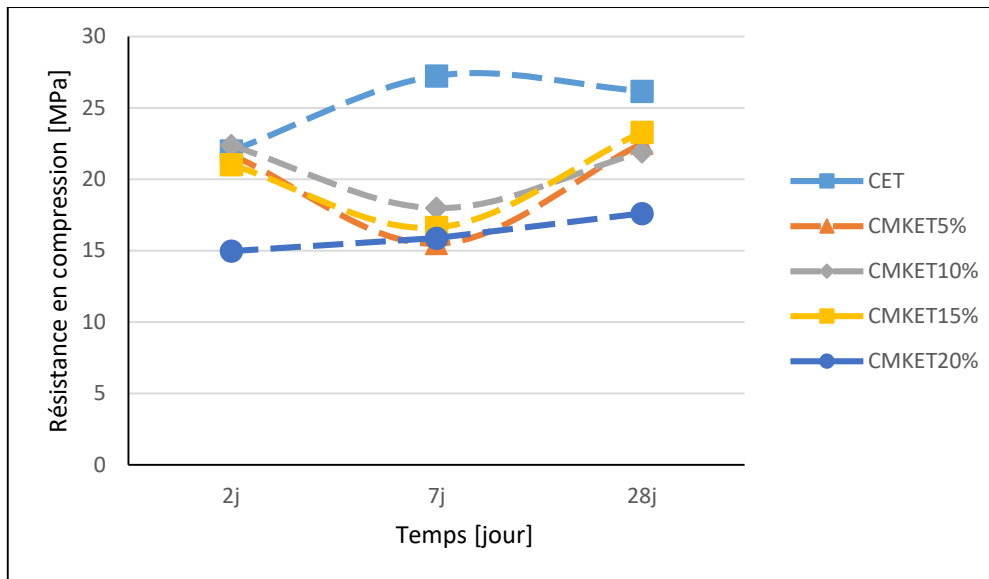
**Figure III.6 :** Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'eau.

D'après les résultats obtenus, on peut remarquer au préalable que la résistance à la compression des mortiers s'améliorèrent nettement en fonction de temps de durcissement, cela peut s'expliquer par les réactions d'hydratation qui se poursuivent avec le temps ce qui engendre la formation de nouveaux hydrosilicates de calcium CSH responsables de développement des performances mécaniques.

Après 2 jours, on peut distinguer que l'introduction du kaolin jusqu'à 10% améliorent les résistances à la compression des mortiers. En revanche, à partir de 15% de MK, les performances des mortiers commencent à chuter. L'échantillon CMKE5% présente la plus grande résistance en compression avec une valeur de 22,72 MPa, suivi de près par les échantillons CMKE10% et CMKE15% avec une valeur de 22,55 MPa. La plus faible valeur est enregistrée par l'échantillon qui contient 20% de MK avec une valeur de 15,47 MPa.

À 7 jours, l'amélioration de la résistance à la compression est enregistrée uniquement avec une incorporation de 5% de MK. Au-delà de cette teneur, les résistances enregistrées sont inférieures à celle de l'échantillon témoin.

À 28 jours, les échantillons CMKE5%, CMKE10% et CMKE15% affichent des performances comparables, avec des résistances en compression respectives de 54,6 MPa, 54,8 MPa et 53,4 MPa, des valeurs supérieures à celle de mortier de référence. L'échantillon CMKE20% présente la résistance la plus faible (48,2 MPa), légèrement inférieure à celle de l'échantillon de référence. L'amélioration de la résistance est due à l'effet filler du MK grâce à sa surface spécifique élevée et éventuellement à l'effet pouzzolanique.



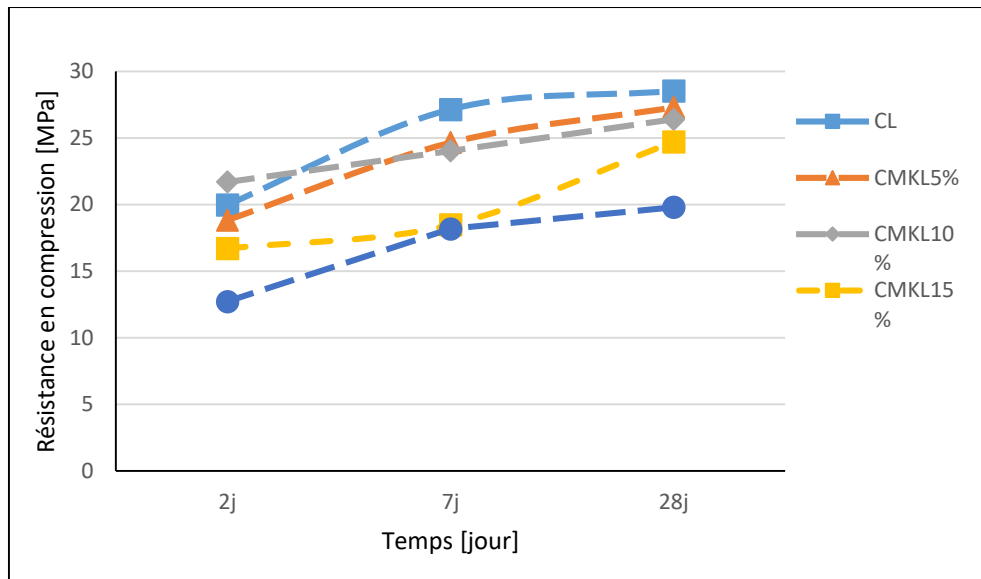
**Figure III.7 :** Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des échantillons conservés dans l'étuve à 40 °C.

On peut remarquer que la résistance à la compression de tous les mortiers à 2 jours sont pratiquement équivalentes avec des valeurs avoisinantes ~21-22 MPa. Le mortier ayant une teneur en MK de 20% affiche, par contre, une résistance assez réduite avec une valeur de 14,97 MPa.

À 7 jours, exception faite à l'échantillon de référence, on note que la chaleur influe négativement sur l'évolution des performances mécaniques avec des chutes significatives de la résistance à la compression de l'ordre de 5 à 6 MPa par rapport à celles obtenus à l'âge de 2 jours. Cela nous conduit à conclure que la chaleur freine l'activité du métakaolin.

À 28 jours, alors que la résistance du mortier témoin se stabilise, la résistance en compression des mortiers contenant du MK augmente de nouveau pour atteindre des valeurs presque similaires à celles préalablement atteintes à 2 jours de durcissement. A noter que le mortier dosé avec 20% de MK a enregistré la plus faible valeur de résistance estimée à 17,6 MPa après 28 jours de durcissement, une valeur considérée faible et ne répond pas aux normes en vigueur. Globalement, on peut conclure que la chaleur freine l'évolution des résistances à la compression des mortiers de manière générale. Ce phénomène s'intensifie avec la présence du métakaolin.

Par rapport aux échantillons muris dans l'eau, des pertes énormes de résistance en compression dépassant 100% sont enregistrées. En effet, le murissement des échantillons dans l'eau favorise le développement des réactions d'hydratation et empêche le phénomène de dessiccation, considéré comme étant un handicap pour l'évolution des réactions ciment-eau. On peut conclure que, hormis les résistances initiales (2 jours) qui ne sont pas affectées, la température élevée influe négativement et de manière significative sur le développement de la résistance à la compression des mortiers. Dans ces conditions, l'effet de la teneur du MK est relégué devant l'effet de la température.



**Figure III.8 :** Evolution de la résistance à la compression en fonction du temps de durcissement des mortiers conservés à l'air libre.

