

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA



Faculté de Technologie

Département de génie des procédés

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER II EN GENIE DES  
PROCEDES

Option : Technologie des matériaux

# **Effet des adjuvants organiques sur les propriétés physico-mécaniques et chimiques des mortiers**

Réalisé par :

Melle: ZERROUK HADJER

Encadrer par :

Mr: FETTAKA MOHAMED

Promotion: 2105

# **Remerciements**

*Je remercie Dieu, le tout Puissant de m'avoir accordé santé et courage pour accomplir ce travail*

*Je tiens remercier mon promoteur, Messieurs FETTAKA MOHAMMED. Pour son soutien et ses encouragements pendant la période de mon travail.*

*Je tiens remercier les personnes suivantes pour leur contribution à la réussite de ce travail :*

- *Messieurs K.HAMMOUCHE ,pour son accueil au sein de la cimenterie de Meftah et ses précieux conseils.*

- *Messieurs BOUDJEMA le directeur de laboratoire et madame MESAOUDE Khadidja responsable de laboratoire physico-mécanique pour avoir bien dirigé mon travail, grâce à son aide, sa disponibilité ainsi que ses précieux conseils.*

- *Messieurs H .DERRADJI le coach de laboratoire pour ses encouragements et sa modestie sans oublier F. TOUMI chargé d'étude.*

- *Messieurs KENAI le directeur de laboratoire Géo-matériaux de département de génie civil, université de Saad Dahleb –Blida. I.*

*Je remercie tous mes amis pour leurs encouragements, particulièrement Selma ,Rahma ,Hafsa ,Lamia ,Madjeda ,Chahra et souad .*

*Il me reste l'agréable devoir de remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## *Dédicace*

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que dieu te garde dans son vaste paradis, à toi mon père.*

*A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.*

*A ma grand-mère zohra.*

*A mes frères Abd el ssemed et Safouane ; et à mes sœurs, Asema ,zinbe et khaoula .*

*Sans oublié mes neveux Mimih et Islam.*

*A toute ma famille, et mes amis.*

## ملخص:

لا يزال اليوم استخدام المواد المساعدة في مجال البناء وقذائف الهاون تقنية هامة لتحسين خصائص هذه الأخيرة، فإن أهداف هذا العمل هو تطوير الخواص الميكانيكية و الفيزيائية وكذلك الكيميائية للقذائف الهاون ذو قاعدة اسمنت كلسي نذكر المقاومة، قابلية... الخ يتم دراسة خصائص التجارب المخبرية على عينات الهاون العادي وقذائف الهاون المضافة لها مركبات عضوية.

الإضافات العضوية المستخدمة هي السطحي غير أيوني مع مختلف HLB (توين 20 و توين 80) أدرجت جرعات مختلفة، والبوليمرات محبة للجهتين أيضا قد استخدمت (الكغوكسيل متيل سليلوز ونشا الاسترات).

إن الدراسة أجريت على الزهر وقذائف الهاون و قد أظهرت أحسن محتوى لمقاومة الضغط بالنسبة للجرن المضاف إليه الكغوكسيل متيل سليلوز و التوين 80 و

**كلمات البحث:** الأسمنت ، مدافع الهاون ، ويلقي ، المواد العضوية المساعدة ، المقاومة.

## Résumé :

L'utilisation des adjuvants dans le domaine de construction ainsi que les mortiers reste aujourd'hui une technique importante pour améliorer les caractéristiques de ces derniers. L'objectif de ce travail consiste à développer les propriétés physico-mécanique et chimique des mortiers a base de ciment telles que la résistance, l'ouvrabilité...etc. Ces caractéristiques sont étudiées à partir d'essais de laboratoire sur des spécimens faits en mortier témoin et en mortiers adjuvantés par des composés organiques.

Les adjuvants organiques utilisés sont des tensioactifs non ioniques avec HLB( hydrophilyque –lypophilique –balance différents (Tween 20 et Tween 80) ont été incorporé à différents dosages. On a également utilisé des polymères amphiphiles (carboxmethylcellulose et l'octylsuccinate d'amidon ).

