

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# **Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Technologies des matériaux**

Intitulé du mémoire

**Influence des polymères en tant que  
plastifiants sur le comportement  
chemomécaniques des mortiers de ciment**

Présenté par :

Mr. BENBAIZID Mouloud

Mr. SELMATI Abdel madjid

Encadré par :

Dr. FETTAKA Mohamed

Année universitaire 2016/2017



# SOMMAIRE

	Page
Remerciement	
Résumé	
Introduction générale .....	01
Chapitre 1 : ciment et ciments adjuvantes	
<b>I. Matériaux cimentaires : formulation, fabrication et mise en œuvre.....</b>	<b>04</b>
1.1 Méthode et principe de fabrication des ciments .....	05
1.2 Classification des ciments .....	05
1.2.1. Classification des ciments en fonction de leur composition .....	05
1.2.2. Classification des ciments en fonction de leur résistance normale .....	06
1.3. Le ciment Portland .....	.07
1.3.1. Nomenclature chimique de ciment .....	07
1.3.2. Composition minéralogique de ciment .....	08
1.3.3 Hydratation du ciment Portland .....	10
2. Les mortiers industriels .....	10
<b>II. Polymères dans la construction .....</b>	<b>13</b>
1. Historique .....	13
2. Les adjuvants, nature, rôle et mode d'action .....	14
2.1. Les adjuvants normalisés .....	14
2.2. Nature, rôle et mode d'action des adjuvants .....	14
2.2.1. Les adjuvants modifiant l'ouvrabilité .....	15
2.2.1.1. Les plastifiants .....	15
2.2.1.2. Les superplastifiants	
2.2.2. Les adjuvants modifiant la prise et le durcissement .....	15
2.2.2.1. Les accélérateurs de prise .....	15
2.2.2.2. Les retardateurs de prise .....	16
2.2.2.3. Les accélérateurs de durcissement .....	16
2.2.3. Les adjuvants modifiant les propriétés physiques .....	16

2.2.3.1. Les entraîneurs d'air .....	16
2.2.3.2. Les hydrofuges de masse .....	16
2.2.3.3. Les rétenteurs d'eau .....	16
III. Les nanoparticules métalliques dans les matériaux de construction .....	17
Chapitre 2 : Matériaux, Méthodes et études expérimentales	
I. Matériaux utilisés .....	19
1. Etude de poudre de ciment .....	20
2. Description du sable normalisé .....	20
3. L'eau de gâchage .....	21
4. Les adjuvants .....	21
4.1. Les polymères hydrosolubles étudiés .....	21
II. Méthodes d'essais .....	23
1. Préparation des solutions adjuvantés .....	23
2. Essais physico-mécaniques .....	23
2.1. Principe .....	23
2.2. Formulation et préparation du mortier modèle .....	26
2.3. Essais des éprouvettes .....	27
1.3.1 Résistance à la flexion .....	27
1.3.2 Résistance à la compression .....	28
3. Essais de temps de prises .....	29
3.1. Principe .....	29
3.2. Détermination de la consistance normalisée .....	29
3.2.1. Appareillage .....	29
3.2.2. Préparation de la pâte normale .....	30
a. Malaxage de la pâte de ciment .....	30
b. Essai de pénétration .....	31
3.2.3 La demande en eau .....	31
3.1. Début et fin de prise .....	32
4. Gonflement .....	32

## Chapitre 3: Résultats et Discussion

1. L'effet de dérivés cellulosiques PS .....	33
1.1 La consistance .....	33
1.2 Les durées de prise .....	35
1.3 La stabilité .....	36
1.4 Les résistances à la flexion et la compression .....	37
1.5 L'étalement .....	39
1.6 La porosité .....	39
2. L'effet de nanoparticules CuO .....	41
3. L'effet de mélanges CuO/PS .....	42
3.1 La consistance .....	42
3.2. Les temps de prise .....	44
3.3. La stabilité	
3.4. Les résistances à la flexion et la compression	
Conclusion .....	48

Annexe Bibliographie

## Liste de figure

Page

<b>Figure 01</b> : Evolution de la production de mortiers en Europe pour l'année 2007 .....	11
<b>Figure 2</b> : Structure de la cellulose .....	22
<b>Figure 3</b> : motif répété des différents dérivés cellulose .....	22
<b>Figure 4</b> : Moule prismatique 4x4x16 cm .....	24
<b>Figure 5</b> : malaxeur normalisé .....	24
<b>Figure 6</b> : table à choc .....	24
<b>Figure 7</b> : presse pour les essais de flexion et de compression sur éprouvettes 4x4x16 cm...	25
<b>Figure 7.1</b> : presse de flexion .....	25
<b>Figure 7.2</b> : presse pour compression .....	25
<b>Figure 8</b> : Epreuve et les efforts qui lui sont appliqués .....	27
<b>Figure 9</b> : Efforts appliqués sur une éprouvette pour le Flexion et la compression .....	28
<b>Figure 10</b> : Appareil de Vicat manuel .....	29
<b>Figure 11</b> : Appareil de Vicat avec la sonde de consistance .....	30
<b>Figure 12</b> : Appareil de Vicat automatique .....	32
<b>Figure 13</b> : Appareillage pour la détermination de la stabilité du ciment.....	33
<b>Figure 14</b> Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté .....	34
<b>Figure 15</b> : Temps de prise des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté .....	35
<b>Figure 16</b> : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté. ....	36
<b>Figure 17</b> : Résistances à la compression et à la flexion des mortiers adjuvantés en PS après 7 jours. ....	37
<b>Figure 18</b> : Résistances à la compression et à la flexion des mortiers adjuvantés en PS après 28 jours .....	38

<b>Figure 19</b> : Dimensions des étalements des pâtes cimentaires adjuvantées aux PS comparées à celle du témoin .....	<b>39</b>
<b>Figure 20</b> : Porosités des mortiers (après 2 et 28 jours de cure) adjuvantés aux PS comparées à celle du témoin. ....	<b>41</b>
<b>Figure 21</b> : Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux CuO et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté .....	<b>43</b>
<b>Figure 22</b> : Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux mélanges CuO/CuO et aux mélanges PS et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté .....	<b>43</b>
<b>Figure 23</b> : Temps de prise des pâtes cimentaires adjuvantées aux CuO et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté .....	<b>44</b>
<b>Figure 24</b> : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux NP CuO et aux mélanges CuO/SP en présence du coulis non adjuvanté .....	<b>45</b>
<b>Figure 25</b> : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux mélanges SP et mélanges CuO/SP en présence du coulis non adjuvanté .....	<b>45</b>
<b>Figure 26</b> : Modules des résistances à la compression des mortiers adjuvantés aux mélanges CuO/SP et SP (au jeune âge) .....	<b>46</b>
<b>Figure 27</b> : Modules des résistances à la compression des mortiers adjuvantés aux mélanges CuO/SP et SP (28 jours). ....	<b>47</b>

## La liste des tableaux

	<b>Page</b>
<b>Tableau 1 :</b> Désignation des différents types de ciment en fonction de leur composition ....	<b>11</b>
<b>Tableau 2:</b> Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe .....	<b>12</b>
<b>Tableau 3:</b> Composition chimique en oxydes d'un ciment ordinaire et notation cimentaire .....	<b>12</b>
<b>Tableau 4:</b> Principaux phases anhydres du ciment .....	<b>14</b>
<b>Tableau 05:</b> Composition chimique et minéralogiques du ciment utilisé .....	<b>30</b>
<b>Tableau 06:</b> Composition en phases du ciment gris anhydre calculée par les formules de Bogue. .....	<b>31</b>
<b>Tableau 07 :</b> Composition granulométrique du sable de référence CEN .....	<b>31</b>
<b>Tableau 08 :</b> classification des dérivés de cellulose .....	<b>34</b>
<b>Tableau 09 :</b> solutions adjuvantes .....	<b>34</b>
<b>Tableau 10:</b> Formulation du mortier .....	<b>37</b>

## Remerciement

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la  
Volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu  
Avoir le jour sans l'aides et l'encadrement de

Mr: fettakâ mohamed et Mr : jelabe abdakader , on se

Remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa  
Patience, sa rigueur et sa

Disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.

Nous tenons aussi à remercier tous les personnels de laboratoire *STMG*

Aux membres de jury pour avoir sacrifié de leur temps, accepter

D'examiner cette mémoire et d'honorer par leur présence le jury de

Soutenance.

Ne sincère remerciements aussi tous les étudiants de génie des procédé

Surtout les étudiants master 2 de technologie des matériaux et génie chimique.

Comme nous tenons à remercier les personnes qui ont bien voulu contribué de prés

Ou de loin.

*Merçi*

## ملخص

يتناول هذا البحث دراسة تأثير إضافة السكريات، مشتقات السليلوز، كركومي ميثيل سيلولوز، هيدروكسي بروبيل سيلولوز وخلات السليلوز للخصائص الكيميائية الميكانيكية لجص الاسمنت ورواسب. النتائج التي تم الحصول عليها من خلال هذه الدراسة، إضافة سمك، خللات السليلوز والجسيمات النانوية كيو للإسمنت لها تأثير إيجابي على تحسين الخواص الميكانيكية. عندما يتم إدخال هذه الإضافات في نسب (50:50) على التوالي، أنها توفر استقراراً أفضل من عجينة الأسمنتية، واستقرار حجمية أفضل لتورم.

مفاتيح الكلمات :

خليط الرمل , مقاومة المواد , قابلية , السكريات , لبن الشجر , NP CuO

## **Résumé :**

Ce travail porte sur l'étude de l'influence de l'ajout de polysaccharides, dérivés de cellulose, de type carboxymethylcellulose, hydroxypropylcellulose et acétate de cellulose sur les propriétés chemo-mécaniques des coulis et mortiers de ciment. Les résultats obtenus à

Travers cette étude démontrent que l'ajout de la CMC, de l'acétate de cellulose ainsi que de nanoparticules CuO au ciment contribuent positivement à l'amélioration des propriétés mécaniques. Lorsque ces adjuvants sont introduits en proportions (50:50) respectivement ils offrent une meilleure stabilité de la pâte cimentaire, et une meilleure stabilité volumétrique au gonflement.

**Mots clés :** mortiers adjuvantés, résistance, ouvrabilité, polysaccharides, latex, NP CuO.

## **Abstract:**

This work deals with the study of the influence of the addition of polysaccharides, cellulose derivatives of carboxymethylcellulose, hydroxypropylcellulose and cellulose acetate types to the chemo-mechanical properties of cement grouts and mortars. The results obtained Through this study demonstrate that , the addition of CMC, cellulose acetate and CuO nanoparticles to cement have a positive effect on the improvement of mechanical properties. When these additives are introduced in proportions (50:50) respectively, they offer a better stability of the cementitious paste, and a better volumetric stability to the swelling.

## **Keywords:**

Mortars, resistance, workability, polysaccharides, latex, NP CuO.

## Introduction générale

La plupart des mortiers sont adjuvantés afin d'optimiser leur performances d'ouvrabilité, mécaniques et de durabilité. L'utilisation d'adjuvants a mené à la production des matériaux en améliorant leurs caractéristiques tel que les résistances (en compression et à la flexion), temps de prise et la mise en œuvre.

Ainsi, des adjuvants organiques amphiphiles, ont pu être ajoutés soit pour augmenter la fluidité de la pâte de ciment, soit pour réduire la proportion en eau pour de meilleures propriétés mécaniques après la prise. Ces additifs agissent en dispersant les particules de ciment et en empêchant l'agrégation des particules grâce à des répulsions stériques et/ou électrostatiques.

Cependant, les adjuvants chimiques présentent certains inconvénients comme celle d'engendrer une pollution environnementale aussi bien lors de leur fabrication que lors de leur utilisation. Compte tenu de ces inconvénients, les bio-adjuvants apparaissent particulièrement intéressants, en raison de leurs propriétés plus respectueuses de l'environnement. Les bio-adjuvants sont des adjuvants dont le principe actif est constitué de polymères biosourcés, de produits issus de substances biodégradables, ou encore de biopolymères.

Notre travail a été réalisé essentiellement au niveau du laboratoire de physico-chimie de la cimenterie de Meftah depuis Mars 2017. Une série de tests de maniabilité de mortiers a été réalisé dans le laboratoire géomatériaux au niveau du département de génie civil de l'université de Blida. L'objectif était donc de trouver une combinaison de molécules organiques amphiphiles capables d'améliorer une ou plusieurs des caractéristiques des mortiers de ciment. Ces composés doivent donc permettre une bonne mise en œuvre de la pâte cimentaire sans nuire aux propriétés mécaniques des mortiers correspondants.

Pour cela, nous avons choisi d'utiliser des composés amphiphiles, disponibles et à bon prix sur le marché que sont les dérivés de cellulose. L'objectif de cette étude est donc d'évaluer l'effet de ces polysaccharides, sur les propriétés mécaniques de mortiers ainsi que l'ouvrabilité, la stabilité et la porosité de ceux-ci.

Dans un premier temps, afin de vérifier l'effet des polysaccharides en tant qu'adjuvants, trois dérivés de cellulose ont été finement choisis pour incorporation dans les coulis. A commencer par la carboxyméthylcellulose (CMC) apparenté à la troisième génération des superplastifiants de la série des carboxylates synthétiques. Le deuxième adjuvant est l'hydroxypropylcellulose (HPC) de la famille des adjuvants utilisés comme rétendeur d'eau de la famille des dérivés de cellulose non ioniques hydrosolubles dans l'eau. Le troisième n'est que l'acétate de cellulose (AC) apparenté aux latex utilisés dans la formulation des mortiers.

La concentration en ces bio-adjuvants étant fixée à 0,5% ont été ajoutées à des mortiers contenant du ciment CEM I (E/C = 0,6) et les résistances mécaniques (compression et flexion) ont été vérifiées ainsi que leurs porosités. Les tests de consistance, d'ouvrabilité et de la stabilité des pâtes cimentaires correspondantes ainsi que leurs porosités totale à l'eau ont été également évaluées.

Dans un deuxième temps, les tests suscités sont imposés sur des mortiers adjuvantés par des mélanges des PS choisis, c'est à dire CMC/HPC ; CMC/AC et HPC/AC. Le but principal étant de trouver des comportements de synergie à travers l'évaluation des propriétés chemo-mécaniques des mortiers en question.