D'après les résultats, on peut remarquer que le développement de la résistance à la compression des échantillons conservés à l'air libre en fonction de temps de durcissement se fait lentement avec une évolution assez faible par rapport aux échantillons conservés dans l'eau.

À 2 jours, des valeurs presque identiques à celles enregistrées dans les deux autres milieux de conservation (eau et étuve) avec des résistances assez réduites pour les échantillons contenant 15 et 20% de métakaolin avec des valeurs de 16,7 MPa et 12,72 MPa respectivement.

Un gain de résistance a été constaté à 7 jours de durcissement, mais il reste assez limité surtout pour les échantillons contenant du MK. A cette échéance, l'échantillon de référence présente la résistance en compression la plus élevée de l'ordre de 27,133 MPa alors que les échantillons CMKL5%, CMKL10% et CMKL15% affichent des résistances en compression légèrement inférieures à celle de l'échantillon témoin sans ajout CL, avec des valeurs de 24,65 MPa, 24,025 MPa et 18,475 MPa, respectivement.

À 28 jours, hormis CMKL15% qui a enregistré un gain de résistances de 6,2 MPa, l'évolution de la résistance à la compression des échantillons s'est faite de manière assez limitée avec des gains allant de 1 MPa à 2,5 MPa au maximum. La résistance du mortier témoin reste encore la plus élevée avec une valeur de 28,52 MPa.

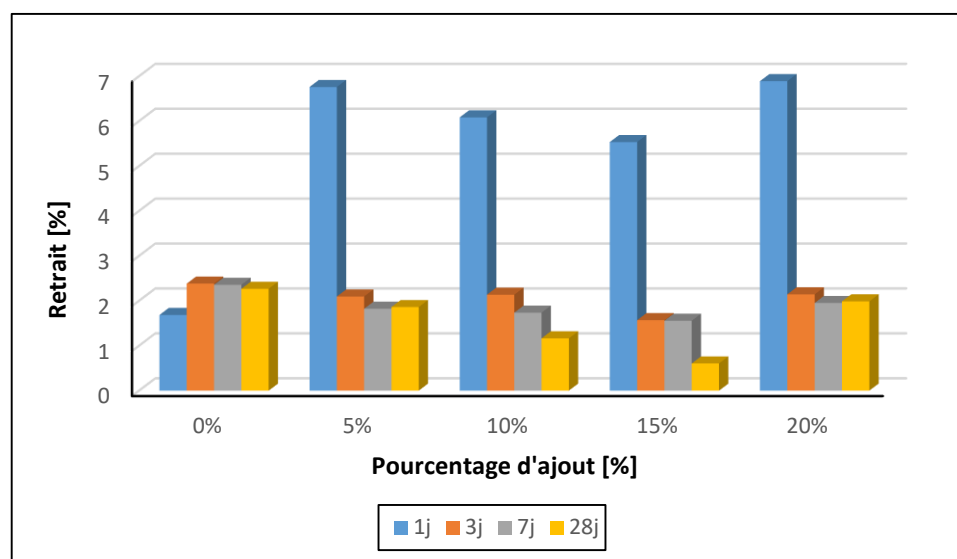
On peut conclure que ce milieu (air) défavorise sensiblement le développement des résistances à la compression des échantillons à cause éventuellement de l'évaporation d'eau assez brusque des échantillons de mortiers ce qui a influé négativement sur les réactions d'hydratation et la formation de minéraux responsables des performances mécaniques.

### III-3. Le retrait

Les résultats de retrait présentés dans le tableau III.6 et la figure III.9 des différents mortiers montrent des variations significatives de retrait au fil du temps.

**Tableau III.6** : Représentation des variations de retrait des échantillons au cours de temps

Echantillons	Retrait [%]			
	1j	3 j	7 j	28j
CMKL0%	1,686	2,384	2,356	2,267
CMKL5%	6,76	2,096	1,824	1,861
CMKL10%	6,083	2,136	1,737	1,166
CMKL15%	5,534	1,569	1,556	0,606
CMKL20%	6,89	2,144	1,952	1,988

**Figure III.9** : Evolution du retrait des différents mortiers en fonction de temps.

L'échantillon sans métakaolin affiche le plus faible retrait initial avec une valeur de 1,686%, avant d'enregistrer une augmentation modérée à l'âge de 3 jours où le retrait atteint un taux de 2,38%. Cette valeur reste plus ou moins stable après 28 jours de durcissement.

On peut remarquer aussi que tous les échantillons contenant de MK présentent un retrait initial assez important, avant de diminuer significativement après 3 jours de durcissement et de continuer à diminuer légèrement à l'âge de 28 jours.

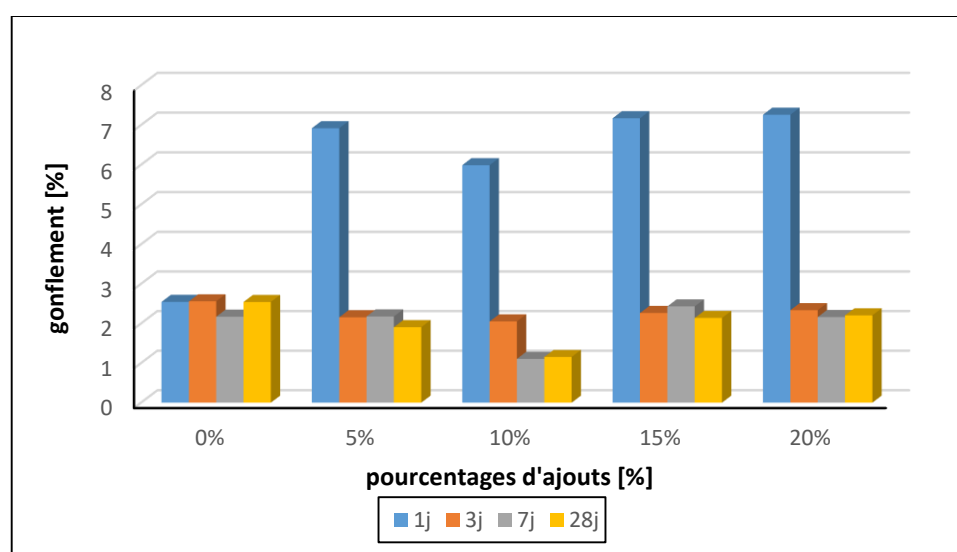
Ces résultats suggèrent que l'incorporation MK dans le mortier a un impact significatif sur le retrait, avec des pourcentages d'ajout plus élevés entraînant généralement un retrait initial plus important. Cependant, au fil du temps, tous les échantillons contenant du MK montrent une réduction du retrait, indiquant ainsi une amélioration de la stabilité dimensionnelle du mortier.

#### III-4. Le gonflement

Les mesures de gonflement sont présentées dans le tableau III.7 et illustrées à la figure III.10 ci-dessous. Elles ont été effectuées sur des échantillons à 0, 3, 7, et 28 jours de durcissement. Ces données permettent de visualiser les variations de gonflement en fonction des différents pourcentages d'ajout.

**Tableau III.7** : Variations de gonflement des différents mortiers au cours de temps

Echantillons	Gonflement [%]			
	1 j	3 j	7 j	28 j
CMKE0%	2,545	2,559	2,171	2,543
CMKE5%	6,92	2,157	2,178	1,906
CMKE10%	5,99	2,051	1,106	1,153
CMKE15%	7,171	2,264	2,431	2,139
CMKE20%	7,26	2,335	2,162	2,205

**Figure III.10** : Evolution du gonflement des échantillons de mortiers conservés dans l'eau en fonction du temps de durcissement

Le gonflement est une indication de la capacité du matériau à absorber de l'eau.