L'étude effectuée sur des coulis puis sur des mortiers a montré un bon comportement à la résistance à la compression des mortiers adjuvantés à la CMC et au Tween 20.

**Mots- clés :** ciment, mortiers, coulés, adjuvant organique, résistance.

## **Abstract :**

The use of adjuvants in the field of construction and mortars remains today an important technique for improving the characteristic of the latter, the objectives of this work is to developed the physico-chemical and mechanical properties of cementitious mortars limestone ( resistance, workability ... etc).These characteristics are studied from laboratory tests on specimens made reference mortar and mortars adjuvanted with organic compounds.

The organic additives used are nonionic surfactants with different HLB (Tween 20 and Tween 80) were incorporated into different dosage, and also has been used amphiphilic polymers (caboxylméthylecellulose and starch ethers).

The study conducted on cast and mortars; showed that the tween 20 and CMC give the beste behavior of the compression resistance of the mortar.

**Keywords:** cement , mortar , cast , organic builder , resistance.

## Résumé

## REMERCIEMENTS

INTRODUCTION.....	01
CHAPITRE 1 : le ciment portland	03
1.1 Etapes de fabrication du ciment .....	03
1.1.1 L'extraction et la préparation des matières premières .....	03
1.1.2 Le séchage et le broyage .....	04
1.1.3 La cuisson .....	05
1.1.4 Le broyage du clinker .....	05
1.1.5 Les expéditions .....	06
1.2.1 Le Clinker.....	06
1.2.2 Le gypse (CaSO <sub>4</sub> ) .....	08
1.2.3 Les ajouts minéraux .....	08
1.3 Les principales catégories de ciment.....	08
1.4 Hydratation d'une pâte de ciment portland .....	09
1.4.1 Étude chimique de l'hydratation du ciment portland .....	09
1.4.1.1 Hydratation du C <sub>3</sub> S.....	09
1.4.1.2 Hydratation du C <sub>2</sub> S.....	09
1.4.1.3 Hydratation du C <sub>3</sub> A.....	10
1.4.1.4 Hydratation des aluminoferrites de calcium .....	10
Chapitre 2: les adjuvants	12
2.1 CLASSIFICATION DES ADJUVANTS	12
2.1.1 Plastifiants réducteurs d'eau	12
2.1.2 Les superplastifiants	13
2.1.3 Rétenteurs d'eau	13
2.1.4 Entraîneurs d'air	13
2.1.5 Accélérateurs	14
a. Les accélérateurs de prise	14
b. Les accélérateurs de durcissement	15
2.1.6 Retardateurs	15
2.1.7 Hydrofuges	15
2.2 LES STRUCTURES CHIMIQUES DES ADJUVANTS ORGANIQUES	17
2.2.1 Les polymères amphiphiles	17
2.2.1.1 Classification des polymères	17
2.2 LES STRUCTURES CHIMIQUES DES ADJUVANTS ORGANIQUES	17

2.2.1 Les polymères amphiphiles	17
a. Selon la constitution	17
a.1 Les homopolymères	17
a.2 Les copolymères	17
b. Selon l'origine	17
b.1 Polymères naturels	17
b.2 Les polymères artificiels (ou régénérés)	17
c. Selon la structure macromolécules des polymères	18
c.1 polymère linéaire	18
c. 2 polymère ramifié	18
2.2.2 Les tensions actives	18
2.2.2.1 Différentes classes de tensioactifs	19
a. Les tensioactifs ioniques	19
a .1 Les tensioactifs anioniques	19
a .2 Les tensioactifs cationiques	19
b. Les tensioactifs zwitterioniques	19
c. Les tensioactifs neutres	20
2.3 LES UTILISATION INDUSTRIELLES DES COMPOSES AMPHIPHILES	20
Chapitre 3 : Matériels et méthodes	
3.1 LES MATERIAUX UTILISES	
3.1.1 Le ciment	
3.1.2 Le sable normalisé	
3.1.3 L'eau de gâchage	
3.1.4 Les adjuvants organiques	
3.1.4.1 Les Tween 20 et 80	
3.1.4.2 Carboxyméthylcellulose	
3.1.4.3 L'éther d'amidon	
3.2 METHODES ET ESSAIS	
3.2.1 Consistance normalisée	
3.2.1.1 Appareillage	
3.2.1.2 Réactifs	
3.2.1.3 Mode opératoire	
a. Malaxage de la pâte de ciment	
b. Remplissage du moule	
c. Essai de pénétration	