Enfin, l'effet de l'incorporation de nanoparticules CuO dans la pâte cimentaire, qui constitue une nouvelle tendance, est décrite avec celui de l'introduction des mélanges (CuO/PS) afin de tenter à palier les inconvénients des combinaisons exploitées dans les précédentes parties.

Ce manuscrit est décomposé en deux parties :

- La première partie est une synthèse bibliographique faisant le point sur l'état des connaissances concernant le ciment et matériaux cimentaires, le ciment portland, ainsi que sur les adjuvants modifiants les caractéristiques de ciment et mortiers. Enfin, on donne un aperçu global sur le rôle des adjuvants dans les formulations des mortiers.
- La seconde partie est subdivisée en deux chapitres :

Dans le premier chapitre, nous nous focalisons sur la procédure expérimentale. Nous présentons les appareils utilisés, les protocoles de préparation des pâtes de ciment ainsi que les protocoles d'essai de ces systèmes.

- Dans le deuxième chapitre, nous mettons en avant le rôle crucial joué par l'addition d'abord des polysaccharides sus-cités ensuite celui de leurs mélanges respectifs. Un volet supplémentaire est réservé à l'étude comparative du comportement de ces mortiers avec ceux enrichies avec des nanoparticules d'oxyde cuivreux.

# Chapitre 1 : ciment et ciments adjuvantes

## **Introduction :**

La mise en œuvre et la performance des matériaux cimentaires a été améliorée avec l'utilisation des adjuvants polymères dans les formulations pour divers objectifs tels que : l'accroissement de la compacité du béton, l'augmentation de la maniabilité mais sans accroissement de la quantité d'eau de gâchage, l'accroissement des résistances mécaniques entre autres.

Le développement de cette partie bibliographique va nous permettre de mieux maîtriser le vocabulaire et les notions de base sur les matériaux cimentaires. Par la suite, un intérêt particulier est suscité à l'effet d'additifs organiques sur les formulations de ciment. Un dernier aspect est réservé à la nouvelle tendance d'incorporation de nanoparticules métalliques dans les matériaux de construction.

## **II. Matériaux cimentaires : formulation, fabrication et mise en œuvre.**

L'utilisation de liants remonte à l'antiquité. Les égyptiens avaient découvert un liant calcique, obtenu par cuisson de roches calcaires. La chaux vive produite était préalablement éteinte par de l'eau. Son durcissement s'effectuait par carbonatation à l'air. Plus tard les romains ont introduit des cendres volcaniques (la pouzzolane) à la chaux vive. Ce matériau durcissait à température ambiante par ajout d'eau. Il souffrit cependant de la concurrence de la chaux et de la brique et resta peu utilisé. C'est seulement au XIX<sup>ème</sup> siècle qu'apparut le ciment que nous connaissons. Il doit son essor aux travaux de recherche et la mise au point du ciment artificiel par Louis Vicat.

Actuellement, le ciment est présent dans la plus part des édifices sous forme du coulis, mortiers ou bétons, c'est le matériau de base pour la construction d'ouvrages de bâtiment et de génie civil. Il est devenu un matériau incontournable dans la construction. La production de l'industrie cimentière est directement liée à l'activité du secteur de la construction en général et est donc étroitement tributaire de la conjoncture économique générale [2].

### **1.1.Méthode et principe de fabrication des ciments :**

La fabrication de ciment se réduit schématiquement aux trois opérations suivantes :

- préparation du cru
- cuisson
- broyage et conditionnement



### 1.2.2. Classification des ciments en fonction de leur résistance normale :

Trois classes sont définies en fonction de la résistance normale à 28 jours, des sous classes "R" sont associées à ces trois classes principales pour désigner des ciments dont les résistances au jeune âge sont élevées. Ces classes sont notées, classe 32,5, classe 42,5, classe 52,5. Elles doivent respecter les spécifications et les valeurs garanties selon le tableau 2. Les valeurs entre parenthèses sont les valeurs garanties lorsqu'elles peuvent être inférieures aux valeurs spécifiées [3].

**Tableau 2:** Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe [3].

Classe	Résistance à la compression (MPa)			Retrait à 28 jours	Début de prise	Stabilité
	au jeune âge	à 28 jours		( $\mu\text{m/m}$ )	(min)	(min)
	2 jours	min	max			
32,5		30-32,5	$\leq 52,5$	$\leq 800$	90	$\leq 10$
32,5 R	12-13,5	30-32,5	$\leq 52,5$	$\leq 1\ 000$	90	$\leq 10$
42,5	10-12,5	40-42,5	$\leq 62,5$	$\leq 1\ 000$	60	$\leq 10$
42,5 R	18-20	40-42,5	$\leq 62,5$	$\leq 1\ 000$	60	$\leq 10$
52,5	18-20	50-52,5			60	$\leq 10$
52,5 R	28-30	50-52,5			60	$\leq 10$

### 1.3. Le ciment Portland :

#### 1.3.1. Nomenclature chimique de ciment :

Le ciment est un liant hydraulique défini selon la norme NF P 15-301, comme une fine mouture inorganique qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit. Les matières premières entrant dans la fabrication du ciment Portland sont le calcaire et l'argile dans des proportions respectivement proches de 80 et 20%. Le calcaire apporte le calcium, l'argile apporte la silice  $\text{SiO}_2$ , l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et l'oxyde ferrique  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nécessaires au processus de formation de clinker. Ces matières premières contiennent par ailleurs d'autres éléments que ces oxydes fondamentaux, tels que la magnésie  $\text{MgO}$ , des sulfates, des sulfures, des alcalis  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,... dont les pourcentages doivent être contenus en deçà de limite précise.

**Tableau 3:** Composition chimique en oxydes d'un ciment ordinaire et notation cimentaire [4].

Oxydes	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>
Notation cimentaire	C	M	A	K	S	F	N	$\overline{S}$
% (en masse)	61– 68	1 - 4	3 – 7	0 - 1.4	20- 24	0 - 0.3	0 - 0.7	0-1.3

- **CaO:** Il est lié avec SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, à l'état libre il provoque une inégalité de changement de volume du ciment lors de l'hydratation (expansion).



La résistance du ciment augmente en cas d'augmentation du pourcentage de CaO lié, cependant, la stabilité chimique diminue en milieu agressif.

- **MgO :** Une quantité élevée en MgO à l'état libre se trouve sous forme de périclase, provoque l'augmentation de volume lors de l'hydratation.

- **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :** Il contribue à la prise et au durcissement rapide du ciment, cependant, une haute teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> donne un ciment très sensible à la corrosion sulfatée.

- **K<sub>2</sub>O et Na<sub>2</sub>O:** Une partie des alcalis se volatilise lors de la cuisson. Les alcalis provoquent la diminution de la résistance du ciment, parce qu'ils ralentissent l'hydratation des principaux minéraux.

- **SiO<sub>2</sub> :** Il réagit avec CaO en donnant les silicates de calcium, un pourcentage élevé donne beaucoup de C<sub>2</sub>S parce qu'il réagit avec tout le CaO, dans ce cas le ciment durcit lentement, sa résistance augmente à long terme. L'augmentation de C<sub>2</sub>S donne une grande durabilité au ciment et surtout au milieu agressif.

- **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :** Il joue le rôle de fondant, il diminue considérablement la température de cuisson du clinker, il contribue à l'augmentation de la stabilité chimique dans les eaux sulfatées.

### 1.3.2. Composition minéralogique de ciment :

Dans la chimie du ciment, les formules chimiques sont souvent exprimées comme la somme d'oxydes. Il est usuel d'abrégé les formules des oxydes communs à une simple lettre. Ce système d'abréviation est souvent utilisé avec les notations conventionnelles dans les équations, comme dans l'Equation 2 :



Le clinker de ciment Portland anhydre est un système multiphasique composé de quatre phases anhydres :

**Tableau 4:** Principaux phases anhydres du ciment [4].

Constituants	Notation cimentaire	Composition	Nom particulier
Le silicate tricalcique	$C_3S$	50 à 70 %	Alite
Le silicate dicalcique	$C_2S$	10 à 30 %	Bélite
L'aluminate tricalcique	$C_3A$	2 à 15 %	Célite
L'alumino-ferrite tétracalcique	$C_4AF$	5 à 15 %	Félite

**- Silicate tricalcique : Alite «  $C_3S$  » :**

Le «  $C_3S$  » se trouve en très grande proportion dans le « CPA ». C'est l'élément actif du ciment artificiel. Il confère au ciment les résistances initiales à 28 jours de durcissement. Au microscope, il apparaît dans le clinker sous forme de grains de mêmes dimensions, à couleur bien marquée [4].

**- Silicate bicalcique : Bélite «  $C_2S$  » :**

Il confère au ciment des résistances moins élevées que le «  $C_3S$  », mais développe les résistances à long terme. Son aptitude au broyage est moins bonne que celle de «  $C_3S$  », car sa dureté est plus grande. Au microscope, il apparaît sous forme de grains arrondis [4].

**- Aluminate tricalcique : Célite : «  $C_3A$  » :**

Il confère au ciment une très bonne résistance initiale à 1 ou 2 jours de durcissement. Mais par la suite, il influe très peu sur cette dernière. Il est sensible aux eaux de mer à cause des sulfates qu'il contient. Il forme avec les sulfo-aluminates de chaux, les sels de Candlot, souvent très expansifs. La réaction d'hydratation est fortement exothermique [4].

**- Aluminate tétra calcique : Félite, «  $C_4AF$  » :**

Il est appelé aussi la féelite. Il confère au ciment des résistances faibles et peu précises. On peut dire qu'il est inactif sur le plan hydraulique, et il constitue un fondant pendant la cuisson avec «  $C_3A$  » [4].

### **1.3.2. Hydratation du ciment Portland :**

Le ciment Portland étant un matériau multiminéral, son hydratation est un processus complexe constitué d'une série de réactions chimiques individuelles s'effectuant à la fois en parallèle et successivement. Ce processus s'effectue spontanément lorsque la poudre est mise en contact avec l'eau et il est associé à une libération de chaleur.

Le ciment doit être mélangé avec suffisamment d'eau pour pouvoir s'hydrater complètement. La quantité d'eau introduite, définie par le rapport eau/ciment (E/C) affecte la rhéologie de la suspension, la progression de l'hydratation et les propriétés du matériau hydraté.

L'hydratation et sa cinétique sont influencées par de nombreux facteurs, dont les principaux sont :

- La composition des phases du ciment et la présence d'ions étrangers à la maille cristalline des phases du clinker.
- La finesse du ciment, en particulier la distribution de taille des particules qui le compose et sa surface spécifique.
- Le rapport eau/ciment utilisé.
- La température de traitement.
- La présence d'additifs chimiques, c'est-à-dire les substances chimiques ajoutées en petites quantités de façon à modifier la vitesse d'hydratation et les propriétés de la pâte de ciment.
- La présence d'ajouts minéraux, c'est-à-dire les matériaux mélangés au ciment en grandes quantités, tels que les cendres volantes, le laitier ou la fumée de silice.

## **2. Les mortiers industriels :**

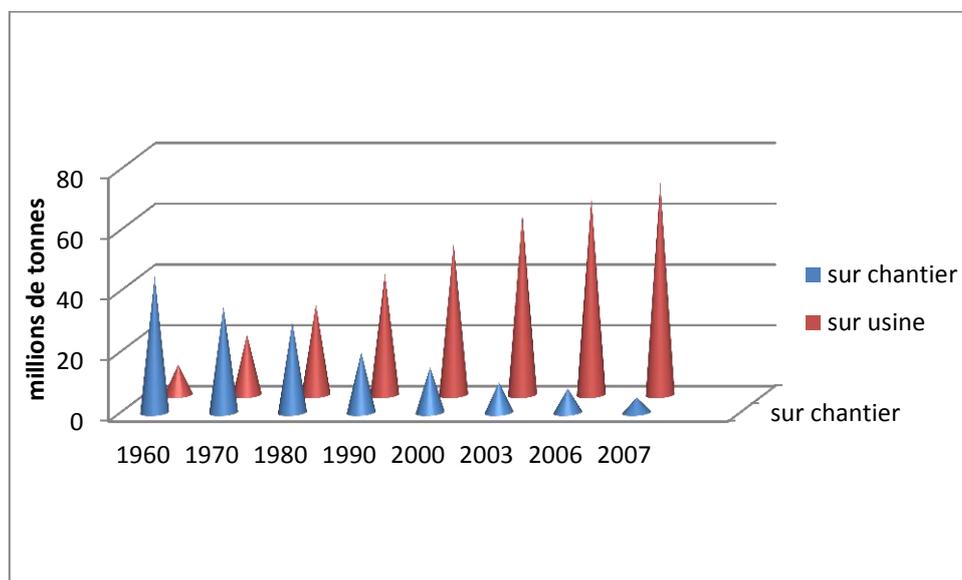
Une construction est généralement réalisée par éléments, dont il faut assurer la liaison ou qu'il faut protéger par un revêtement. On doit alors effectuer des scellements ou divers travaux de reprise, de bouchage, etc. Toutes ces opérations se font à l'aide d'un liant toujours mélangé à du sable, de l'eau – et éventuellement un adjuvant – pour obtenir un « mortier », qui se distingue du béton par l'absence de gravillons.

Des compositions multiples de mortiers peuvent être obtenues en jouant sur les différents paramètres : liant (type et dosage), adjuvants et ajouts, dosage en eau. En ce qui concerne le liant, tous les ciments et les chaux sont utilisables, leur choix et le dosage sont fonction de l'ouvrage à réaliser et de son environnement. [5]

Les mortiers sont constitués par des mélanges de ciment et de chaux avec du sable, dans des proportions variables. Les chaux apportent leur plasticité, les ciments apportent la résistance mécanique et un durcissement plus rapide. Les mortiers peuvent être :

- préparés sur le chantier en dosant et en mélangeant les différents constituants, adjuvants compris.
- préparés sur le chantier à partir de mortiers industriels secs prédosés (il suffit d'ajouter la quantité d'eau nécessaire)
- livrés par une centrale: ce sont des mortiers prêts à l'emploi, dont les derniers nés, les mortiers retardés stabilisés, ont un temps d'emploi supérieur à 24 heures.