Pour l'échantillon dépourvu d'ajout, le gonflement reste relativement stable au fil du temps. En revanche, les mortiers contenant du MK, le retrait initial enregistré est assez important atteignant son paroxysme (7,26%) dans l'échantillon avec 20% de substitution. Cela est valable pour tous les mortiers à liant composé. Ce retrait si important diminue significativement à 3 jours de durcissement atteignant un taux minimal de 2,05% (CMKE10%).

Enfin, à 20%, le gonflement initial à 0j est élevé, suivi d'une légère diminution entre 3j à 28j, tout en restant supérieur au niveau initial. Le retrait de ces échantillons soit se stabilise ou diminue légèrement en fonction de temps de 3 à 28 jours de durcissement.

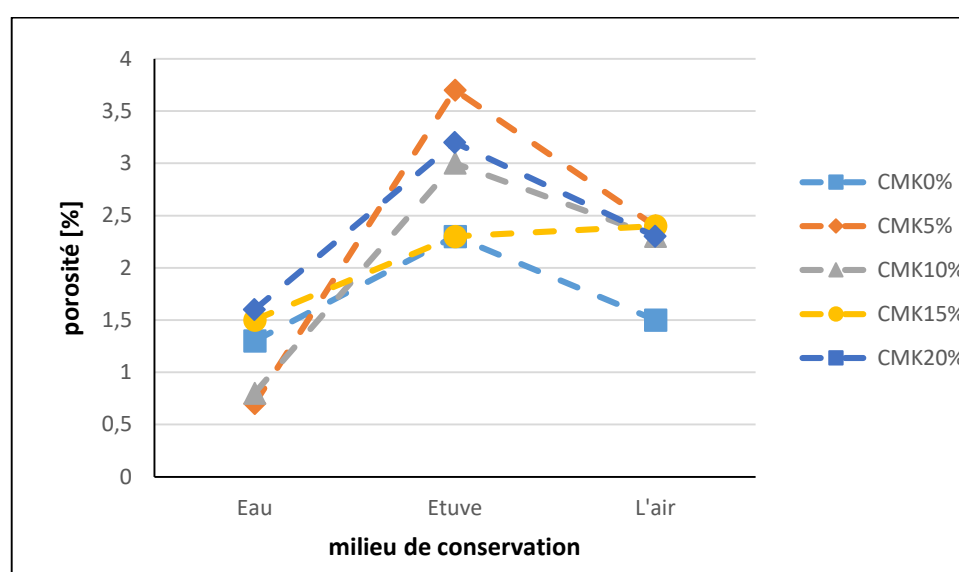
Globalement, on peut conclure que plus le pourcentage de l'ajout incorporé est élevé, plus le gonflement initial est légèrement plus important, mais cela peut être suivi d'une diminution progressive à mesure que le temps s'écoule, cela suggère que les échantillons n'absorbent pas d'eau ce qui est dû à la compacité de matériau.

### III-5. La porosité accessible à l'eau

Le tableau III.8 indique les valeurs de la porosité des différents échantillons conservés dans les trois milieux (eau, étuve et air) mesurés à 28 jours de durcissement.

**Tableau III.8** : Evolution de la porosité des échantillons à 28 jours de durcissement.

Echantillon	Porosité [%]		
	Eau	Etuve	Air
CMK0%	1.3	2.3	1.5
CMK5%	0.7	3.7	2.4
CMK10%	0.8	3.0	2.3
CMK15%	1.5	2.3	2.4
CMK20%	1.6	3.2	2.3

**Figure III.11** : Evolution de la porosité des échantillons à 28j en fonction des milieux de conservation

Pour les mortiers conservés dans l'eau : On peut observer une nette diminution de la porosité des deux échantillons contenant 5 et 10% d'ajout par rapport au mortier de référence, une réduction d'ordre d'environ 46%. Ce déclin de porosité est dû à l'effet filler engendré par les particules finement broyées du MK qui s'insèrent entre les grains du ciment densifiant ainsi la structure du matériau. Par contre, les échantillons dosés à 15 et 20% ont enregistré une légère augmentation de la porosité toujours par rapport à au mortier témoin. Cela suggère que l'incorporation d'un pourcentage modéré d'ajout a un effet positif sur la réduction de la porosité des échantillons de mortier immergés dans l'eau.

Pour les échantillons conservés dans l'étuve à 40 °C : Les valeurs de porosité montrent des valeurs de porosité plus prononcées par rapport à la porosité des échantillons muris dans l'eau. Cependant, on peut remarquer aussi que la présence du MK fait augmenter la porosité des échantillons par rapport au mortier sans ajout. On peut conclure que la température contribue à la création des vides au sein de la structure des mortiers, à cause notamment de l'évaporation d'eau.

Pour les échantillons laissés à l'air : Les valeurs de porosité enregistrées sont supérieures à celles enregistrées dans l'eau et inférieures à celles rapportées sous l'effet de la température. On peut également noter que la présence de l'ajout fait augmenter la porosité d'environ 60% par rapport à l'échantillon témoin. Les valeurs de porosité rapportées restent globalement stables pour les différents pourcentages d'ajout.

Globalement, les résultats montrent que l'ajout d'un pourcentage adéquat de matériau supplémentaire (MK) dans le mortier cimentaire conduit à une diminution de la porosité pour les échantillons muris dans l'eau. Cette réduction de la porosité est avantageuse car elle favorise une meilleure compacité du mortier, Cependant, il est important de souligner que d'autres facteurs, tels que les méthodes de mélange et de durcissement, peuvent également avoir un impact sur les valeurs de porosité. Il est donc essentiel de prendre en compte ces différents paramètres lors de la formulation et de la mise en œuvre de mortier pour obtenir des performances optimales.

### III-6. Essai d'ultrason

Les résultats dans les tableaux III.9, III.10 et III.11 montrent les caractéristiques de résistance des différents échantillons de mortier dans les trois milieux de conservation (eau, étuve et air) en fonction de la vitesse de propagation des ondes sonores, notée (V).

- Les valeurs de la vitesse obtenues (en m/s) sont examinées selon les intervalles suivants :

$2500 \leq V < 3200$  signifie un mortier de faible résistance ;

$3200 \leq V < 3700$  signifie un mortier de moyenne résistance ;

$3700 \leq V < 4200$  indique un mortier de haute résistance ;

$V \geq 4200$  indique un mortier de très haute résistance.

**Tableau III.9** : Résultats de l'essai d'ultrason des mortiers conservés dans l'eau.

Echantillon	Temps (s)	Distance (m)	V (m/s)
CE	$10,5 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	3809,52
CMKE5%	$10,5 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	3809,52
CMKE10%	$10,1 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	3960,39
CMKE15%	$10,5 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	3809,52
CMKE20%	$10,4 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-2}$	3846,15

Les échantillons CE ; CMKE 5% et CMKE15% ont enregistré une vitesse de propagation des ondes sonores de 3809,52 m/s, ce qui signifie qu'ils appartiennent à la catégorie des mortiers de haute résistance.

L'échantillon contenant 10% de MK a une vitesse de propagation des ondes de 3960,39 m/s, ce qui est supérieur à 3700 m/s et inférieur à 4200 m/s, le classant dans la catégorie des mortiers de haute résistance.

L'échantillon CMKE20% à une vitesse de propagation des ondes de 3846,15 m/s, qui se situe également dans la plage de  $3700 \leq V < 4200$ , le classant dans la catégorie des mortiers de haute

résistance. Cette propagation des ondes sonores à une vitesse élevée peut s'expliquer par la porosité faible (moins de vides) des mortiers, sachant le vide freine la vitesse du son. Ces résultats sont bien compatibles avec les performances mécaniques enregistrés par des essais destructifs.