- d. Déterminé le pourcentage d'eau
- 3.2.2 Le début et fin de prise
  - 3.2.2.1 Confection de l'éprouvette
  - 3.2.2.2 Détermination du début de prise
  - 3.2.2.3. Détermination de fin de prise
- 3.2.3. La stabilité
  - 3.2.3.1. Matériels utilisés
  - 3.2.3.2. Mode opératoire
- 2.3.3. Déterminé l'expansion
- 3.2.4 La résistance et la flexion à la compression
  - 3.2.4.1 Principe de l'essai
  - 3.2.4.2 Appareillage
  - 3.2.4.3 Mode opératoire
    - a. Préparation du mortier
    - b. Préparation des éprouvettes
    - c. Essais des éprouvettes
      - c.1 Résistance à la flexion
      - c.2 Résistance à la compression
  - 3.2.5 L'étalement
    - 3.2.5.1 L'appareillage
    - 3.2.5.2 Mode opératoire
  - 3.2.6 Essai de maniabilité
    - 3.2.6.1 Appareil et mode opératoire
  - 3.2.7 Confection des perles pour l'analyseur XRF
    - 3.2.7.1 L'appareillage
    - 3. 2.7.2 Mode opératoire
    - 3.2.7.3 Presse

## Chapitre 4 : Résultats et discussion

### Introduction

- 4.1 Résultats expérimentaux obtenus pour les polymères
  - 4.1.1 La consistance normale
  - 4.1.2 Début et fin de prise



- 4.1.3 La stabilité
- 4.1.4 La résistance à la flexion
- 4.1.5 La résistance a la compression
- 4.1.6 Résultats d'essai d'étalements
- 4.1.7 Résultats d'essai de maniabilité
- 4.1.8 Les résultats d'analyse chimique en XRF
- 4.2 Résultats expérimentaux obtenus pour les tensioactifs
  - 4.2.1 La consistance normale
  - 4.2.2 Début et fin de prise
  - 4.2.3 La stabilité
  - 4.2.4 La résistance a la flexion
    - a. Pour le tween 20
    - b. Pour le tween 80
  - 4.2.5 La résistance a la compression
    - a. Pour le tween 20
    - b. Pour le tween 80
  - 4.2.6 Résultats d'essai d'étalements
  - 4.2.7 Résultats d'essai de maniabilité
  - 4.2.8 Résultats d'analyse chimique en XRF

C

## Liste des figures

<b>Le titre</b>	<b>page</b>
Figure 1.1 : Carrière d'extraction.	3
Figure 1.2: Matières premières pour fabriquer le ciment.	4
Figure 1.3 : Four de cuisson.	5
Figure 1.4 : broyeur a bouilles.	6
Figure 2.2 : polymère ramifié	19
Figure 2.3 : polymère linéaire.	19
Figure 2.4 : Représentation schématique d'un tensioactif	20
Figure 2.5 : les grandes classes des tensioactifs.	21
Figure 3.1: Sac de sable normalisé	24
Figure 3.2: Structures chimiques du Tween 20 et du Tween 80.	26
Figure 3.3: la structure chimique de CMC.	26
Figure 3.4 : la structure chimique du dérivé d'amidon.	26
Figure 3.5: Appareil de Vicat	27
Figure 3.6 : un malaxeur.	27
Figure 3.7 : Appareil de Vicat automatique.	30
Figure 3.8 : les moles de chatelier.	30
Figure 3.9: molle pour l'éprouvette	32
Figure 3.10 : machine d'essai de résistance	33
Figure 3.11: l'appareil à chocs	33
Figure .3.12 : les images des différents étapes pour préparer un moule .	34
Figure .3.13: des éprouvettes adjuvantes	35
Figure.3.14: bain des éprouvettes	35
Figure.3.15: presse de flexion.	36
Figure.3.16 : presse pour compression.	36
Figure .3.17 : table à secousses	36
Figure .3.18 : la galette.	36
Figure .3.19 : Principe de fonctionnement du maniabilimètre LCL(B).	37
Figure .3.20 : Maniabilimètre LCL	37
Figure.3.21 : parleuse.	38
Figure .4.1: comparaison le pourcentage d'eau ajouté pour l'obtention d'une pâte normale.	42