Les mortiers industriels se sont beaucoup développés ces dernières années, permettant d'éviter le stockage et le mélange des constituants sur des chantiers parfois exigus et difficiles d'accès : rénovation, travaux souterrains. Une tendance mondiale s'oriente de plus en plus vers la conception de mortiers sur usine (Figure 01)



**Figure 01** : Evolution de la production de mortiers en Europe pour l'année 2007. [6]

Le marché du bricolage a profité du développement des mortiers prémélangés. Aujourd'hui, on peut trouver dans les surfaces de bricolages des mortiers répondant à tous les besoins non seulement par la nature du produit, mais aussi par son conditionnement plus adapté :

- **Les mortiers fabriqués sur le chantier :**

L'entreprise qui fabrique sur le chantier son mortier doit choisir correctement le liant en fonction de son type et de sa classe, le ou les sables, la teneur en eau (pour obtenir la plasticité désirée) et les adjuvants adaptés à la destination du mortier. Les sables utilisés sont généralement siliceux ou silico-calcaires, leur granulométrie est de préférence continue. Les dosages se feront en poids plutôt qu'en volume comme c'est souvent le cas, afin d'éviter les erreurs de dosage, par suite de l'augmentation de volume du sable humide.

Dans tous les cas des soins particuliers doivent être pris afin d'obtenir des mortiers sans ressuage, homogènes d'une gâchée à l'autre. Le dosage en liant, (ciment ou chaux, ou mélange des deux) le plus généralement employé est de 300 à 400 kg/m<sup>3</sup> de sable. Pour un sable courant et un ciment Portland utilisé au dosage de 400 kg/m<sup>3</sup> de sable, la quantité d'eau de gâchage nécessaire pour obtenir un bon mortier d'usage courant est de l'ordre de 200 litres au maximum, qu'on a intérêt à diminuer par l'emploi de réducteur d'eau ou de plastifiant.

- **Les mortiers industriels secs prémélangés :**

Comme la plupart des produits industriels, ces mortiers font l'objet de contrôles à tous les stades de leur élaboration par le fabricant, ce qui constitue pour l'utilisateur une sécurité. Les autres avantages présentés par ces produits sont les suivants :

- prédosage de composition constante, garant de régularité et de qualité.
- pas d'approvisionnement et de stockage sur place des constituants (sables, liants, adjuvants).
- perte de temps limitée (appréciable dans le cas de travaux à effectuer rapidement et lorsque la place fait défaut).
- chantiers plus propres.

Les producteurs proposent de nombreuses formules standard répondant à la plupart des besoins. Ils peuvent également étudier des compositions de mortier adaptées, donnant les performances optimales requises pour chaque usage.

Ces mortiers reçoivent le plus souvent un ou plusieurs adjuvants en poudre, afin de modifier les propriétés rhéologiques, les temps de prise, la durabilité, l'aspect (mortiers colorés) ou leur adhérence grâce à l'ajout de résines vinyliques ou acryliques. Ils sont conditionnés en sacs. Ces dernières années, il est apparu des sacs de 10 et 25 kg pour les petits travaux et le bricolage.

- **Les mortiers frais retardés, stabilisés, prêts à l'emploi :**

Depuis quelques années est apparue une nouvelle génération de mortiers livrés par les centrales de béton prêt à l'emploi : les mortiers frais retardés et stabilisés. Du fait qu'ils sont retardés, ces mortiers peuvent être livrés et stockés en quantité importante. On peut les utiliser dans un délai allant jusqu'à 24 heures sans avoir le souci de préparer de nombreuses petites gâchées. Très maniabiles et homogènes, ils possèdent des résistances très largement suffisantes pour les travaux auxquels ils sont destinés : maçonnerie et jointoiement. Lorsqu'ils sont étalés en couche mince, la prise de ces mortiers est accélérée (effet d'absorption d'eau par le support et perte par évaporation). Ces mortiers permettent, comme le béton prêt à l'emploi, de simplifier et d'améliorer les conditions de travail, en évitant les pertes de temps. Ils sont en général livrés dans des auges ou des bacs non absorbants, de 250 à 500 litres de capacité. Ces bacs restent sur le chantier, ce qui fournit un stockage commode et une complète disponibilité.

- **Les mortiers de fibres**

L'incorporation de fibres de verre ou de polypropylène permet d'obtenir des mortiers présentant une cohésion supérieure et moins fissurables. Ce sont soit des mortiers prémélangés, livrés en sac, soit des mortiers prêts à l'emploi, livrés par certaines centrales.

### **III. Polymères dans la construction:**

#### **1. Historique :**

Dès les origines de la fabrication du béton de ciment Portland, commencent les recherches sur l'incorporation de produits susceptibles d'améliorer certaines de ses propriétés. On cherche à agir sur les temps de prise, les caractéristiques mécaniques et de mise en œuvre.

Dès 1881, Candlot étudie l'action des accélérateurs et des retardateurs de prise. Le sucre est déjà connu comme retardateur de prise et souvent employé à partir de 1909.

Entre 1910 et 1920 débute la commercialisation d'hydrofuges et d'accélérateurs à base de chlorure de calcium. A partir de 1930, les entraîneurs d'air sont fréquemment utilisés. Ils seront suivis par les antigels et les produits de cure.

Depuis 1960, avec le développement du béton manufacturé et du béton prêt à l'emploi, les adjuvants prennent une place grandissante. Le contrôle des adjuvants est vite devenu une nécessité. En 1964, est créée la COPLA (Commission Permanente des Liants hydrauliques et des Adjuvants du béton). Elle était chargée de l'agrément et du contrôle des adjuvants ayant une réelle efficacité et pouvant être employés en toute sécurité et d'en établir la liste officielle.

Le développement des normes d'adjuvants à partir de 1972 a abouti en 1984 à la mise en place d'une certification par la marque NF Adjuvants, véritable label de qualité. La liste des adjuvants bénéficiant de la marque NF est publiée régulièrement par l'AFNOR. Il faut enfin préciser que les adjuvants ont permis des progrès considérables en matière de bétons et d'étendre leur champ d'application [7].

#### **2. Les adjuvants, nature, rôle et mode d'action:**

##### **2.1. Les adjuvants normalisés :**

Selon la norme NF EN 934-2 [8], les adjuvants sont définis comme des « produits dont l'incorporation à faible dose (inférieure à 5 % de la masse du ciment) aux bétons, mortiers ou coulis lors du malaxage ou avant la mise en œuvre, provoque les modifications recherchées de telle ou telle de leurs propriétés, à l'état frais ou durci ». Sont donc exclus du domaine des adjuvants au sens de la norme, les produits ajoutés au moment du broyage du clinker ou les produits dont le dosage dépasserait 5 % du ciment. Leur coût n'est pas négligeable, et représente environ 35 % du coût total.

##### **2.2. Nature, rôle et mode d'action des adjuvants:**

Le rôle des adjuvants est de modifier certaines qualités du mortier telles que sa résistance mécanique, son imperméabilité, sa maniabilité, sa capacité de rétention d'eau, sa résistance au gel... Ils sont classés selon la nature des modifications physico-chimiques apportées au mortier ou au béton. Ainsi selon la norme NF EN 934-2, trois catégories principales se distinguent et font l'objet des paragraphes suivants [7] :

### **2.2.1. Les adjuvants modifiant l'ouvrabilité :**

Ces adjuvants modifient le comportement rhéologique des bétons, mortiers et coulis à l'état frais, avant le début de prise.

#### **2.2.1.1. Les plastifiants :**

Appelés *réducteurs d'eau*, introduits dans l'eau de gâchage permettent soit d'augmenter la maniabilité sans diminuer les résistances mécaniques, soit de réduire la teneur en eau pour une ouvrabilité constante. Ils améliorent l'aptitude à la déformation et augmentent la compacité des mortiers, tout en réduisant la quantité d'eau introduite. De plus, ils facilitent la mise en place du mortier et réduisent la ségrégation. Ils sont à base de lignosulfonates, de sels d'acides organiques, et de dérivés de mélamine ou naphthalène.

#### **2.2.1.2. Les superplastifiants :**

Font partie des adjuvants les plus utilisés avec les plastifiants introduits dans un béton, un mortier ou un coulis, ils ont pour fonction principale de provoquer un fort accroissement de la durée d'ouvrabilité du mélange. Ils permettent de réduire très fortement la quantité d'eau de gâchage (de 15 à 30 %) tout en maintenant la maniabilité. Ce sont en général des produits de synthèse organique, tels que les dérivés de mélamine ou de naphthalène, et depuis quelques années les polyacrylates et polycarboxylates.

### **2.2.2. Les adjuvants modifiant la prise et le durcissement:**

Ces adjuvants sont des produits chimiques, qui modifient les solubilités, les vitesses de dissolution et l'hydratation des divers constituants des ciments.

#### **2.2.2.1. Les accélérateurs de prise :**

Permettent de réduire les temps de prise, pour mettre le béton hors gel, et augmenter la rotation des coffrages. Ils modifient les solubilités des différents constituants du ciment et surtout leur vitesse de dissolution ce qui influe sur le temps de début et de fin de prise. Les constituants sont généralement des dérivés de la soude, de la potasse ou de l'ammoniaque (les adjuvants correspondant à la norme ne contiennent pas de chlore).

#### **2.2.2.2. Les retardateurs de prise :**

L'addition de *retardateurs de prise* engendre une augmentation du temps de début de prise, et une régulation du dégagement de chaleur due à l'hydratation du ciment. Ils sont à base de lignosulfate, d'hydrates de carbone ou d'oxydes de zinc ou de plomb.

### **2.2.2.3. Les accélérateurs de durcissement :**

Permettent d'accroître la vitesse de montée en résistance du béton.

### **2.2.3. Les adjuvants modifiant les propriétés physiques :**

#### **2.2.3.1. Les entraîneurs d'air :**

Ont pour objectif d'entraîner, à l'intérieur du béton, des microbulles d'air parfaitement réparties. Ce sont des agents tensioactifs améliorant la durabilité du béton et facilitant la mise en œuvre du béton, les résines naturelles de bois, les composés de type sulfate ou sulfonates, les détergents synthétiques, les acides gras organiques.

#### **2.2.3.2. Les hydrofuges de masse :**

Sont ajoutés pour réduire la perméabilité à l'absorption capillaire, et pour réduire l'apparition des efflorescences. Les hydrofuges sont généralement à base d'acides gras ou de leurs dérivés (stéarates de calcium ...).

#### **2.2.3.3. Les rétenteurs d'eau :**

Ont pour fonction de réguler l'absorption de l'eau par un support et d'augmenter ainsi, l'homogénéité et la stabilité du mélange. Grâce à ces agents, le ressuage est diminué d'environ 50 %, et la rhéologie du matériau frais est améliorée. Par contre, ils diminuent, d'environ 20 %, les résistances à 28 jours par rapport à un béton témoin. Ce sont des agents colloïdaux ou des dérivés celluloses, utilisés pour l'exécution de mélanges retardés ou de mélanges à couler sous l'eau sans délavage.

### **III. Les nanoparticules métalliques dans les matériaux de construction :**

Le but des nano-additions dans les matériaux de construction est d'utiliser moins de ciment tout en obtenant des matériaux aux propriétés similaires afin d'avoir un impact écologique plus faible. Le second but est de concevoir des matériaux « intelligents ». C'est à dire que sous certaines conditions ils vont réagir ce qui permettra un contrôle, un auto-nettoyage ou le déclenchement d'une cicatrisation.

A cause de leur surface spécifique particulièrement élevée, l'ajout d'une infime quantité de particules nanométriques à une formulation d'un matériau cimentaire peut entraîner des modifications significatives des propriétés du produit (rhéologie, prise, retrait, fissuration, propriétés mécaniques...).

L'intérêt accordé aux nanoparticules revient à leurs propriétés physiques, chimiques spécifiques qui leur a accordé des intérêts d'application technologique. Pour cette raison, des travaux se sont illustrés par un intérêt particulier à l'adjonction de nanoparticules aux mortiers d'une manière particulière. Les particules SiO<sub>2</sub> ont été étudiées par plusieurs chercheurs. Tao et coll [9] ont développé la perméabilité de l'eau et la

microstructure de la concrète enrichie en NP SiO<sub>2</sub> et ont rapporté que leur présence peut améliorer la résistance à l'infiltration de l'eau dans la concrète. Leur étude a montré que la concrète contenant des NP SiO<sub>2</sub> était plus compacte et que ces particules influençait la structure de la concrète. Plusieurs études ont démontré une activité pouzzolanique des NP SiO<sub>2</sub> mieux que la fumée de silice et noté leur influence positive sur les propriétés mécaniques mortiers [10].

D'autres auteurs ont affirmé que le taux de cristallisation dans le ciment hydraté augmentait avec la quantité de nanomatériaux introduite [11].

Pour leur part, Li et coll [12] ont rapporté que les mortiers contenant des NP ferriques de type FeO<sub>3</sub> jouissaient de plus amples résistances à la compression et à la flexion.

Fernandez Olmo et coll [13]. Ont démontré que les NP ZnO ont un grand impact sur les temps de prise en jouant un rôle de ratardateur tout en réduisant les valeurs des modules de résistance à la compression au jeune âge. Des résultats similaires sont enregistrés par Tashiro et coll [14] en confirmant la formation de très petites quantités d'hydrates même après 28 jours de durcissement.

En revanche, Nazari et coll [15] ont confirmé, avec les NP ZnO<sub>2</sub> à raison de 4% en poids du ciment, une accélération de la formation du gel C-S-H par l'augmentation de formation du Ca(OH)<sub>2</sub> au jeune âge.

## Chapitre 2 : Matériaux, Méthodes et études expérimentales

Ce chapitre présente les matériaux et les méthodes employés pour l'étude des pâtes de ciment et des mortiers adjuvantes. Des tests physico-chimiques et physico-mécaniques ont été réalisés sur ces formulations cimentaires et sont également décrites.

## I. Matériaux utilisés :

Le comportement physico-chimique des pâtes et mortiers de ciment ont été étudiés sur des mélanges composés de différents matériaux. La préparation de ces mélanges a suivi des prescriptions précises en ce qui concerne la formulation et le malaxage.

### 1. Etude de poudre de ciment :

La poudre modèle choisie pour cette étude est un ciment de type CEM II 42.5A de S.C.MI Group. Cela correspond à un ciment Portland avec ajout, de résistance minimale à 28 jours de 42.5 MPa et de résistance à 2 jours normale.