**Tableau III.10 :** Résultats d'essai ultrason des échantillons conservés dans l'étuve.

Échantillons	Temps (s)	Distance (m)	V (m/s)
CET	$11. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3636,36
CMKET5%	$11,5. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3478,26
CMKET10%	$11,5. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3478,26
CMKET15%	$11,1. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3603,60
CMKET20%	$11,5. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3478,26

L'échantillon de référence a une vitesse de propagation des ondes de 3636,36 m/s, ce qui correspond à la plage de  $3200 \leq V < 3700$ , indiquant qu'il appartient à la catégorie des mortiers de moyenne résistance.

Les échantillons CMKET5%, CMKET10% et CMKET20% ont tous enregistrés une vitesse de propagation des ondes de 3478,26 m/s, ce qui correspond à la plage de  $3200 \text{ m/s} \leq V < 3700 \text{ m/s}$ , indiquant qu'ils appartiennent à la catégorie des mortiers de moyenne résistance.

L'échantillon CMKET15% à une vitesse de propagation des ondes de 3603,60 m/s, ce qui est supérieur à 3200 m/s et inférieur à 3700 m/s, le classant dans la catégorie des mortiers de moyenne résistance.

**Tableau III.11 :** Résultats d'essai ultrason des échantillons laissés à l'air.

Echantillon	Temps (s)	Distance (m)	V (m/s)
CL	$10,9. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3669,72
CMKL5%	$11. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3636,36
CMKL10%	$12,2. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3278,68
CMKL15%	$11. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3636,36
CMKL20%	$11,2. 10^{-6}$	$4. 10^{-2}$	3571,42

Les résultats obtenus indiquent que tous les mortiers appartiennent à la classe de résistances moyenne avec des valeurs comprise entre 3200 et 3700 m/s. Ces résultats sont bien corrélés avec les résistances mécaniques enregistrées par les essais de compression.

#### IV. Indice d'activité de la résistance (Strength Activity Index SAI)

Ce paramètre dénommé l'indice d'activité de résistance (SAI) est présenté en pourcentage de résistance par rapport au mortier témoin. Il est calculé par la formule suivante :

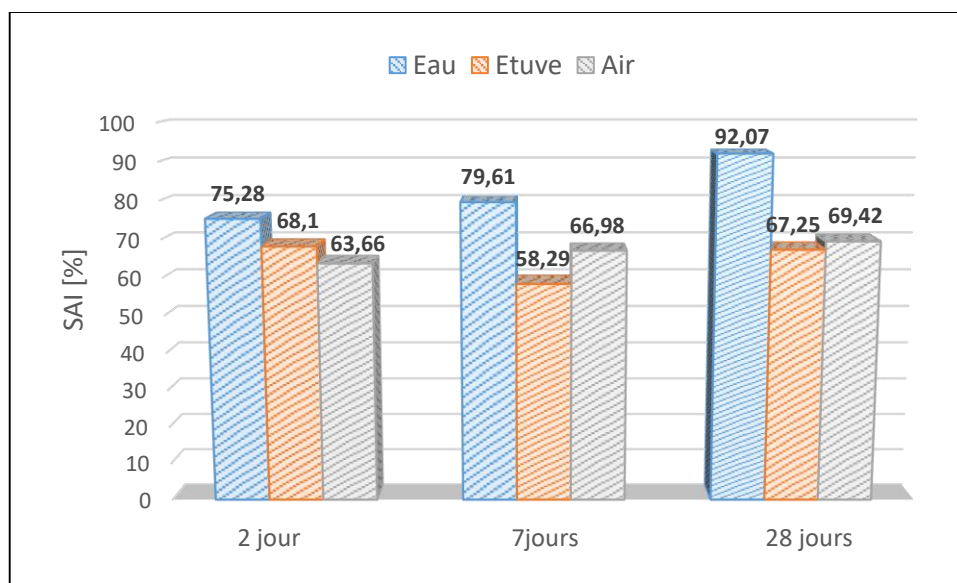
$$SAI = \frac{A}{B} 100\% \quad Eq(III.1)$$



Où « A » représente la résistance à la compression de l'échantillon contenant 20% du métakaolin (MK) en MPa et « B » représente la résistance à la compression de l'échantillon témoin sans MK en MPa.

Ce paramètre est un indicateur de l'efficacité de l'ajout cimentaire (dans notre cas le métakaolin) dans l'amélioration des résistances mécaniques du matériau.

L'indice d'activité de la résistance (SAI) des différents mortiers conservés dans les trois milieux (eau, étuve et air) en fonction du temps de durcissement (2, 7 et 28 jours) ont été calculés et présentés dans la figure III.12.



**Figure III.12 :** Indice d'activité de la résistance des différents mortiers en fonction du temps de durcissement.

Selon BS 3892 [60], les valeurs du SAI supérieures à 0,80 après 28 jours indiquent une activité pouzzolanique positive pour les cendres volantes pour un remplacement du ciment de 30%. La norme ASTM C618 [61] exige un SAI supérieur à 0,75 après 7 et 28 jours pour les cendres volantes et les autres pouzzolanes naturelles à un remplacement du ciment de 20%.

Les résultats montrent que pour les mortiers conservés dans l'eau, les indices SAI calculés sont tous supérieurs au taux exigé (75%). En effet, des pourcentages de 75,28%, 79,61% et 92,07% ont été obtenus à 2, 7 et 28 jours respectivement. Cela suggère que l'ajout de métakaolin a un effet positif sur le développement de la résistance du matériau au fil du temps. Les valeurs de SAI augmentent progressivement, ce qui indique une amélioration continue des propriétés mécaniques.

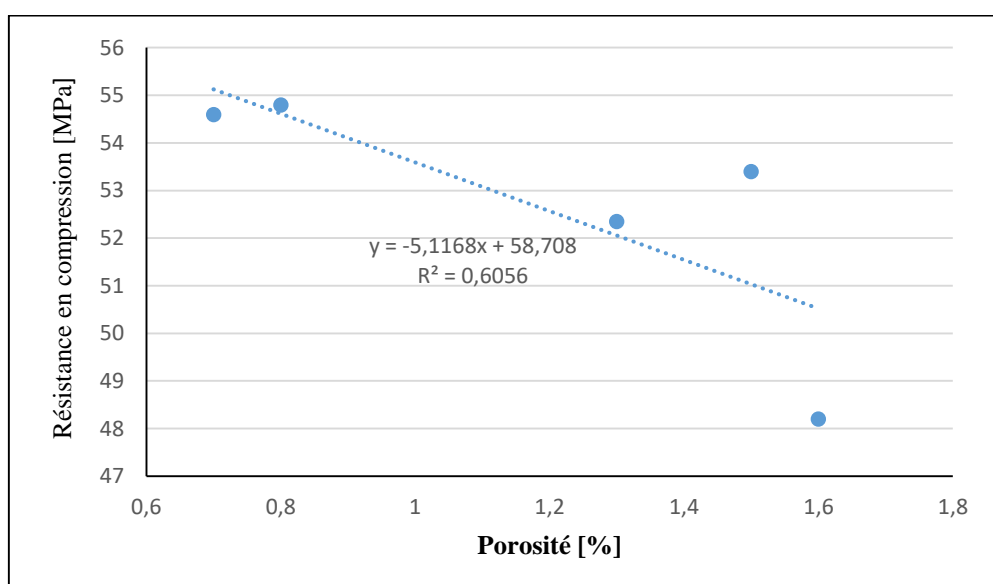
Pour les échantillons conservés dans l'étuve à 40 °C, les indices SAI calculés sont 68,10%, 58,29%, et 67,25% à 2, 7 et 28 jours de durcissement. On peut distinguer que tous les indices sont assez loin de l'indice exigé (0.75) pour parler de l'activité pouzzolanique de l'ajout. On observe une fluctuation des valeurs de SAI, ce qui peut indiquer une réaction moins efficace entre le métakaolin sous l'effet de la chaleur. Cela peut être dû à des conditions environnementales spécifiques ou à une interaction complexe entre les composants.