Figure .4. 2: Comparaison des temps de début et fin de prise du témoin et des pâtes adjuvantée.	43
Figure .4.3: Comparaison des taux de gonflement des pâtes adjuvantées.	44
Figure .4.4 : Résistance à la flexion des mortiers adjuvantés en polymères hydrosoluble	44
Figure .4.5: Résistance à la compression des mortiers adjuvantés en polymères hydrosoluble.	45
Figure .4.6: Effet es adjuvants sur l'étalement des mortiers.	46
Figure .4.7: Comparaison de la maniabilité des mortiers adjuvantés et témoin	47
Figure .4.8 : les résultats d'essai de consistance normale.	48
Figure .4.9: les résultats de début et fin de prise des mortiers adjuvantés .	49
Figure .4.10 : Résultats d'essai de gonflement des mortiers adjuvanté et témoin .	50
Figure .4.11 : Evolution de la Resistance a la flexion des mortiers adjuvantés.	50
Figure .4.12 : Evolution de la Resistance a la flexion des mortiers adjuvantés.	51
Figure .4.13 : les résultats d'essai de compression des mortiers adjuvantés .	52
Figure .3.14 : les résultats d'essai de compression des mortiers adjuvantés	52
Figure .4.15 : La comparaison d'étalement des mortiers adjuvanté et le témoin	53
Figure .4.16 : Les résultats d'essai de maniabilité des mortiers adjuvantés .	54

## Liste des tableaux

<b>Le titre de tableau</b>	<b>Page</b>
Tableau 1.1: Composition chimique et minéralogique du clinker	7
Tableau 1.2 : Les cinq principales catégories de ciment .	8
Tableau 1.3 : chaleur d'hydratation des constituants du ciment portland.	11
Tableau 2.1 : les utilisations des principaux adjuvants	17
Tableau 3.1 : Caractéristiques physiques et chimiques du ciment	23
Tableau 3.2: La composition chimique du ciment	24
Tableau 3.3 : Composition granulométrique du sable normalisé	25
Tableau. 3.4 : la quantité des adjuvants organiques par rapport ciment.	27
Tableau .3.5 : Opérations pour déterminer le mortier normal.	34
Tableau .4.1: Comparaison des compositions chimiques des mortiers adjuvantés et témoin	47
Tableau .4.2 : Comparaison des compositions chimiques des mortiers adjuvantés et témoin.	54

## Chapitre 1 : le ciment portland

Le ciment est un liant hydraulique qui durcit tant à l'air que sous l'eau. Il est obtenu par broyage fin du clinker avec une quantité nécessaire de gypse et un / ou des ajout(s) minéraux actifs (ciment composé), faite simultanément ou par malaxage minutieux des mêmes matériaux broyés séparément. Les romains furent les premiers à fabriquer un liant hydraulique capable de faire prise sous l'eau en mélangeant de la chaux à des cendres volcaniques. Louis Vicat révéla les principes de fabrication du ciment artificiel que nous utilisons aujourd'hui. En 1824, l'écossais Aspdin augmente la température de cuisson du ciment jusqu'en début de fusion des matériaux de base et donne au ciment le nom de Portland en référence à la pierre de cette région dont les propriétés étaient comparables.

### 1.1 Etapes de fabrication du ciment

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité. Ce procédé comporte les étapes de fabrication suivantes :

#### 1.1.1 L'extraction et la préparation des matières premières

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage au bulldozer. La roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage.