Une analyse chimique par diffraction des rayons X de ce ciment a été effectuée. Les résultats obtenus pour ce ciment sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau 05:** Composition chimique et minéralogiques du ciment utilisé

Elément	Pourcentage (%)
SiO <sub>2</sub>	20.28
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.94
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.01
CaO	58.51
MgO	1.34
SO <sub>3</sub>	2.67
K <sub>2</sub> O	0.72
Na <sub>2</sub> O	0.15
Cl <sup>-</sup>	0.00
C <sub>3</sub> S	41.50
C <sub>2</sub> S	25.42
C <sub>3</sub> A	7.91
C <sub>4</sub> AF	9.18

La composition en phases anhydres peut être calculée à partir des quatre formules de BOGUE [16] :

- $C_3S = 4.0710 C - 7.6024 S - 6.7187 A - 1.4297 F$
- $C_2S = -3.0710 C + 8.6024 S + 5.0683 A + 1.0785 F$
- $C_3A = 2.6504 A - 1.6920 F$
- $C_4AF = 3.0432 F$

**Tableau 06:** Composition en phases du ciment gris anhydre calculée par les formules de Bogue.

Phases	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
Teneur corrigée (%)	46.52	23.05	8.00	9.16

D'autres caractéristiques chimiques ont été aussi étudiées : La paf du ciment est donc de 6.16%, la surface spécifique mesurée en Blaine est de 4590 cm<sup>2</sup>/g, la chaux libre CaO<sup>L</sup> est de 1.90% et le refus à 45µm et 90µm sont de 16.5 et 2.8%.

## 2. Description du sable normalisé :

Pour la préparation des mortiers, on doit employer des sables normalisés, produits dans différent pays. Le sable normalisé CEN (Comité Européen de Normalisation) doit être conforme aux exigences de la norme EN 196-1 [17].

Le sable de référence CEN, dont un stock limité est conservé comme matériau de référence, est un sable naturel siliceux, à grains arrondis, d'une teneur en silice au moins égale à 98%. Sa composition granulométrique se situe dans les limites indiquées dans le tableau 7 :

**Tableau 07 :** Composition granulométrique du sable de référence CEN [17].

Dimensions des mailles carrées (mm)	Refus cumulés sur les tamis (%)
2.00	0
1.60	7 ± 5
1.00	33 ± 5
0.50	67 ± 5
0.16	87 ± 5
0.08	99 ± 1

## 3. L'eau de gâchage :

L'eau est un des ingrédients essentiels de la pâte de ciment. 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 de la résistance mécanique.

L'eau de gâchage doit avoir les propriétés de l'eau potable selon la norme Algérienne NA 815 [18]. Il est exclu d'employer de l'eau de mer qui contient du chlorure de sodium car les sels dissous dans l'eau peuvent intervenir dans la rhéologie du mortier, la prise de la pâte de ciment et la durabilité du matériau durci.

#### 4. Les adjuvants :

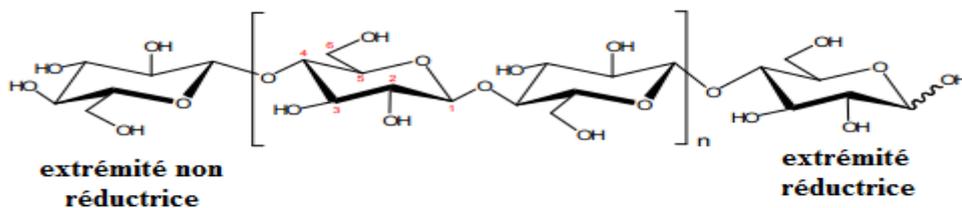
Deux familles d'adjuvants ont été utilisées dans cette étude, Les polysaccharides et des particules métalliques d'oxyde de cuivre. Le but de les associer dans les formulations étant d'industrielles de manière à tirer parti de leurs propriétés caractéristiques individuelles et de leurs mélanges respectifs.

Le choix de ces composés amphiphiles a été basé sur la disponibilité des produits sur le marché. Pour cela, on a choisi comme adjuvants des dérivés de cellulose.

##### 4.1. Les polymères hydrosolubles étudiés :

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant et le plus étudié, et elle est utilisée pour un grand nombre d'applications. En 1834, en étudiant la composition chimique du bois, Anselme Payen isole une substance extraite des parois cellulaires végétales, qui peut se décomposer en unités de glucose. Baptisée cellulose, elle est aujourd'hui connue comme principale composante des parois cellulaires de la plupart des plantes. Elle joue également un rôle important dans la fabrication de nombreux produits à base de fibres, tels que le papier, les textiles, les produits pharmaceutiques et les explosifs.

La formule brute de la cellulose est  $(C_6H_{10}O_5)_n$  où  $n$  est compris entre 200 et 14 000. C'est un homopolymère linéaire constitué d'unités D-anhydroglucopyranose (une forme cyclique du glucose) liées entre elles par des liaisons glycosidiques  $\beta$ -(1→4) (Figure2) :



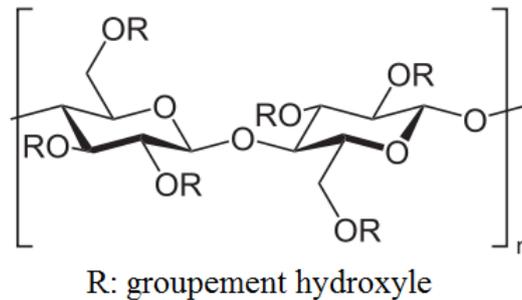
**Figure 2:** Structure de la cellulose.

Les groupements hydroxyles de la cellulose peuvent réagir partiellement ou totalement avec différents réactifs chimiques pour donner des dérivés cellulosiques aux propriétés propres. Les principales familles de dérivés de la cellulose sont les :

- Esters de cellulose comme par exemple l'acétate de cellulose.
- Ethers de cellulose.
- 

Les éthers de cellulose (EC) sont des polysaccharides couramment utilisés comme adjuvant dans les enduits hydrauliques pour leurs propriétés de rétenteur d'eau et d'homogénéisation du mortier.

Les éthers cellulosiques sont des polymères solubles dans l'eau. En effet, la cellulose n'étant pas soluble dans l'eau, la substitution des groupements hydroxyles sur la chaîne de cellulose (Figure 3) modifie cette propriété. Cette solubilité dépend de la longueur de la chaîne, de la nature, du nombre et de la répartition de ces groupements. Pour cela on a utilisé des dérivés cellulosiques classés dans le tableau ci-dessous :



**Figure 3** : motif répété des différents dérivés cellulose [21].

**Tableau 08** : classification des dérivés de cellulose.

Dérivés cellulose	Dénomination	Groupement hydroxyle R
HEC	Hydroxyéthyle cellulose	-CH <sub>2</sub> OH
MC	Méthyle cellulose	-CH <sub>3</sub>
HPC	Hydroxypropyle cellulose	-CH <sub>2</sub> CHOHCH <sub>3</sub>
HEMC	Hydroxyéthyle méthyle cellulose	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH
HPMC	Hydroxypropyle méthyle cellulose	-CH <sub>2</sub> CHOHCH <sub>3</sub>
CMC	Carboxyméthyle cellulose	-CH <sub>2</sub> OCO <sub>2</sub> <sup>-</sup>
AC	Acétate de cellulose	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>

## II. Méthodes d'essais:

### 3. Préparation des solutions adjuvantes :

Notre travail, consacré à l'étude d'effet de composés amphiphile sur le comportement de mortier, est basé sur l'utilisation des solutions aqueuses adjuvantes dans la formulation de ce dernier :

**Tableau 09** : solutions adjuvantes

Dosage en masse par rapport à l'eau (%)	0.1	0.5	1
Dosage en masse par rapport au ciment (%)	0.05	0.25	0.5
Quantité d'adjuvants cellulose pour m <sub>eau</sub> =225 (g)	0.225	1.125	2.25
Quantité d'adjuvants CuO pour m <sub>eau</sub> =225 (g)	0.225	1.125	2.25

#### 4. Essais physico-mécaniques :

##### 2.3. Principe :

Les tests consistent à déterminer la résistance à la compression et, facultativement, la résistance à la flexion d'éprouvettes de forme prismatique et de dimensions 40 mm × 40 mm × 160 mm (Figure 4).



**Figure 4 :** Moule prismatique 4x4x16 cm.

Ces éprouvettes sont moulées à partir d'une gâchée de mortier plastique contenant une partie en masse de ciment, trois parties en masse de sable normalisé CEN et une demi-partie d'eau (rapport (E/C) : eau/ciment de 0,6).

Dans la procédure de référence, le mortier est préparé par malaxage mécanique et serré dans un moule au moyen d'un appareil à chocs. Les éprouvettes sont conservées dans leur moule en atmosphère humide pendant 24 h et, après démoulage, elles sont conservées sous l'eau jusqu'au moment des essais de résistance.



**Figure 5 :** malaxeur normalisé.



**Figure 6 :** table à choc.

À l'âge requis -28 jours- les éprouvettes sont retirées de leur milieu de conservation humide, elles sont cassées en flexion, avec détermination de la résistance en flexion lorsqu'elle est exigée ou simplement cassée par d'autres moyens convenables qui ne soumettent pas les demi-prismes à des contraintes préjudiciables, puis chaque demi-prismes est soumis à l'essai de résistance à la compression.<sup>2</sup>



**Figure 7 :** presse pour les essais de flexion et de compression sur éprouvettes 4×4×16 cm



**Figure 7.1 :** presse de flexion



**Figure 7.2 :** presse pour compression

## 2.4. Formulation et préparation du mortier modèle :

La composition de cette formulation ainsi que les proportions utilisées expérimentalement pour les gâchées sont rappelées dans le tableau suivant :

**Tableau 10:** Formulation du mortier

Composant	ciment	sable	eau	Adjuvants		
Quantité (g)	450	1350	270	0.225	1.125	2.25
%massique du mélange sec	22.2	66.6	11.1	0.0125	0.0625	0.125

Les solutions adjuvantes déjà préparées sont ajoutées au mélange sec lors de malaxage sans changer le mode opératoire :

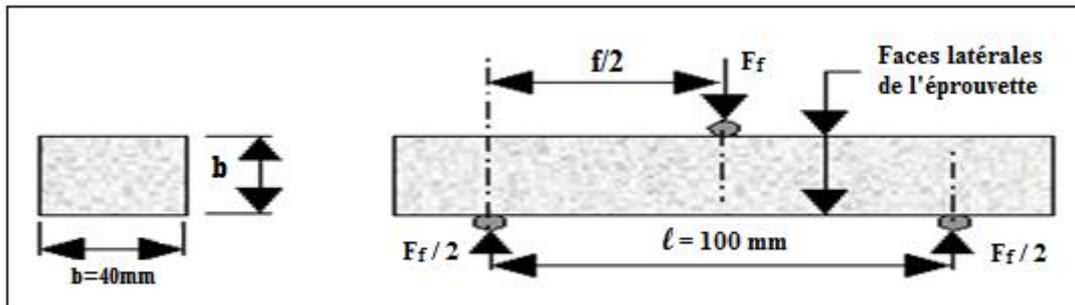
- Le laboratoire dans lequel a lieu la préparation des éprouvettes doit être maintenu à une température de  $(20 \pm 2)$  °C et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 %.
- Introduire l'eau ou la solution d'adjuvant et le ciment dans le bol, en prenant soin d'éviter toute perte d'eau ou de ciment.
- Dès que l'eau (solution adjuvante) et le ciment entre en contact, mettre immédiatement le malaxeur en marche à petite vitesse, tout en lançant le chronométrage des étapes du malaxage. Après 30s de malaxage, introduire régulièrement tout le sable pendant les 30s suivantes. Passer le malaxeur sur grande vitesse et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires.
- Arrêter le malaxeur pendant 90s. Pendant les premières 30s, enlever tout le mortier adhérent aux parois et au fond du bol et le placer au milieu du bol.
- Reprendre le malaxage à grande vitesse pendant 60s.
- Mouler les éprouvettes immédiatement après la préparation du mortier.
- Placer, sans délai, chaque moule couvert sur un support horizontal dans la chambre humide maintenue à une température de  $(20 \pm 1)$  °C et une humidité relative supérieure ou égale à 90 %.
- Effectuer le démoulage entre 20h et 24h après le moulage.
- Immerger, sans délai, les éprouvettes marquées de manière convenable dans les bacs contenant de l'eau à  $(20,0 \pm 1,0)$  °C.
- Retirer de l'eau les éprouvettes destinées à être essayées à un âge particulier 2, 7 ou 28 jours.

## 2.4. Essais des éprouvettes :

### 2.4.1. Résistance à la flexion :

On procéda aux essais de la résistance à la flexion par

- Placer le prisme dans le dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui. (Voir Figure 8).
- Appliquer la charge verticalement et faire augmenter uniformément la charge jusqu'à rupture. Conserver les deux demis prismes.



**Figure 8** : Eprouvette et les efforts qui lui sont appliqués [22].

- La rupture de chaque éprouvette en flexion est effectuée conformément au dispositif décrit sur la figure ci-dessus
- Si  $F_f$  est la charge de rupture de l'éprouvette en flexion, le moment de rupture vaut  $F_f l/4$  et la contrainte de traction correspondante sur la face inférieure de l'éprouvette est:

$$R_f = \frac{1,5.F_f.l}{b^3}$$

$b$  : est le cote de la section carrée du prisme en (mm)

$F_f$  : est la charge appliquée au milieu du prisme à la rupture (Newton)

$l$  : est la distance entre les appuis en (mm).