Pour l'échantillon conservés à l'air, les indices SAI sont tous inférieurs à 0.75 et ce à tous les âges de durcissement y compris 28 jours. On observe une légère augmentation des valeurs de SAI au fil du temps qui reste néanmoins insuffisante, indiquant une amélioration modérée des propriétés du matériau. Cependant, les valeurs restent inférieures surtout par rapport aux échantillons muris dans l'eau, ce qui suggère une réactivité relativement plus faible du métakaolin dans ce milieu (air).

Globalement, les résultats de l'indice d'activité de la résistance (SAI) montrent que l'ajout de métakaolin a un impact sur la résistance du matériau dans les trois milieux étudiés. Cependant, la réactivité du métakaolin peut varier en fonction du milieu spécifique. Les résultats mettent en évidence l'importance de choisir le milieu approprié pour maximiser l'efficacité et l'activité du métakaolin en termes d'amélioration des performances mécaniques du matériau.

### V. Corrélation résistance - porosité

Les résultats de résistance à la compression en fonction de la porosité des mortiers muris dans l'eau à 28 jours de durcissement, sont présentés dans les figures III.13 ci-dessous. Les données permettent d'observer la relation entre la résistance mécanique et la porosité, mettant en évidence l'impact de la porosité sur les propriétés de résistance du matériau. Les valeurs de la résistance diminuent généralement avec l'augmentation de la porosité, ce qui souligne l'importance d'une faible porosité pour obtenir une résistance optimale.



**Figure III.13 :** Relation entre la résistance à la compression la porosité des mortiers muris dans l'eau.

La courbe de tendance montre clairement que la résistance à la compression des mortiers chutent nettement avec l'augmentation de la porosité. A titre d'exemple, avec une porosité de 1,3%, une résistance à la compression de 52,35 MPa est enregistrée, une fois que la porosité diminue à 0,7%, la résistance augmente à 54,6 MPa. Cette augmentation suggère que la réduction de la porosité améliore les propriétés mécaniques du matériau lorsqu'il est en contact avec l'eau.

A une porosité de 0,8%, la résistance reste élevée à 54,8MPa, ce qui indique que le matériau conserve sa résistance même avec une légère augmentation de la porosité.

A une porosité de 1,5%, la résistance diminue légèrement à 53,4 MPa, suggérant que l'augmentation de la porosité a un léger impact négatif sur les propriétés mécaniques dans ce contexte.

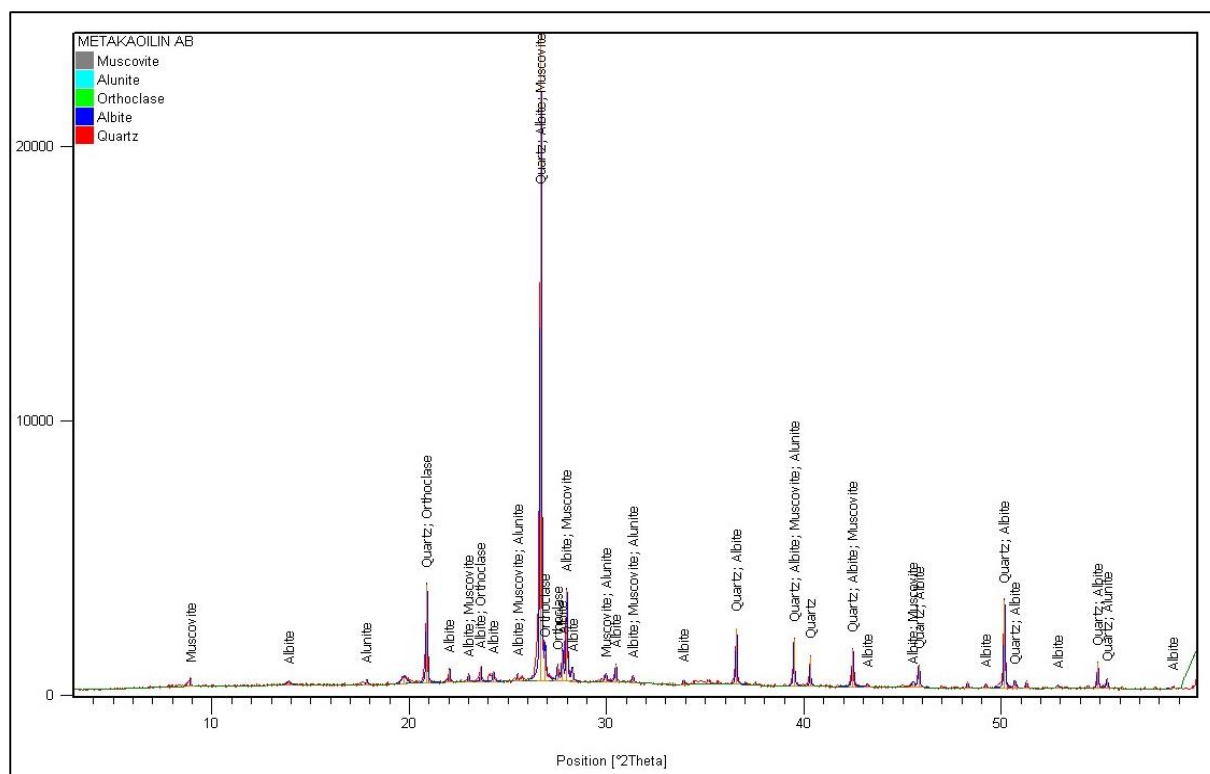
Enfin, à une porosité de 1,6%, la résistance chute à 48,2 MPa, ce qui indique une dégradation significative de la résistance lorsque la porosité augmente.

Le modèle linéaire établi reste néanmoins imprécis à cause des valeurs assez disparates. Avec un coefficient de détermination  $R^2$  assez loin de 1.