Figure 1.1 : Carrière d'extraction.

Donc pour produire des ciments de qualités constantes, les matières premières (figure 1.1) doivent être très soigneusement échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière dans le temps.

Mais si elle peut varier d'une cimenterie à l'autre en fonction de la qualité du gisement exploité, la composition du cru reste dans des proportions bien définies [1]:

- Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) de 77 à 83 %.
- Silice ( $\text{SiO}_2$ ): de 13 à 14%.
- Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ): de 2 à 4%.
- Oxyde ferrique( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) de 1,5 à 3 %

La roche est échantillonnée en continu pour déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine et silice). Le mélange est ensuite réalisé dans un hall de préhomogénéisation où la matière est disposée en couches horizontales superposées puis reprise verticalement.



Figure .1.2: Matières premières pour fabriquer le ciment.

### 1.1.2 Le séchage et le broyage

Pour favoriser les réactions chimiques qui suivent, les matières premières doivent être séchées et broyées très finement (quelques microns) dans des broyeurs à boulets ou dans des broyeurs à meules verticaux. Ces derniers, plus récents, sont plus économiques en énergie et permettent un séchage plus efficace. Ensuite trois voies sont possibles : la voie humide, la voie sèche et semi-sèche. Dans ces procédés, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées lors de l'opération de broyage afin d'obtenir la

farine. Celle-ci peut être introduite directement dans le four sous forme pulvérulente (voie sèche), ou préalablement transformée en “granules” par humidification [2].

### 1.1.3 La cuisson

La cuisson se fait à une température voisine de  $1450^{\circ}\text{C}$  dans un four rotatif (figure 1.3), en cylindre tournant de 1,5 à 3 tour/minute et légèrement incliné. La matière est cheminée lentement et préchauffe le cru à environ  $800^{\circ}\text{C}$ . A la sortie du four, un refroidisseur à grille permet d’assurer la trempe des nodules incandescents et de les ramener à une température d’environ  $100^{\circ}\text{C}$ . Tout au long de la cuisson, un ensemble de réactions physico-chimiques conduit à l’obtention du clinker, on a :

- La décarbonatation du carbonate de calcium (calcaire) donne de la chaux vive.
- L’argile se scinde en sa constituante silice et alumine qui se combinent à la chaux pour former des silicates et aluminates de chaux. Ce phénomène progressif constitue la clinkérisation.



Figure.1.3 : Four de cuisson.

### 1.1.4 Le broyage du clinker

Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives, le clinker doit être à son tour broyé très finement. Ce broyage s’effectue dans des broyeurs à boulets. Les corps broyant sont constitués de boulets d’acier qui, par choc, font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l’état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns. A la sortie du broyeur (figure 1.4), un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont renvoyés à l’entrée du broyeur. C’est également lors du broyage que l’on ajoute au clinker le gypse (3 à 5%) indispensable à la régulation de prise du ciment. On obtient alors le ciment "Portland". Les ciments avec

"ajouts" sont obtenus par l'addition au clinker, lors de son broyage, d'éléments minéraux supplémentaires contenus par exemple dans les laitiers de hauts fourneaux, les cendres de centrales thermiques, les fillers calcaires, les pouzzolanes naturelles.



Figure.1.4 : broyeur a boules.

### 1.1.5 Les expéditions

Après le broyage, le ciment est sous sa forme définitive, tel que nous le connaissons sur les chantiers. Il est alors stocké dans des silos verticaux qu'il faut entretenir régulièrement en effet au bout d'un certain temps, le ciment sèche dans les silos et s'entasse. Il faut donc qu'il se renouvelle régulièrement dans les silos afin qu'il n'y stagne pas. Pour se faire, on installe, des injections d'air dont la pression est plus forte vers l'extérieur et moins forte vers le centre du silo. En tête du silo un aspirateur d'air est également mis en place pour dégonfler le silo. Par ce procédé, le ciment acquière les propriétés d'un fluide et ne se bloque plus, économisant des pertes qui peuvent être conséquentes. Le ciment est ensuite extrait de ces silos par un bec verseur. Ensuite, les ciments quittent l'usine en sacs ou en vrac[2] .