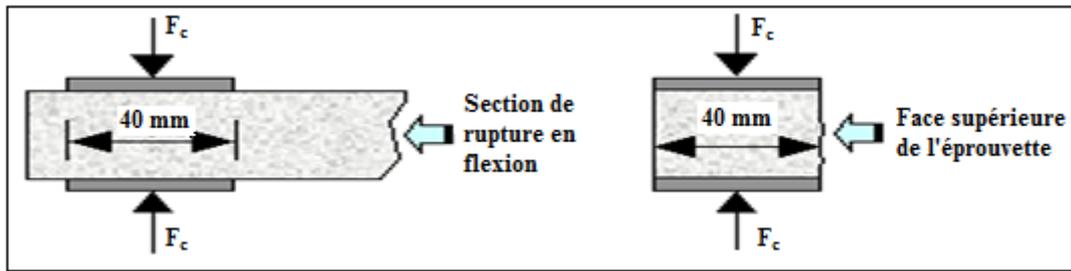
- Cette contrainte est appelée la résistance à la flexion. Compte tenu des dimensions  $b$  et  $l$  Si  $F_f$  est exprimée en newtons (N), cette résistance exprimée en méga pascals (MPa) vaut :

$$R_f \text{ (MPa)} = 0.234 F_f \text{ (N)} \quad (\text{N/mm}^2)$$

### 2.4.2. Résistance à la compression:

Les mesures de la résistance à la compression sont assurées par:

- Placer le demi-prisme en compression sur les faces latérales de moulage.
- Centrer chaque demi-prisme dans le compartiment d'essai. (Voir Figure 9).



**Figure 9:** Efforts appliqués sur une éprouvette pour le Flexion et la compression [22].

- Appliquer la charge verticalement et faire augmenter uniformément la charge jusqu'à rupture.

$$\sigma = \frac{F}{S}$$

- F: charge appliqué en KN.
- S: surface du demi-prisme  $\text{cm}^2$ .
- $\sigma$  : Contrainte appliqué MPa.
- Si  $F_C$  est la charge de rupture, la contrainte de rupture vaudra :

$$R_c = \frac{F_c}{b^2}$$

Cette contrainte est appelée résistance à la compression et, si  $F_C$  est exprimée en newton, cette résistance exprimée en méga pascals vaut :

$$R_c \text{ (MPa)} = \frac{F_c \text{ (N)}}{1600} \quad (\text{N/mm}^2)$$

- $F_c$  est la charge appliquée au milieu du prisme à la rupture (Newton)
- 1600 = 40mmx40mm la section des plateaux ou des plaques auxiliaires en ( $\text{mm}^2$ ).

#### 4. Essais de temps de prises :

##### 4.1. Principe :

La pâte de ciment de consistance normalisée a une résistance spécifiée à la pénétration d'une sonde normalisée. L'eau nécessaire pour obtenir une telle pâte est déterminée par des essais de pénétration sur des pâtes contenant différentes quantité d'eau.

Le temps de prise est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment de consistance normalisée, jusqu'au moment où elle atteint une valeur spécifiée.



#### 4.2.2. Préparation de la pâte normale :

##### a. Malaxage de la pâte de ciment :

- Peser 500g  $\pm$  1g près.
- Prendre un volume de solution adjuvantée, par exemple 132 ml a l'aide de l'éprouvette, l'introduire dans la cuve du malaxeur.
- Ajouter soigneusement le ciment à l'eau pour éviter toute perte d'eau ou de ciment.
- La durée de cette opération  $5 \leq \text{temps} \leq 10$  secondes. Noter la fin de cette opération comme le temps zéro.
- Mettre le malaxeur en marche immédiatement et le faire tourner a vitesse lente pendant 90 s.
- Au bout de ces 90 s, arrêter le malaxeur pendant 30 s pendant les quelles toute la pâte adhérant a la cuve au de la zone de malaxage doit être grattée et remise dans la gâchée.
- Remettre alors la machine en route à vitesse lente une nouvelle durée de 90 secondes. Le temps total de fonctionnement est de 3 minutes.
- Introduire immédiatement la pâte dans le moule, préalablement placé sur une plaque de verre plane, légèrement graissée et le remplir sans tassements ni vibrations excessif.
- Enlever l'excès de pâte par un mouvement de va et vient effectue avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte lisse.

##### b. Essai de pénétration :

- Régler l'appareil de Vicat au préalable muni de la sonde.
- Placer le moule et la plaque de base sur l'axe de la sonde de l'appareil de Vicat, abaisser la sonde avec précaution jusqu'au contact de la surface supérieure de la pâte, observer une pause de 1 à 2 secondes. (Dans le but de donner une vitesse initiale aux parties mobiles de l'appareil).
- Libérer alors les parties mobiles de la sonde (la sonde doit pénétrer verticalement au centre de la pâte) La libération de la sonde doit avoir lieu 4 minutes après l'instant zéro.
- Effectuer la lecture de l'échelle a la fin de pénétration ou 30 secondes après la libération.
- La lecture doit être acceptée si elle est de  $6 \pm 2$  mm du bord inférieur de la surface de la pâte.
- Reprendre les essais avec d'autres quantités d'eau, si ces valeurs ne sont pas réalisées.

#### 4.2.3. La demande en eau :

Soit V (ml) le volume d'eau (solution adjuvantée) utilisé avec 500g de ciment pour obtenir la pâte de consistance normalisée ( $6 \pm 1$  mm), le pourcentage d'eau est calculé par la formule suivante :

$$\% \text{ H}_2\text{O} = 0,2 * V$$

### 4.3. Début et fin de prise :

Placer le moule rempli de pâte normale dans le Vicat automatique (voir figure 12), ajouter de l'eau à température ( $20 \pm 1.0$ ) °C de manière que la surface de la pâte soit recouverte de 5mm d'eau au minimum.

Le Vicat automatique menée d'une aiguille en acier sert pour déterminer à la fois le temps de début et le temps de fin de prise, et doit avoir la forme d'un cylindre droit d'une longueur effective de ( $50 \pm 1$ ) mm et d'un diamètre de ( $1,13 \pm 0,05$ ) mm



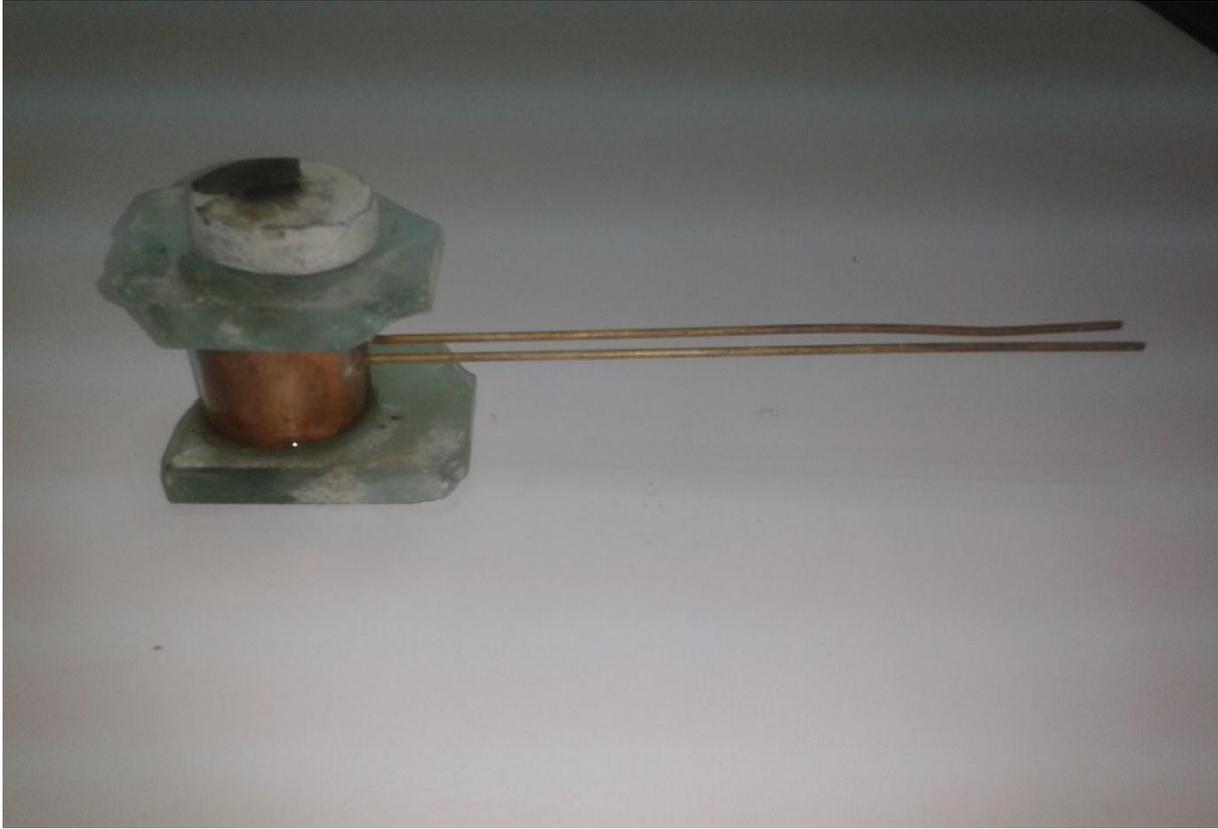
**Figure 12:** Appareil de Vicat automatique.

L'appareil de Vicat manuelle fait des piques chaque 5min automatiquement, le premier qui touche au fond du moule est indiqué comme le temps ( $t = 0$ ) et le dernier pique à la surface de la pâte normalisée ( $h = 40\text{mm}$ ) désigne le temps de fin de prise.

## 5. Gonflement

Préparer une pâte de consistance normale. Placer le moule légèrement huilé sur la plaque inférieure légèrement huilée et remplir immédiatement sans tassement ni vibration excessifs, manuellement ou à l'aide d'un outil à bord droit, si on le désire, pour araser la surface supérieure. Pendant le remplissage, il faut éviter l'ouverture accidentelle de la fente du moule soit au moyen d'une ligature ou encore d'un bracelet en caoutchouc convenable.

Aussitôt après placer le moule, reposant sur une plaque de verre et recouvert par l'autre plaque de verre également légèrement huilée et si nécessaire munie d'un poids supplémentaire, dans l'armoire humide et l'y maintenir pendant  $24^+ 0.5\text{h}$  à  $20^+ 2\text{c}^\circ$  et à au moins 98 % d'humidité relative .



**Figure 13 :** Appareillage pour la détermination de la stabilité du ciment

Si le ciment frais ne réussit pas à satisfaire aux prescriptions de stabilité normale, il peut être essayé à nouveau après stockage. A cette fin, le ciment est étalé en une couche de 7 cm d'épaisseur et conservé pendant 7 jour dans une atmosphère maintenue à  $20 \pm 2$  °C et à au moins 65 % d'humidité relative.

Disposition des 2 boucles soudées sur la moitié supérieur du moule de chaque coté de la fente centrale, facilitant le démoulage de l'échantillon de pâte de ciment durcie après essai.

## Chapitre 3: Résultats et Discussion

L'objectif de cette partie expérimentale de notre travail est la caractérisation des mortiers et des pâtes de ciment adjuvantes par des polymères amphiphiles esselés puis par leurs mélanges correspondants et enfin par des combinaisons PS/CuO.

Tous les essais normalisés ont été réalisés dans le cadre de normes Algériennes et les essais sont effectués après l'incorporation des adjuvants organiques avec des dosages préétablis ; les concentrations en matières actives imposées aux mortiers obéiront aux fractions : Eau/Ciment= 0,6 et Adjuvant/Ciment=0,2.

Les tests physico-chimiques seront présentés dans l'ordre suivant :

D'abord effectué sur des coulis à travers la détermination de :

- La consistance normale (ou demande d'eau).
- La durée du début et fin de prise (ou durcissement).
- La stabilité (ou expansion).

Ensuite, sur des mortiers à travers :

- L'essai de résistance des éprouvettes à la flexion et la compression à l'âge au bout de 2, 7 et 28 jours des éprouvettes.
- L'essai de l'étalement.
- L'évaluation de la porosité.

Nous présenterons d'abord les caractéristiques des dérivés celluloses CMC, HPC et AC comparées à celles du témoin. Ensuite celles des mélanges CMC/HPC ; HPC/AC et CMC/AC (limités aux compositions massiques (50:50) comparées à celles de PS esselés. Enfin une vision comparative des performances des mortiers enrichis en nanoparticules CuO à 0,5% avec ceux des mixtures CuO/PS est développée.

#### **4. L'effet de dérivés celluloses PS**

##### **4.1 La consistance**

La consistance est un essai qui consiste à déterminer la quantité optimale d'eau de gâchage pour obtenir un bon mortier.

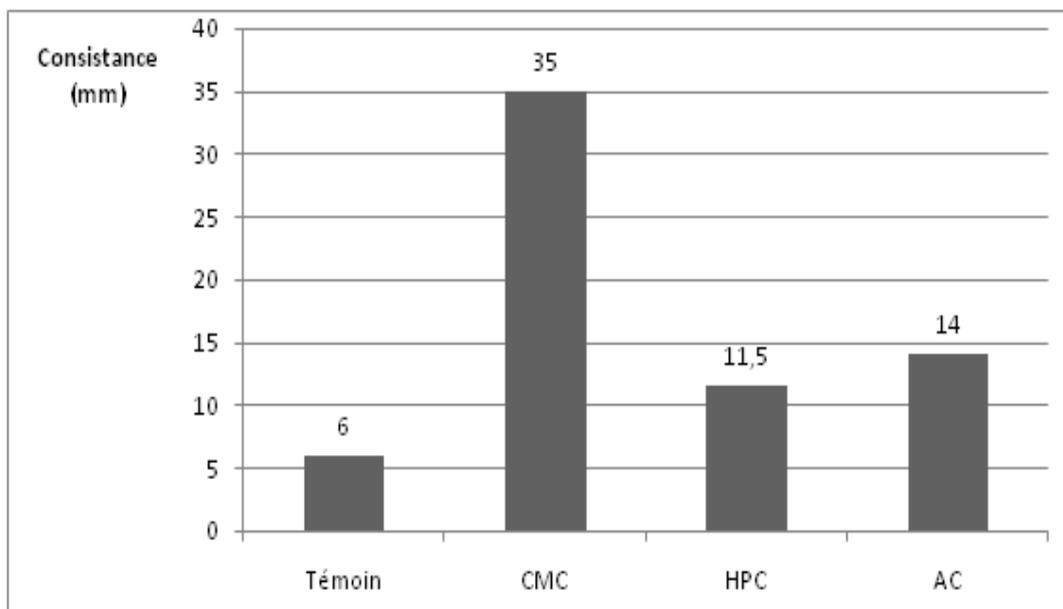
Selon la norme NA 442, la pâte sera à consistance normale si  $d = 6 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$  :

- si  $d > 7 \text{ mm}$  : il n'y a pas assez d'eau,
- si  $d < 5 \text{ mm}$  : il y a trop d'eau.