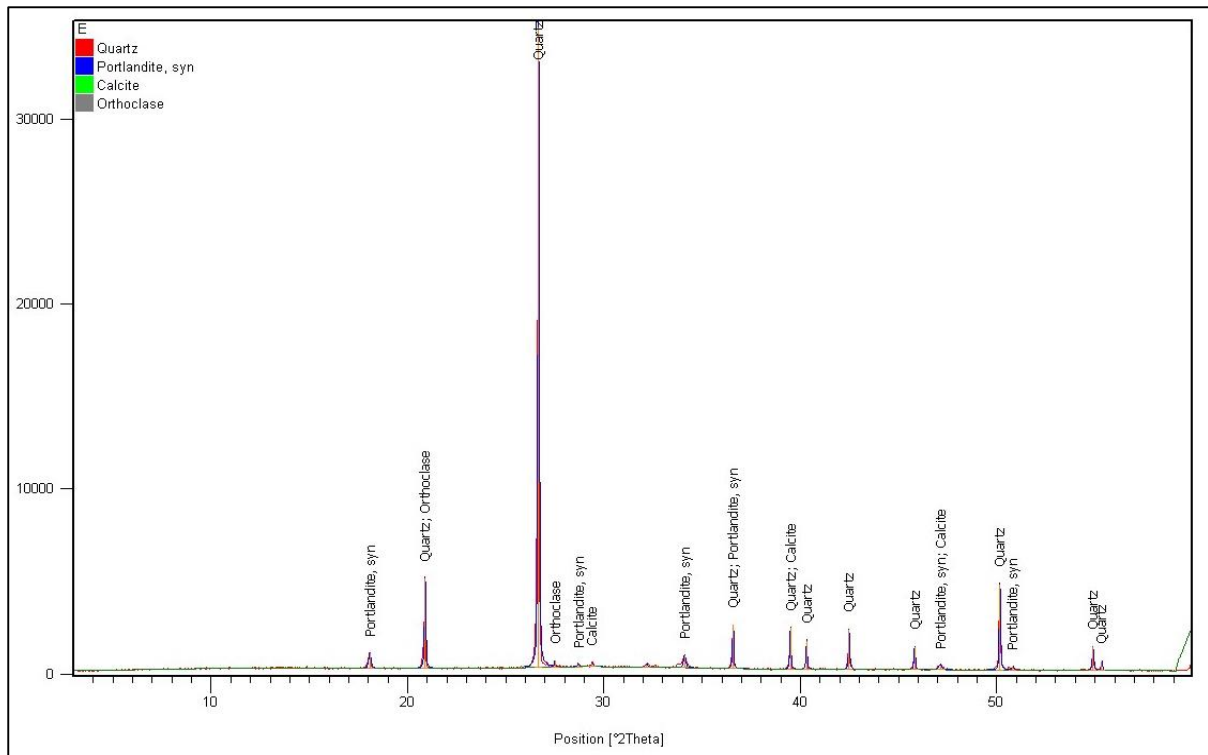
A signaler enfin que les performances mécaniques ne dépendent pas uniquement de la porosité, d'autres facteurs tels le dosage en ciment, la qualité des agrégats...etc peuvent influencer l'évolution des performances mécaniques des matériaux.

## VI. Diffraction des rayons X (DRX)

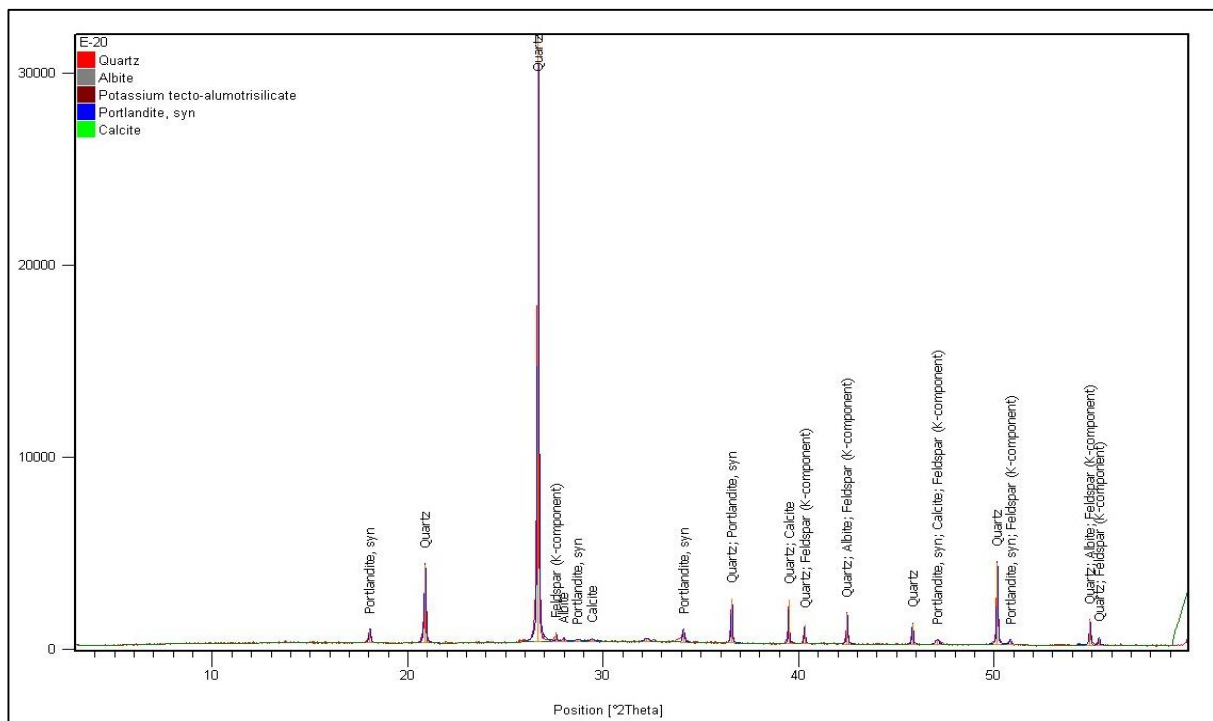
L'évaluation de la réactivité du métakaolin peut se faire également à l'aide d'analyses spectrales. Ce genre d'analyse nous permet de distinguer et même de quantifier les nouvelles phases formées ou éliminées. Les figures III.14, III.15 et III.16 présentent des analyses par diffraction des rayons X (DRX) réalisées sur la poudre du kaolin calciné ainsi que sur des échantillons de mortiers bien précis.



**Figure III.14 :** Analyse par diffraction des rayons X (DRX) du métakaolin pur



**Figure III.15 :** Analyse par DRX du mortier de référence conservée dans l'eau après 28 jours de durissement



**Figure III.16 :** Analyse par DRX du mortier contenant 20% de métakaolin conservés dans l'eau à 28j

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) du métakaolin pur a révélé la présence de phases distinctes telles que la muscovite, l'alunite, l'orthoclase, l'albite ainsi que le quartz. Ces phases sont caractéristiques du métakaolin et confirment la composition chimique spécifique de cet additif.

L'analyse (DRX) des échantillons de mortier a révélé la présence de différentes phases cristallines.

Dans le mortier témoin, les principales phases identifiées étaient le quartz ( $\text{SiO}_2$ ), la portlandite syn ( $\text{CaOH}$ )<sub>2</sub>, la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) et l'orthoclase. Ces phases sont typiquement associées aux composants du ciment Portland utilisé dans la préparation du mortier.

Lorsque le mortier contenait 20% de métakaolin, de nouvelles phases cristallines ont été observées en plus des phases présentes dans le mortier témoin. Les phases identifiées comprenaient le quartz, des aluminosilicates tels l'albite ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ), des aluminates de calcium ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ), la portlandite combinée ou transformée partiellement en calcite. La calcite observée est dû à la carbonatation du matériau notamment sur sa surface externe. La présence de ces nouvelles phases indique une réaction chimique entre le métakaolin et les composants du ciment Portland, entraînant la formation de produits cristallins supplémentaires.

Ces résultats de DRX indiquent clairement que l'incorporation de métakaolin dans le mortier entraîne des modifications au niveau des phases cristallines présentes. Cela témoigne de l'interaction complexe entre le métakaolin et les composants du mortier, ce qui peut avoir des implications sur les propriétés physiques, chimiques et mécaniques du matériau. Il serait très intéressant de quantifier la teneur de la portlandite dans l'échantillon témoin et celui contenant 20% d'ajout à l'aide de la DRX quantitative afin d'évaluer la quantité de la portlandite fixée par le MK.

### Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'obtenir des résultats significatifs et illustratifs. Les expériences réalisées ont démontré que l'ajout de métakaolin avait une influence directe sur plusieurs caractéristiques du mortier, telles que la maniabilité, les résistances mécaniques, la porosité et l'hydratation.