## 1.2 Les Constituants du ciment Portland

### 1.2.1 Le Clinker

Le ciment résulte du broyage d'un certain nombre de constituants. Le plus important étant le clinker formé de silicates et d'aluminates de chaux [1]. Dans la zone de clinkérisation du four, les éléments simples ( $\text{CaO}$  ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) se combinent pour donner les constituants minéraux suivants :

- Silicate tricalcique ( $\text{C}_3\text{S}$ ) :  $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$ (Alite) ;
- Silicate dicalcique ( $\text{C}_2\text{S}$ ) :  $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$ (Belite) ;



- Aluminate tricalcique ( $C_3A$ ) :  $3CaO \cdot Al_2O_3$  ;
- Ferroaluminate calcique ( $C_4AF$ ):  $4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$  (Célite) ;

Les silicates de calcium  $C_3S$  et  $C_2S$  représentent à peu près 75% de masse du ciment. Les caractéristiques granulaires du ciment sont exprimées par sa granulométrie et sa finesse de mouture. Cette finesse de mouture appelée aussi surface spécifique de Blaine peut atteindre  $4000 \text{ cm}^2/\text{g}$  et plus pour les ciments à forte résistance au jeune âge [3, 4,5].

**Tableau 1.1:** Composition chimique et minéralogique du clinker [6].

Composants minéralogiques	La masse en %	Teneur moyenne(%)
$C_3S$	40-70	60
$C_2S$	00-30	15
$C_3A$	02-15	08
$C_4F$	00-15	08
Oxydes		
CaO	60-69	65
$SiO_2$	18-24	21
$Al_2O_3$	04-08	06
$Fe_2O_3$	01-08	03
Mg O	<05	02
$K_2O, Na_2O_3$	<02	01
$SO_3$	<03	01

On constate que les quatre oxydes CaO,  $SiO_2$ ,  $Fe_2O_3$  et  $Al_2O_3$  interviennent pour plus de 95% de la composition chimique du clinker. On les appelle les oxydes majeurs. Par contre les oxydes mineurs les plus importants dans le ciment sont:

- La magnésie (MgO) qui est souvent présente avec le calcaire.
- Les oxydes alcalins  $K_2O$  et le  $Na_2O$  proviennent en général, de l'argile.
- L'anhydride sulfurique ( $SO_3$ ) dans le clinker provient des matières, telles que la pyrite ( $FeS_3$ ) mais aussi du calcaire ou de l'argile.

### 1.2.2 Le gypse ( $\text{CaSO}_4$ )

Le clinker « pur » très fin est caractérisé par de courts délais de prise (3 à 5 min), ce qui le rend pratiquement inutilisable. Ce fait est surtout dû à la célite ( $\text{C}_3\text{A}$ ) qui s'hydrate rapidement tandis que ses hydrates deviennent rapidement compacts et se cristallisent. Il s'ensuit que pour ralentir la prise du ciment, il faut lier les hydroaluminates de calcium en d'autres composés. Ce rôle peut bien être joué par le gypse qui réagit avec l'hydroaluminate tricalcique et produit un sel insoluble l'hydrosulfoaluminate de calcium ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 31\text{H}_2\text{O}$ ) [5].

### 1.2.3 Les ajouts minéraux

Ces ajouts jouent le rôle suivant: d'après leur composition ils se présentent principalement par de la silice amorphe qui réagit activement avec l'hydroxyde de chaux qui se forme lors de l'hydratation des minéraux faisant partie du clinker. Le rapport entre le clinker et l'adjuvant hydraulique (ajout minéral) est établi en fonction de l'activité de l'adjuvant et de la composition minéralogique du clinker[6].

## 1.3 Les principales catégories de ciment

Le tableau ci-dessous regroupe les principales catégories de ciments, ceux-ci sont classés selon le pourcentage en poids des composants principaux et secondaires.