Dans les deux cas, il faut jeter la pâte, nettoyer et sécher le matériel et recommencer avec une nouvelle pesée basée sur de nouvelles compositions. Toutefois, nous adoptons une stratégie basée sur la conservation de ces

compositions afin de situer l'effet d'écart que peut provoquer l'ajout d'un additif par rapport au témoin qui obéit à la norme établie.

Par rapport à l'échantillon témoin, les trois dérivés cellulosiques se sont révélés de meilleurs rétenteurs d'eau. En effet, le polyélectrolyte recommande la quantité la plus élevée d'eau demandée.

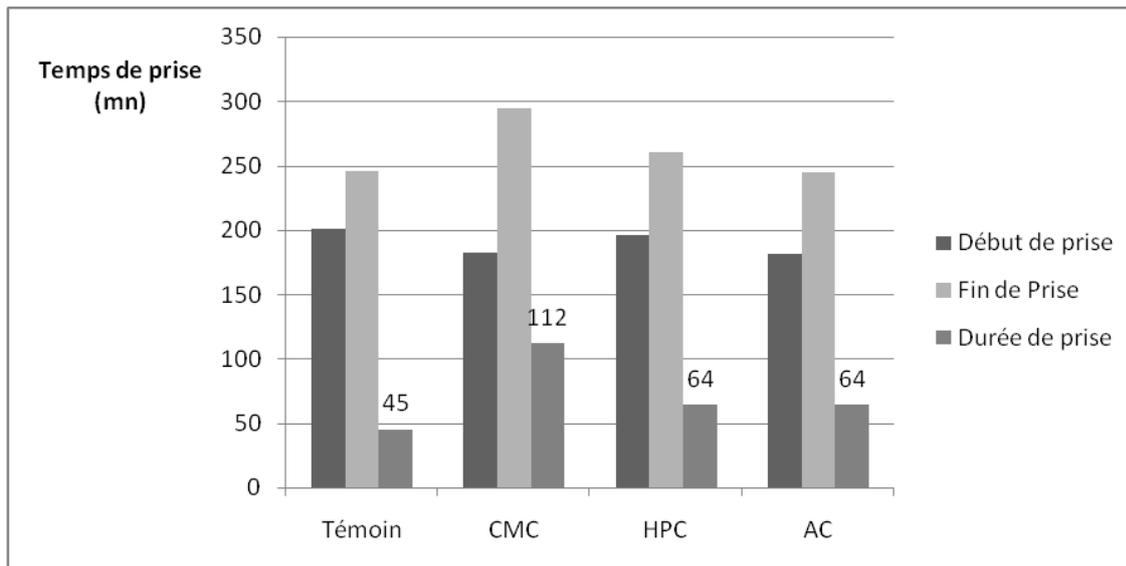


**Figure 14 :** Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté

D'un point de vue structure chimique, la présence des groupements carboxylates augmente considérablement la demande en eau de la pâte ciment. Toutefois, les groupements acétyles retiennent moins et à un degré moindre les hydroxypropyles malgré une hydrosolubilité meilleure que les précédents.

#### 4.2 Les durées de prise

Le but de cet essai est de déterminer le temps de la mise en œuvre du ciment. Afin d'étudier l'effet du superplastifiant, les courbes de temps de début et de fin de prise ont été tracées en fonction de la nature de l'adjuvant au rapport E/C déjà fixé. Les résultats sont présentés dans la figure 15.



**Figure 15** : Temps de prise des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté

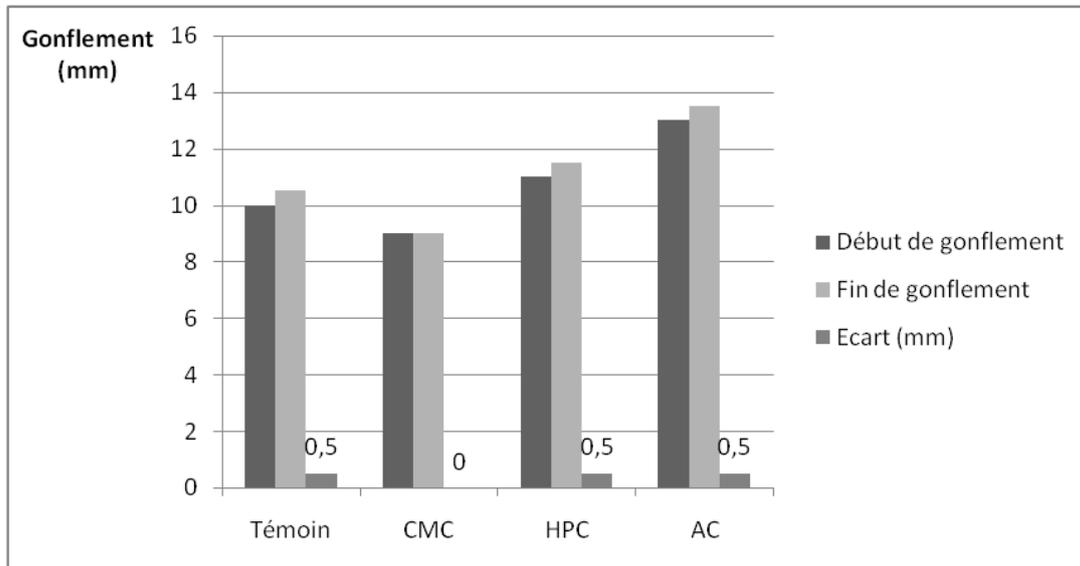
Ces résultats indiquent alors que les PS utilisés ont un double effet : d'une part ils augmentent considérablement les temps de la fin de prise plutôt que ceux de début de prise. D'autre part, les différences correspondant à la durée de prise, évaluées par la différence entre les temps de fin et de début de prise, sont toutes revues à la hausse suite à l'incorporation des PS.

Les dérivés de cellulose appliqués ont prouvé qu'ils sont bien des retardateurs de fin de prise par rapport au témoin. On remarque également que les durées de prise sont largement affectées par l'ajout de la CMC, où la durée de prise est multipliée par un facteur de 2,5. Alors que pour les l'éther et l'acétyle, elle est multipliée par un facteur de 1,4.

### 4.3 La stabilité

Le but de cet essai est de prévoir l'expansion du béton à long terme (des années) qui ne doit pas dépasser les 10 mm, car au delà de ceux-ci des micros fissurations pourraient se former pour fragiliser les mortiers. Il faut rappeler que cette expansion est causée par les pentlandites qui sont dues à la présence excessive de la chaux libre dans le ciment Figure 16.

L'essai de stabilité dît également : test d'expansion et qui exprimé en mm permet de dépister l'évolution de la chaux libre (CaO) du ciment et son aptitude à former des pentlandites. Les résultats sont présentés dans la figure 16.



**Figure 16** : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux CMC, HPC et AC en présence du coulis non adjuvanté.

Les résultats présentés dans la figure 16 montrent clairement l'efficacité du polyélectrolyte (CMC) et les effets néfastes sur le gonflement des HPC et AC.

Si le témoin montre une expansion de 0,5mm, celui adjuvanté par la CMC n'accuse aucune expansion. Toutefois, l'adjonction de l'HPC et de l'AC garde le même écart de gonflement mais avec des taux de gonflements à la fin permet de doubler le taux de gonflement.

La CMC semble convenir pour une meilleure stabilité de la pâte cimentaire. La présence des groupements carboxylates au sein des microstructures des dérivés cellulosiques a donné moins d'expansion que celle du témoin et que les groupements hydroxypropyles ou encore plus par les groupements hydrophobes de nature acétylée.

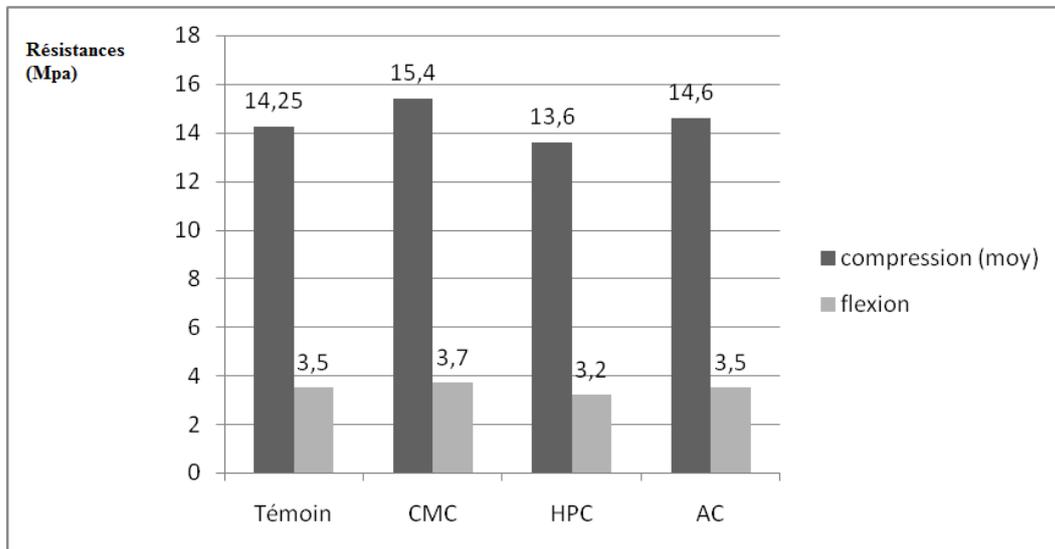
#### 4.4 Les résistances à la flexion et la compression

Après avoir examiné la pâte cimentaire, les tests qui vont suivre vont être réservés aux mortiers essentiellement à travers des tests de résistance à la flexion et à la compression.

Les tendances d'évolution des modules de résistance évoluent de la même manière après les 2 et 7 jours d'immersion dans l'eau. Dans la littérature, cette gamme de temps est classée en tant que jeune âge. Les résultats obtenus sont alors classés en deux familles : celle au jeune âge ensuite celle correspondant à 28 jours d'attente.

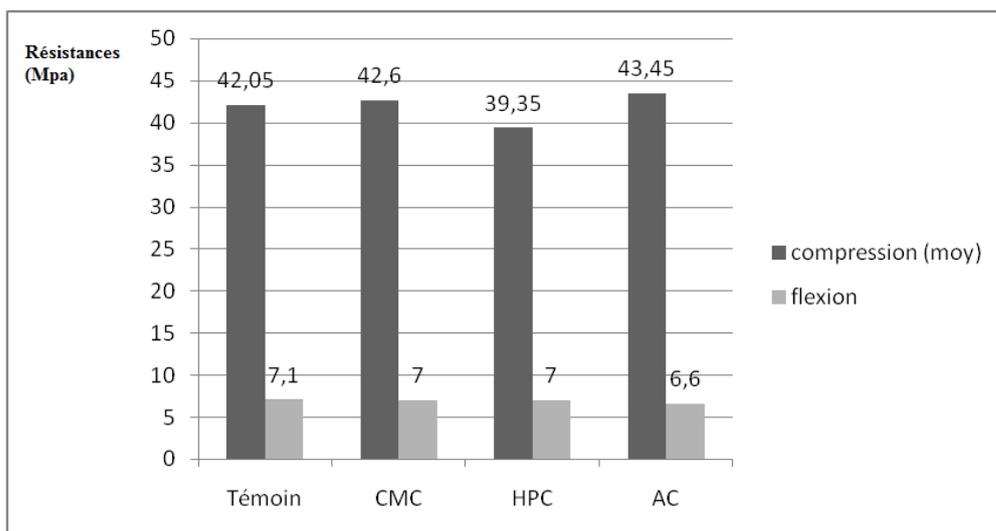
- **Au jeune âge**

Les essais de résistance à la compression et à la flexion des mortiers adjuvantés avec des teneurs en PS de 2%, puis conservés dans l'eau après 7 jours, sont présentés sur la figure 17.



**Figure 17** : Résistances à la compression et à la flexion des mortiers adjuvantés en PS après 7 jours.

Au jeune âge, la résistance à la compression de ces échantillons est comprise entre 13,6 et 15,4 MPa alors que celle à la flexion est comprise entre 3,2 et 3,7 Mpa. Un net avantage est noté avec la CMC au jeune âge.



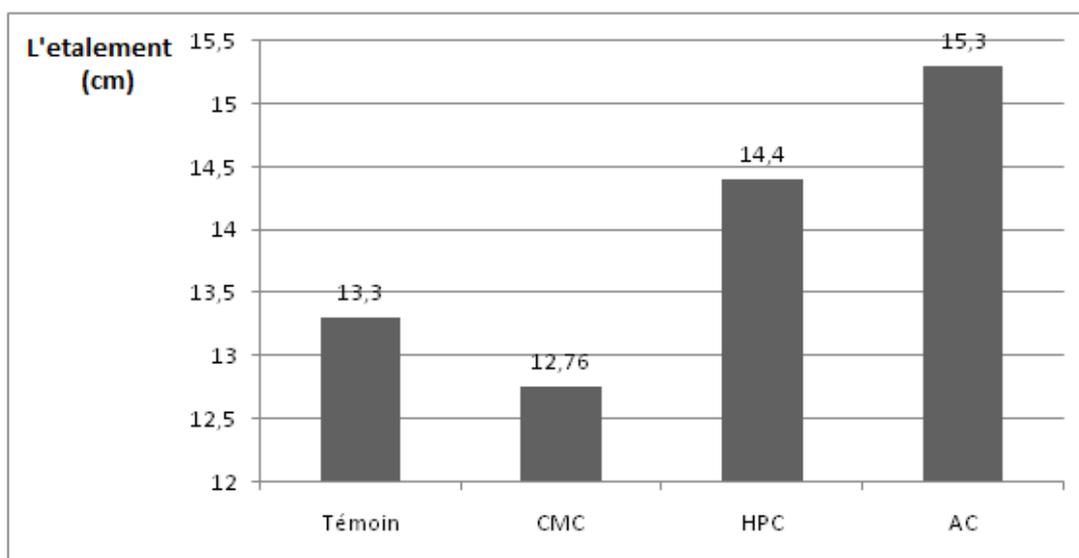
**Figure 18** : Résistances à la compression et à la flexion des mortiers adjuvantés en PS après 28 jours.