Les résultats obtenus lors de cette étude indiquent que l'ajout de métakaolin dans le mortier cimentaire a des effets positifs et ainsi négatifs sur plusieurs aspects clés.



***Conclusion générale***

### Conclusion générale

L'étude de l'impact du métakaolin (MK) sur les propriétés des mortiers cimentaires a fourni des résultats significatifs et des informations importantes. Les essais réalisés ont permis de caractériser les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des mortiers avec différentes proportions de MK, ainsi que d'analyser les interactions entre le MK et les composants du ciment.

Les essais de consistance ont montré que l'ajout de MK a influencé la maniabilité et la plasticité des mortiers. Une augmentation de la teneur en MK a conduit à une diminution de l'écoulement, ce qui peut être attribué à la forte capacité d'absorption d'eau du MK.

Les résultats obtenus pour la surface spécifique de Blaine (SSB) et la masse volumique ont une influence sur les propriétés physiques et la finesse du matériau étudié. Une SSB plus élevée indique une plus grande surface disponible pour les réactions chimiques et une meilleure réactivité. D'autre part, une masse volumique plus élevée peut indiquer une meilleure compaction et une plus grande densité du matériau.

Pour les délais de prise, ils précisent le temps nécessaire au matériau pour atteindre une certaine rigidité et cohésion. Des délais de prise plus courts peuvent indiquer une réactivité accrue des composants du matériau, ce qui peut être bénéfique pour des applications nécessitant un durcissement rapide.

L'expansion mesure les changements dimensionnels du matériau lorsqu'il est soumis à des conditions spécifiques. Des valeurs d'expansion plus faibles indiquent un équilibre dimensionnel accru, ce qui est important pour éviter les problèmes tels que la fissuration ou le gonflement excessif.

L'analyse des résultats a montré que l'incorporation de MK dans les mortiers a entraîné des modifications des propriétés. Les essais de résistance en compression ont révélé une amélioration significative de la résistance à court et à moyen termes avec l'augmentation de la teneur en MK. Cela indique que le MK agit comme un agent de renforcement, renforçant la structure du mortier et augmentant sa résistance.

La porosité des mortiers a révélé que l'incorporation de MK a contribué à réduire les pores, ce qui indique une meilleure compacité et une plus grande densité de la matrice. Cela contribue à une meilleure résistance aux infiltrations d'eau et à une plus grande durabilité du mortier.

En étudiant l'hydratation du mortier, il a été constaté que le métakaolin favorise la formation de produits hydratés, tels que le C-S-H et C-A-H (calcium-silicate-Aluminate-hydrate). Cela témoigne de l'activité pouzzolanique du métakaolin, qui réagit avec la portlandite pour former des produits liants supplémentaires.

En ce qui concerne l'activité pouzzolanique du MK, les résultats obtenus des tests de Frattini ont montré que le MK très peu réactif à cette échéance (inférieure à 15 jours). Cela signifie que le MK ne réagit pas chimiquement avec les composants du ciment, ce qui est en contradiction avec les bons résultats obtenus lors du test de chaux saturée. Cette disparité peut être attribuée à des erreurs expérimentales ou à des facteurs externes qui ont influencé les résultats.

Enfin, l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a permis d'identifier les phases cristallines présentes dans les mortiers. Les résultats ont montré que l'ajout de MK a entraîné l'apparition de nouvelles phases, témoignant de l'interaction complexe entre le MK et les composants du mortier.

Les résultats ont également montré que l'effet du métakaolin variait en fonction des conditions de conservation, que ce soit dans l'eau, l'étuve ou à l'air. Ces variations soulignent l'importance de considérer l'environnement de conservation lors de l'utilisation du métakaolin dans la formulation des mélanges.

Dans l'ensemble de cette étude les résultats démontrent que l'incorporation de métakaolin dans les mortiers cimentaires peut améliorer leurs propriétés mécaniques, physiques et chimiques. Cela affirmé qu'ils ouvrent des perspectives intéressantes pour l'utilisation du MK comme additif dans l'industrie de la construction, en contribuant à la production de mortiers plus durables, résistants et performants.





# **Références bibliographiques**

### Références bibliographiques

- [1] : BEN MOSTEFA FATIMA, BOUHAFS KHEIRA, étude de la durabilité des mortiers à base de pouzzolane, mémoire master, université Belhadj Bouchaib Ain Timouchent, 2016-2017.
- [2] : JEROME DOUCE, Les mortiers : un peu d'histoire et principale application actuelles, N°410, Saint Gobain Weber France, Septembre 2016.
- [3] : [www.tp.Demain.com](http://www.tp.Demain.com) , histoire de mortier.
- [4] : MOUAFFEK DEGHMANE, Encyclopédie arabe, malt. Lient, N°528.
- [5] : PHILIPPE SOUCHOU, Entre chaux et ciment Portland et la naissance du ciment naturel, Lerm info N°14 : ciment-29 juin 2009.
- [6] : NAILI AHLEM, effet de traitement des granulats plastiques et le type de sable sur les caractéristiques du mortier, mémoire master, université Mohamed Kheider Biskra, 2019-2020.
- [7] : [www.distriartisan.fr](http://www.distriartisan.fr) tous savoir sur le mortier.
- [8] : KHELAIFA HAMAD, TAGB MALEKI, étude expérimentale sur les mortiers à base de granulats de caoutchouc - de déchets de brique et adjuvants résineux, mémoire master, université de Guelma, 2014-2015.
- [9] : ELITIM FATMA, KERBAB AMINA, valorisation des mortiers de récupération en substitution au sable dans la fabrication du béton, mémoire master, université M'hamed Bougara Boumerdes, 2013
- [10] : Cour en ligne, matériaux de construction (mortiers et béton), Hamza Khadri, 09-06-2015.
- [11] : THOMAS POINTAT, Influence des hydroxypropylguars sur les propriétés des mortiers de ciment à l'état frais, Thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure Des Mines, 2012-2013.
- [12] : LABED SALEH, Influence des taux élevée des fines calcaire sur le comportement mécanique et rhéologiques des mortiers à base du sable de carrière, Mémoire master, Université Biskra. 2017-2018.
- [13] : DELLALI SLIMANE. Formulation et fabrication d'un mortier entre crue résistant et durable. Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf M'sila. 2019-2020.
- [14] : BOUALAM CHAHRAZAD et IGUENI Hanane, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de béton léger armé, Mémoire licence, Université M'hamed Bougara Boumerdes, 2012.
- [15] : HABONL SAMIA, étude l'influence de gypse et de la pouzzolane sur les propriétés de ciment, rapport de soutenance, université Akli Mohand Oulhadj Bouira, 2017-2018.
- [16] : LAKHDARI SELMA, effet des adjuvants fluidifiants sur les caractéristiques physico-mécaniques et rhéologiques des mortiers à base des sables des carrières, mémoire de master, université Mohamed Kheider Biskra, 2014-2015.
- [17] : BEN AMRANE IMEN et ZEHAR TASSADIT LILIA, Evaluation des caractéristiques mécaniques, après traitement à la chaux, des marnes évolutives de la région de Bordj Bou

## Références bibliographiques

---

Arreridj. Possibilité d'une valorisation en techniques routières, mémoire master, Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi- Bordj Bou Arreridj, 2019-2020

[18] : BACHAR MOHAMED, optimisation de la composition d'un mortier de chaux en vue de l'élaboration d'un béton de chaux léger à base de copeaux de bois, mémoire master, Université Amar Telidji Laghouat, 2006.

[19] : ARDJANI KAMEL, KHACHBAT MOHAMED, caractérisation d'un mortier à base de sable de dune avec caoutchouc, mémoire master, université de Guelma, 2019-2020.