Cependant, après 28 jours, les résultats mettent en évidence que la tendance à l'amélioration des propriétés mécaniques se place du côté de l'AC à 43,4 MPa ; celle du témoin n'est qu'à 42 MPa. Ces évolutions traduisent une influence négative des PS de type polyélectrolyte sur la résistance mécanique avec l'évolution des réactions d'hydratation.

La littérature rapporte clairement le préjudice porté par l'adjonction des éthers cellulosiques aux mortiers qui sont utilisés exclusivement pour leur pouvoir de rétention d'eau. Toutefois, les résultats obtenus avec les PS choisis montre bien que les propriétés mécaniques peuvent bien être conservés mais avec un bon choix de l'adjuvant considéré.

#### 4.5 L'étalement

A défaut de rhéomètre, des essais d'étalement et d'écoulement pourraient être entrepris afin d'avoir une idée sur le comportement rhéologique des mortiers. A commencer par l'essai d'étalement (exprimé en cm) qui nous permet d'évaluer la fluidité ou la viscosité des mortiers notamment adjuvantés. Les résultats sont donnés dans la figure 19.



**Figure 19** : Dimensions des étalements des pâtes cimentaires adjuvantées aux PS comparées à celle du témoin.

La maniabilité des mortiers dépend de la nature du polysaccharide. Ainsi, l'AC apparaît comme étant l'adjuvant le plus influent en matière d'ouvrabilité de la pâte cimentaire. Pour sa part, la CMC se montre beaucoup moins influente. L'échantillon témoin présente une ouvrabilité plus grande que celle adjuvantée par le polyélectrolyte. Cette irrégularité mérite la valorisation des polysaccharides à hydrosolubilité tel que l'AC.

## 1.6 La porosité

La structuration de la pâte de ciment s'accompagne de la création d'un réseau poreux évolutif qui est généralement scindé en deux catégories. On parle tout d'abord de :

- porosité\_capillaire qui résulte des vides laissés par l'eau consommée par l'hydratation
- porosité\_des hydrates qui correspond essentiellement aux vides entre les feuillets de C-S-H.

Deux catégories importantes de pores apparaissent :

- **Pores du gel** : ils n'ont pas d'influence défavorable sur la résistance ou la perméabilité. En revanche, l'eau des petits pores du gel C-S-H ( $18 \cdot 10^{-10}$  m) retenue par les liaisons hydrogènes peut influencer les propriétés mécaniques.

- **Pores capillaires** : l'excès d'eau par rapport à l'eau combinée dans l'hydratation est à l'origine de ces pores. Ces derniers représentent les espaces non remplis par les hydrates solides de la pâte durcie. Le volume total de ces pores est la porosité ; c'est le volume occupé par l'eau évaporable.

Les pores de taille supérieure à 50 nm abaissent la résistance et nuisent à l'imperméabilité.

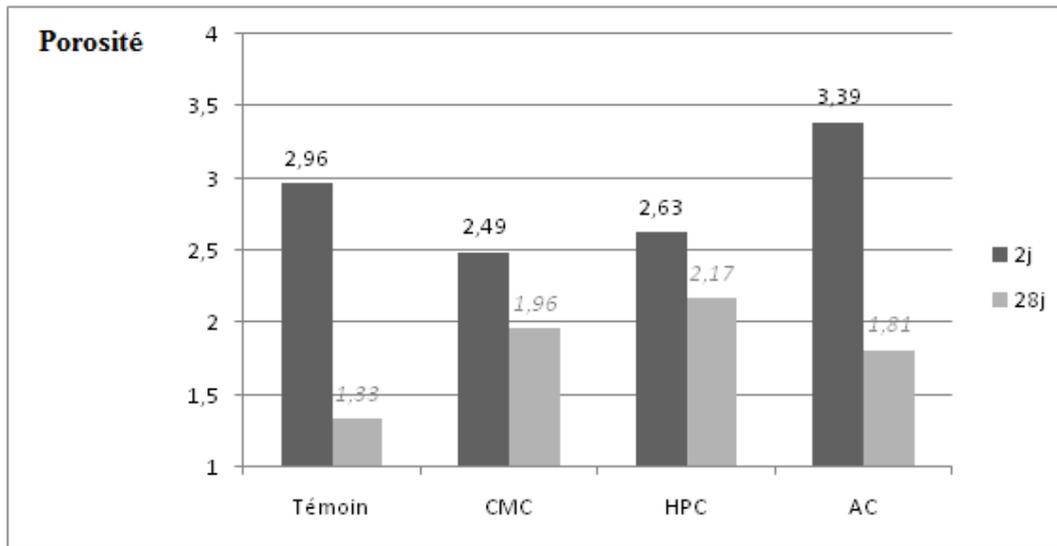
L'évaluation de la taille de ces pores est exprimée par l'expression suivante (Norme NA) :

$$\rho_{\text{eau}} = \frac{m_{\text{air}} - m_{\text{sec}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{eau}}} \cdot 100$$

Avec :

- $m_{\text{air}}$  : masse du mortier imbibé dans l'air
- $m_{\text{sec}}$  : masse du mortier sec
- $m_{\text{eau}}$  : masse du mortier dans l'eau

La figure 20 reprend les résultats de l'évaluation des tailles des pores propres aux mortiers après 2 et 28 jours d'immersion.



**Figure 20** : Porosités des mortiers (après 2 et 28 jours de cure) adjuvantés aux PS comparées à celle du témoin.

L'examen des valeurs des porosités, nous laisse supposer que l'AC est le PS le plus propice à multiplier la porosité du matériau au jeune âge. La tendance est inversée au bout de 28 jours ; le HPC remporte le dessus et fournit le mortier le plus poreux. Il reste à confirmer, par la cinétique des réactions d'hydratation, le mécanisme d'intervention des différents PS.

## 5. L'effet de nanoparticules CuO

L'ajout de nanoparticules aux matériaux de construction est une technologie qui a émergé ces dernières décennies afin de mettre sur le marché de nouveaux produits avec une meilleure durabilité, un meilleur transfert thermique, un effet inhibiteur de flammes, un bon effet d'absorption entre autres.

Parmi les nanoparticules les plus étudiées dans ce domaine figurent : les nanocarbone, le dioxyde de titane, l'oxyde de zinc, l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de zirconium.

Il existe plusieurs travaux ayant trait à l'incorporation des NP dans la pâte cimentaire. Li et coll ont rapporté que les mortiers enrichis en NP SiO<sub>2</sub> ou Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> présentaient de meilleures résistances à la flexion et à la compression [23].

Flores-Velez et coll pour leur part affirment que les NP ZnO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> causeraient un effet retardateur [24]

L'effet retardateur des couches amorphes Zn(OH)<sub>2</sub> l'élément Zn a été considéré comme étant la raison de retardement de l'hydratation de la phase C<sub>3</sub>S [25].

Une nouvelle tendance s'intéresse au NP CuO car moins chères. Nazari et coll ont montré que les mortiers enrichis à 3% de CuO montraient des résistances à la compression et à la flexion plus intéressantes. Ceci a

été attribué à plus de formation d'hydrates en présence des NP CuO. En tant que rétenteur d'eau, les NP CuO sont considérées comme étant la principale raison de l'imperméabilité de l'eau dans les mortiers. Par ailleurs, la porosité des matériaux est améliorée par l'incorporation des NP CuO en raison de la formation de méso- et macropores [26].

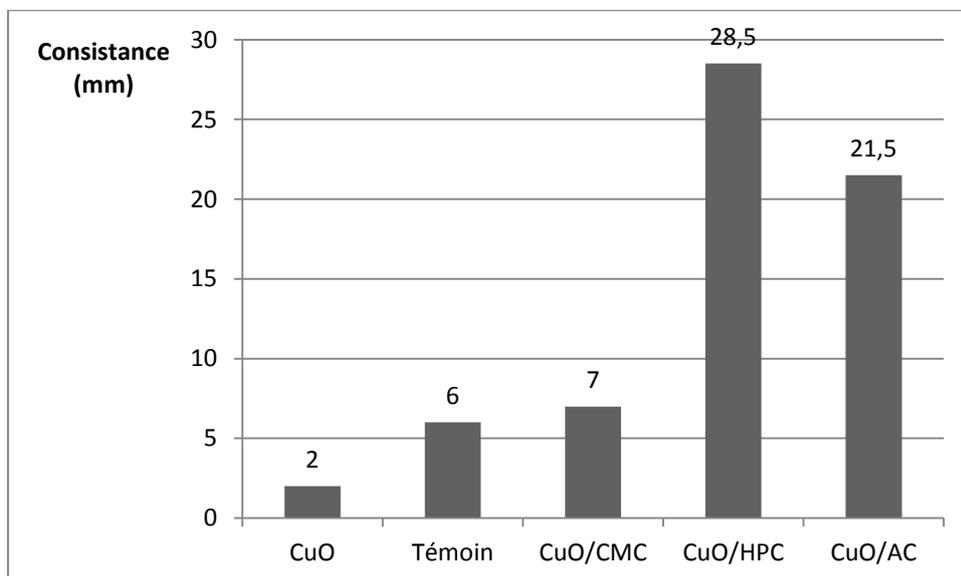
Dans la dernière partie de ce travail, il est question de vérifier l'effet de nanoparticules d'oxyde de cuivre sur les différentes propriétés chemo-mécaniques des mortiers et pâtes cimentaires.

Pour ce faire, la concentration en CuO a été fixée à 0,5% en masse du ciment. Les rapports E/C sont conservés selon le protocole suivi dans la première et deuxième partie.

## 6. L'effet de mélanges CuO/PS

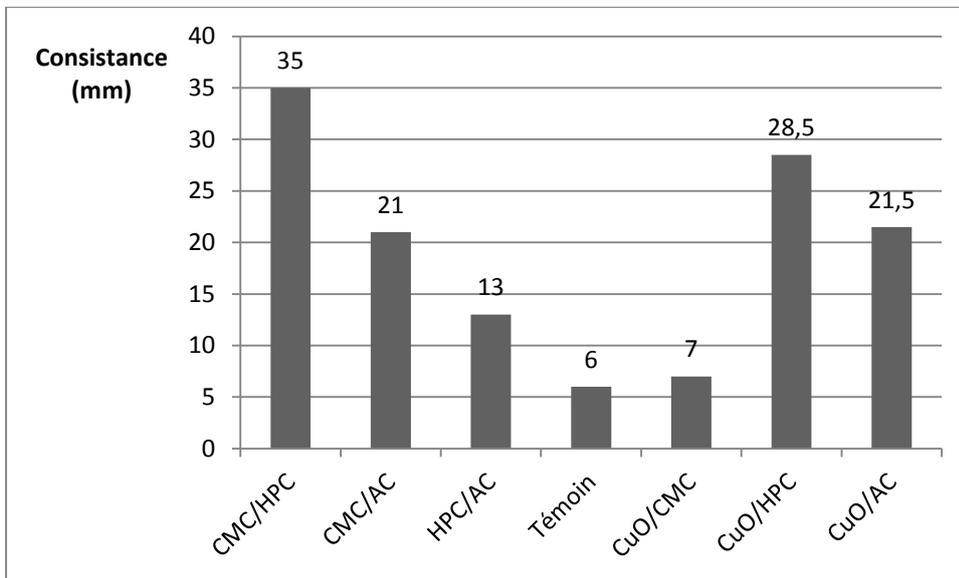
### 3.1 La consistance

Les essais de consistance montrent bien que les NP CuO empêchent l'eau de s'infiltrer dans la pâte cimentaire. La figure...met en exergue la bonne influence de la CMC en compagnie du CuO afin de normaliser la consistance. Celle-ci, décolle de 2 mm (en présence du CuO) à 7 mm (en présence du mélange CuO/CMC).



**Figure 21** : Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux CuO et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté.

Pour leur part, les autres mélanges CuO/PS, à savoir CuO/HPC et CuO/AC restent en deçà de nos espérances avec des consistances en extrême limite de la déviation de la norme établie.

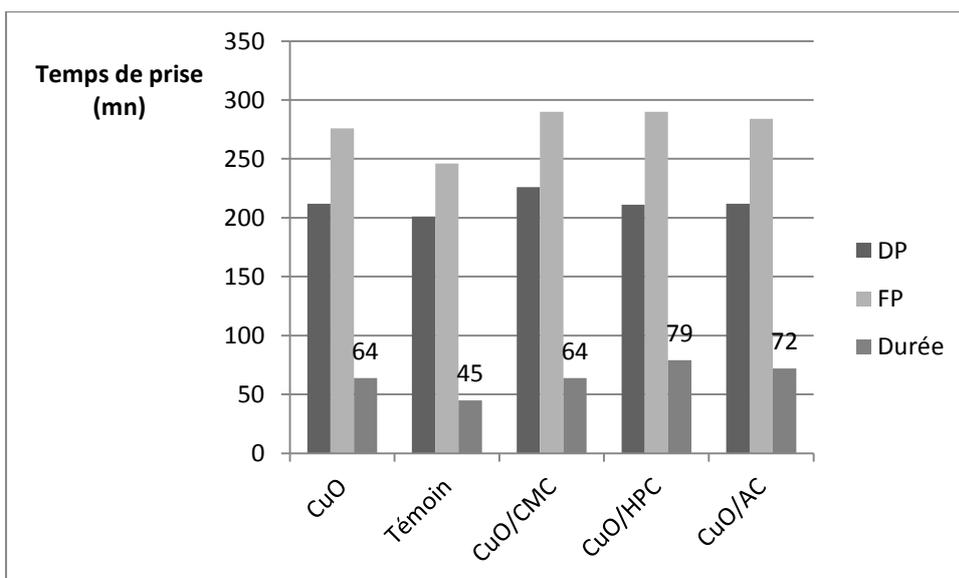


**Figure 22:** Consistances normales des pâtes cimentaires adjuvantées aux mélanges CuO/CuO et aux mélanges PS et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté.

Une dernière vision comparative des consistances expose en juxtaposition les effets des mélanges PS en face des mélanges CuO/PS (figure 21). Il ressort de ces résultats que l'AC pourrait faire des mélanges HPC/AC et CMC/AC de bonnes combinaisons à consistance normalisée. Cet objectif qui peut être également atteint par des adjonctions de CuO à la CMC (figure 22).

### 3.2. Les temps de prise

Afin d'étudier l'effet des NP CuO, les courbes de temps de début et de fin de prise ont été tracées en présence de ceux du témoin ainsi que ceux des mélanges CuO/SP. Les résultats sont présentés à la figure 23.

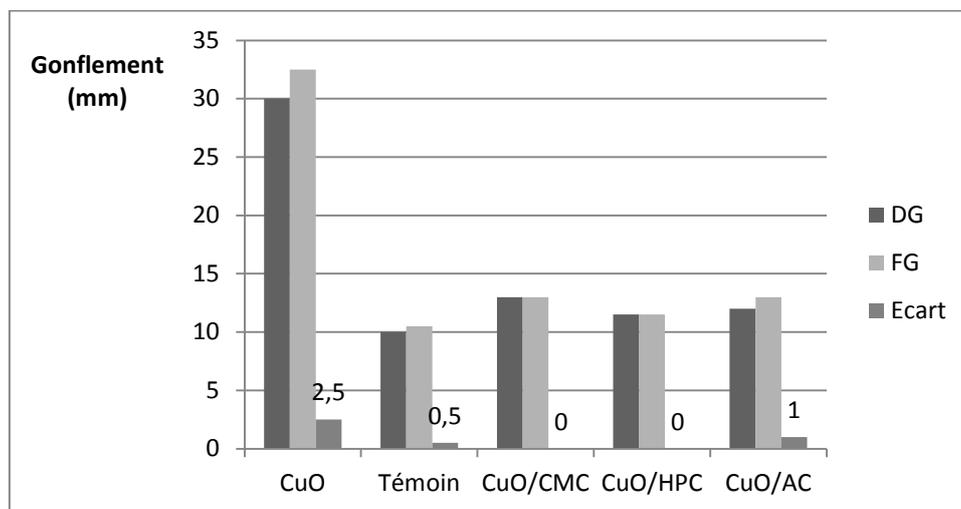


**Figure 23 :** Temps de prise des pâtes cimentaires adjuvantées aux CuO et aux mélanges CuO/PS en présence du coulis non adjuvanté.

Ces résultats indiquent alors que les NP CuO ont un double effet: d'une part ils augmentent les temps de fin de prise et considérablement les durées de prise. D'autre part, avec les mixtures CuO/SP tous les temps de prise sont allongés ; d'où l'opportunité d'application de ce type de mélanges à promouvoir les propriétés retardatrices des adjuvants d'origine organique.

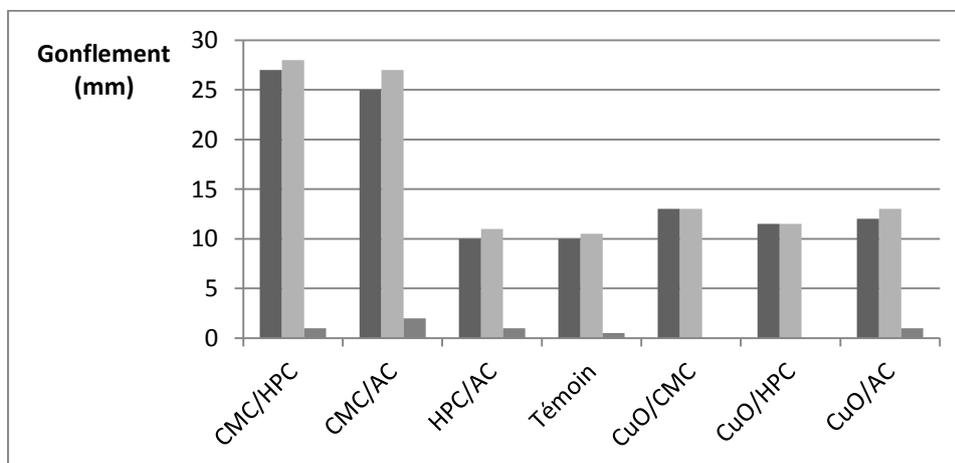
### 3.3. La stabilité

En ce qui concerne la stabilité, il paraît que si les NP CuO tendent à déstabiliser le coulis, leur incorporation avec des polysaccharides permet de diminuer d'une manière appréciable du gonflement (Figure 24).



**Figure 24** : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux NP CuO et aux mélanges CuO/SP en présence du coulis non adjuvanté.

Par ailleurs, en comparant la performance des mélanges des PS avec ceux des CuO/PS, ce n'est que le mélange HPC/AC qui arrive à concurrencer les combinaisons CuO/SP (Figure 25).

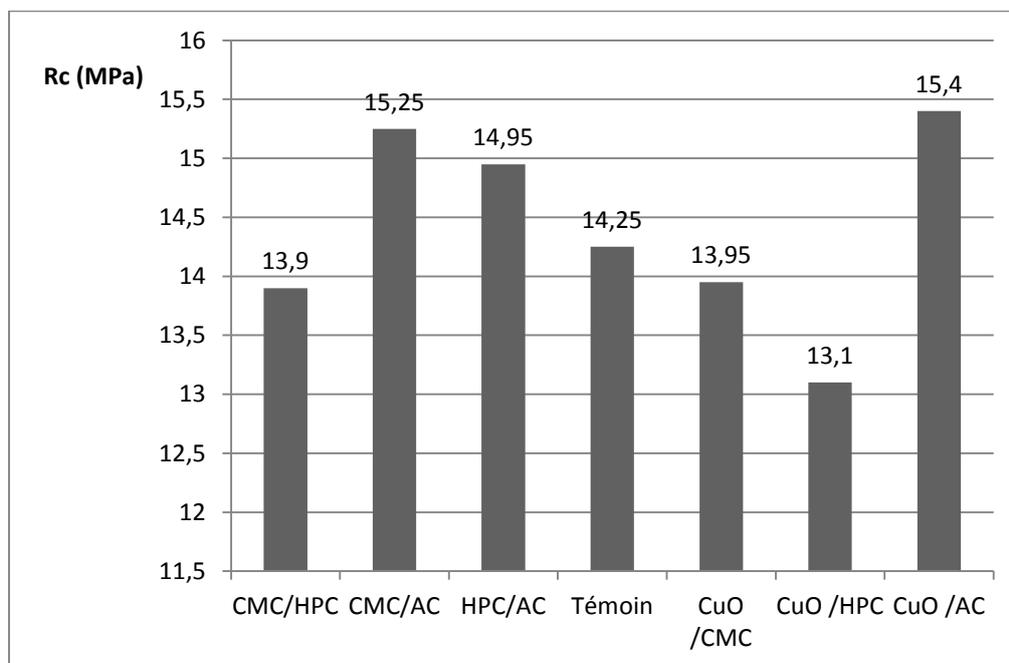


**Figure 25** : Tests de stabilité des pâtes cimentaires adjuvantées aux mélanges SP et mélanges CuO/SP en présence du coulis non adjuvanté.

### 3.4. Les résistances à la flexion et la compression

- Jeune âge

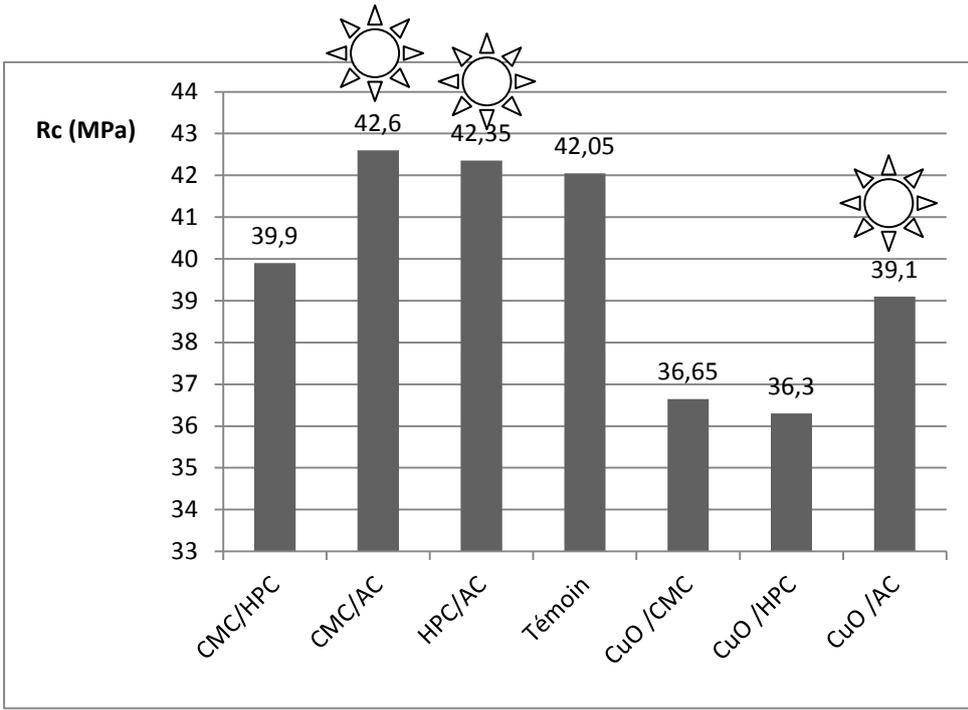
Au jeune âge, les fractions AC arrivent à contribuer à l'amélioration des résistances mécaniques des mortiers. En effet, les trois combinaisons CMC/AC, HPC/AC et CuO/AC se distinguent par des modules de résistance  $R_f$  (Figure 26). Supérieurs à celui du témoin.



**Figure 26:** Modules des résistances à la compression des mortiers adjuvantés aux mélanges CuO/SP et SP (au jeune âge).

- Long terme

A long terme, l'adjonction de l'AC aux SP ou à CuO mérite toujours une attention particulière puisqu'elle nous assure une meilleure résistance à la compression.



**Figure 27** : Modules des résistances à la compression des mortiers adjuvantés aux mélanges CuO/SP et SP (28 jours).

## Conclusion générale

Ce projet a été initié afin d'accroître notre compréhension sur la possibilité de substitution des polymères synthétiques en tant qu'adjuvants organiques par des dérivés cellulosiques dans les mortiers ou coulis. Ce type d'adjuvants, déjà abordés, confèrent une bonne maniabilité et d'excellentes propriétés de rétention d'eau au mortier avec des retards de prise plus ou moins bien maîtrisés. Néanmoins, les résistances mécaniques sont très négativement affectées par des ajouts des éthers cellulosiques hydrosolubles.

Ces phénomènes restent pour le moment pas totalement élucidés et au cours de ce travail, notre objectif a été de mettre en oeuvre des dérivés cellulosiques avec des paramètres moléculaires variés (fonctions carboxylates, hydroxypropyles et acétyles) dans le système de stabilisation qui influent sur l'hydratation, l'ouvrabilité et les propriétés mécaniques du composite ciment/polymère.

La stratégie adoptée consiste à jouer sur une balance de paramètres moléculaires afin de palier les inconvénients de chaque type d'adjuvants vis-à-vis de sa fonction principale.

**Concernant la consistance**, nous avons cherché à mettre en évidence l'influence de ces paramètres sur les eaux de gâchage. Il s'est avéré que la présence de charges dans le système de stabilisation qu'est le polymère et son hydrosolubilité sont les deux paramètres qui ont l'influence la plus marquante sur l'hydratation du ciment.

En absence de polysaccharides, à  $E/C = 0,6$ , une consistance normalisée est assurée par les les NP CuO. La tendance de la CMC à l'absorption des eaux de gâchage peut être limitée par la présence de latex ou encore mieux par des NP CuO. Par ailleurs, les NP CuO ne conviennent pas aux HPC et AC.

Il semble que la stabilité colloïdale du latex (AC) soit améliorée par l'introduction de particules évitant la floculation du latex. Les répulsions électrostatiques sont amoindries ainsi que L'aggrégation de la CMC dans le film interstitiel ; une suspension colloïdale étant stable si toutes les particules constituant la phase dispersée sont indépendantes et uniformément réparties dans la phase continue.

C'est pourquoi, pour assurer la stabilité colloïdale des latex, il est nécessaire d'introduire entre les particules des barrières énergétiques d'origine soit stérique, soit électrostatique, ou une combinaison des deux, soit : CuO/CMC et CMC/AC.

**Concernant l'ouvrabilité**, tous les adjuvants considérés ont montré un pouvoir retardataire, notamment la CMC. Alors que la présence de molécules hydrosolubles tels que HPC et CMC dans le latex acétyliques ont une action synergique sur le retard d'hydratation généré par les groupements hydrophiles de HPC ou les charges des carboxylates du système de stabilisation CMC.

Par ailleurs, les NP CuO n'ont montré aucun effet d'inhibition vis-à-vis du retard d'hydratation des polysaccharides ou des mélanges de polysaccharides. Ces différentes observations nous permettent de constater que le retard d'hydratation n'est pas lié à l'influence d'un paramètre moléculaire mais à une conjonction des actions de plusieurs de ces paramètres.

Concernant les molécules hydrosolubles présentes dans les latex acétylés, une forte influence retardatrice est observée sur l'hydratation à travers l'ajout de la CMC. Une complexation des polysaccharides présents à la surface des particules de latex reste possible et doit être prouvée.

Par ailleurs, nous avons mis en évidence un effet de synergie par le couplage des nanoparticules CuO et les système chargé (CMC).

**La stabilité** est une propriété essentielle des ciments, indispensable à la bonne conservation des ouvrages. Pour cette raison et **concernant la stabilité de la pâte cimentaire**, le polyélectrolyte (CMC) arrive avec la défloculation des grains de ciment à éviter les conséquences d'un gonflement démesuré.

La tendance des NP CuO à accentuer le gonflement de la pâte peut être inversée par l'introduction des PS. D'une manière générale et **concernant les résistances mécaniques**, à 2 jours d'hydratation, en présence de la CMC et des NP CuO une recrudescence de la résistance à la compression. Le latex augmenterait la contrainte à la rupture imposée par les NP CuO. Nous avons attribué cette augmentation à une diminution de la porosité du composite due à la présence des nanoparticules métalliques.

Par opposition, à l'âge mûr, une meilleure résistance à la fissuration est d'ailleurs l'un des effets majeurs recherchés lors de l'incorporation du latex à un mortier.

En perspective, il serait intéressant d'étudier, les systèmes ternaires : CMC/AC/CuO. Les rapports E/C optimaux doivent être déterminés pour pouvoir tirer des conclusions fiables. Pour terminer, il serait intéressant d'élargir nos études à l'aspect rhéologique de la pâte et la cinétique de l'hydratation du ciment.