[20] : MATTALLAH HAYET, influence des conditions environnementales sur la corrosion des bétons armés à base des granulats de baryte, mémoire master, université Ahmed Zabana Ghilizane, 2020.

[21] : DAD CELIA, étude comparative de l'utilisation de sable de dune en substitution du sable de rivière : cas des mortiers normalisé, mémoire master, université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2018-2019.

[22] : BENBAIZID MOULOUD-SELMATI ABDELMADJID, Influence des polymères en tant que plastifiants sur le comportement thermomécanique des mortiers de ciment, Mémoire Master, Université de Blida 1, 2016-2017.

[23] : LATRECHE HASSIBA, Etude comparative entre les agents de mouture classiques et de nouvelles générations sur les propriétés de ciment. Mémoire Master, Université M'hamed Bougara Boumerdes.2019-2020.

[24] : O. MALEK HADDAD, Étude à l'état frais et à l'état durci de l'influence des fines de mortiers de démolition sur les propriétés des mortiers, Mémoire Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouazou.2015-2016.

[25] : TALEB KAHINA, Etude à l'état frais et à l'état durci de l'influence des fines de mortiers de démolition sur les propriétés des mortiers, Mémoire Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2015-2016.

[26] : CHADI LAMIS RABIAA, Etude de l'influence d'un adjuvant entraîneur d'air sur la rhéologie des mortiers, Mémoire Master, Université Mohamed Boudiaf Msila .2016-2017.

[27] : MIHOUBI YOUSRA –MHAMEDI MAROUA, Caractérisation d'un mortier activé mécaniquement à base de déchets de brique, Université Mohamed Boudiaf M'sila, 2021-2022.

[28] : Docu-004, Bétons et mortiers, 28-07-2012.

[29] : BOUHCIDA YOUSSEF-LEZIAR MILOUD, Effet de l'eau magné tissé sur les propriétés physico-mécaniques du mortier de ciment, Mémoire Master, Université El Bachir El Ibrahimi bordj bouarreridj.2019-2020.

[30] : polycopie de Matériaux de construction, licence génie civil, Dr Toufik Boubkeur, 2017.

[31] : BOUACHERINE TOUFIK, évaluation de la réactivité pouzzolanique de méta-kaolin par les procédés chimiques, mémoire master, université Mohamed Boudiaf Msila, 2019-2020.

[32] : BELHOUCINE AIDA, NAGOUDI NADJAT, étude expérimentale d'un mortier avec ajouts minéraux, mémoire master, université Kasdi Merbah Ouargla, 2013-2014.

## Références bibliographiques

---

- [33] : DJEKRIFF DAOUUD, BENCHIKH ABDELOUAHAB, étude de comportement physique et mécanique du mortier et béton à base des ciments ternaires, mémoire master, université Mohamed El Bachir Elibrahimi Bordj Bou Arreridj, 2012-2013.
- [34] : DJEBBARI OUSSAMA CHARAF EDDINE, influence des éléments mineurs et majeurs sur la réactivité du clinker, mémoire master, université Mohamed Khider Biskra, 2019-2020.
- [35] : SALHI KAMEL, performance des mortiers et bétons à base des ciments contenant du méta-kaolin algérien, thèse doctorat, université Mohamed Khider Biskra, 2020-2021.
- [36] : BELABASSI DALILA, DJERAF LINDA ZOUSSRA, élaboration et caractérisation d'une brique empilable, mémoire master, université Mohamed Boudiaf Msila, 2021-2022.
- [37] : MEZIANI AMINA, DIR BESMA, évaluation de l'effet anticorrosif d'un film de matériaux nano poreux porté sur une surface métallique, mémoire master, université L'arbi Ben Mhidi Oum El Bouaghi, 2018-2019.
- [38] : J-F PASQUET, mémento roches et minéraux industriels -le kaolin-, 88SGN676GEO, bureau de recherches géologiques et minières service géologique national, Septembre 1988.
- [39] : PA-CKEL SAN NICOLAS, approche performantielle des bétons avec méta-kaolin obtenue par calcination flash, thèse doctorat, université de Toulouse, 2010-2011.
- [40] : LAHRECHE MAROUA, comportement rhéologique et mécanique des mortiers à base de méta-kaolin, mémoire master, université Mohamed Boudiaf Msila, 2017-2018.
- [41] : BELMENAOUAR SAMIR, recherche bibliographique sur la valorisation de méta-kaolin dans les matériaux de constructions, mémoire master, université Mohamed Boudiaf Msila, 2015-2016.
- [42] : CHOUAFA MOHAMED, comportement du kaolin à l'enrichissement par flottation, cas de la mine de Tamazert Jijel, thèse doctorat, université Bordj Badji Mokhtar Annaba, 2016.
- [43] : GHERMAOUI AMINA, effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimique des mortiers de ciment de Beni-Saf sans ou avec ajout de pouzzolane, mémoire master, université Abou Bekr Belkaid-Telmcen, 2014-2015
- [44]: [www.krosakiamr.com](http://www.krosakiamr.com) Four Flash.
- [45] : OUKIL SEIF EDDINE, effet de la poudre de verre et de méta-kaolin sur les propriétés des mortiers de chaux aérienne, mémoire master, université Bordj Badji Mokhtar-Annaba, 2019-2020.
- [46] : CHINAR TAHANI ACHOUAK, préparation de la zéolithe à partir d'un kaolin locale et sa caractérisation, mémoire master, université Larbi Ben M'hidi- Oum Bouaghi, 2012-2013.
- [47] : BEN AOUIRA HAFSA-BOUHALI NOUR EL HOUDA, Etude de l'influence des ajouts pouzzolaniques sur l'évolution des propriétés d'une matrice cimentaire, Mémoire Master, Université Mohamed Boudiaf Msila, 2016-2017.
- [48] : MAAMAR BENHADJAR LOUISA-CHENINE SOUHILA, Influence de la perlite naturelle sur les résistances mécaniques des mortiers, Mémoire Master, Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem, 2019-2020.

## Références bibliographiques

---

- [49] : SALIF DELAMINE KONE. Etude de faisabilité d'un ciment ternaire de type CEM II/B à base de méta-kaolin et de poussière de granite disponible au Burkina Faso. Mémoire Master. Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement.2017-2018.
- [50] : ERIC GARCIA-DIAZ. Réactivité pouzzolanique des méta-kaolinites : corrélations avec les caractéristiques Minéralo-Gitologiques des kaolinites. Thèse Doctorat. École nationale supérieure des mines de Saint-Etienne. Mai 1995.
- [51] : LEMAINE KENZA-KIROUANI THIZIRI. Influence de l'ajout du méta-kaolin sur la durabilité des pâtes de ciment. Mémoire Master. Université de Béjaia.2018-2019.
- [52] : CELINE PERLOT-PATRICK ROUGEAU. Intérêt des méta-kaolins dans les bétons. Réf : 128 E. Septembre 2007.
- [53] : NF EN 196-1, Méthodes d'essais des ciments, partie 1 détermination des résistances mécaniques, aout 1995.
- [54] : NF EN 196-3, Méthodes d'essais des ciments, partie 3 détermination du temps de prise et de stabilité, aout 1995.
- [55] : NF EN 196-5, Méthodes d'essais des ciments, partie 5 essai de pouzzolanité des ciments pouzzolaniques.
- [56] British Standard (BS) 3892. Pulverised-fuel ash. Part 1: specification for pulverised fuel ash for use with Portland cement; 1997.
- [57] American Society for Testing and Materials (ASTM) C-618. Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete; 2005.