**Tableau 1.2** : Les cinq principales catégories de ciment [7].

Type de ciment	Désignation	Pourcentage du clinker (% du poids)	Composants principaux (% en poids)	Composants secondaires (% en poids)
CEM I	Ciment Portland	95-100	0	0-5
CEM II	Ciment Portland composite	65-94	6-35	0-5
CEM III	Ciment de haut-fourneau	5-64	36-95	0-5
CEM IV	Ciment pouzzolanique	45-89	11-55	0-5
CEM V	Ciment composite	20-64	36-80	0-5

## 1.4 Hydratation d'une pâte de ciment portland

Le ciment est un liant hydraulique: il se combine à l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique. La réaction chimique d'hydratation du ciment conduit donc à la formation d'une pâte qui, après prise, durcit progressivement à l'air ou dans l'eau. Les mécanismes Fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été mis en lumière, dès la fin du siècle dernier, par Henri le Chatelier. Il a notamment décrit les trois phénomènes concomitants qui concourent au phénomène de prise [8], et les a résumé en :

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

### 1.4.1 Étude chimique de l'hydratation du ciment portland

#### 1.4.1.1 Hydratation du C<sub>3</sub>S

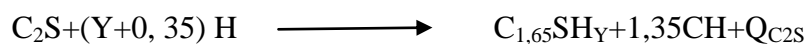
L'hydratation des C<sub>3</sub>S produit des C-S-H et de la portlandite (CH) et s'accompagne d'un dégagement de chaleur important compte tenu de l'exothermicité de la réaction.

La stoechiométrie des C-S-H évolue tout au long de l'hydratation mais on s'accorde pour considérer une valeur pour l'hydratation du clinker de C/S=1,65 .



#### 1.4.1.2 Hydratation du C<sub>2</sub>S

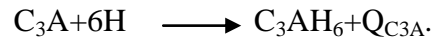
Le principe de réaction du C<sub>2</sub>S est similaire à celui du C<sub>3</sub>S, la réaction globale s'écrivant :



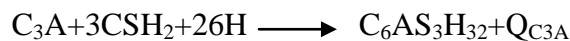
Cependant, par rapport au C<sub>3</sub>S, on observe une différence de cinétique et d'exothermie. En effet la réaction d'hydratation du C<sub>2</sub>S est beaucoup plus lente et moins exothermique que celle du C<sub>3</sub>S [9] .

### 1.4.1.3 Hydratation du C<sub>3</sub>A

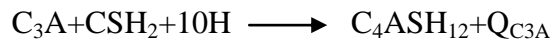
La réaction normale du C<sub>3</sub>A, très rapide et exothermique, produit une rigidification trop rapide de la pâte par formation de C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub>



C'est pourquoi on ajoute toujours du gypse au ciment afin de contrôler la structuration de la prise. La réaction en présence de gypse s'écrit :

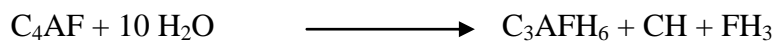
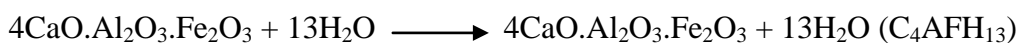


Après épuisement du gypse l'ettringite se dissout pour former du monosulfoaluminate. La réaction globale s'écrit :



### 1.4.1.4 Hydratation des aluminoferrites de calcium

L'hydratation de C<sub>4</sub>AF se déroule suivant la réaction:



Parmi ces produits d'hydratation on décèle la présence de C<sub>2</sub>AH<sub>8</sub>. a la température supérieur a 30-35°C, on a la formation des solution solide cubiques de C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub> et C<sub>3</sub>FH<sub>6</sub> et la température comprise entre 15-35°C, on a l'existence simultanée des solution cubique et hexagonale.

En résumé, les conséquences de cette hydratation sont de trois types :

- Une consommation d'eau
- Un dégagement de chaleur dû à l'exotherme de toutes les réactions d'hydratation,
- Une variation volumique.

Ces différentes conséquences sont à la base des phénomènes moteurs des variations volumiques de la pâte de ciment au très jeune âge.

Les réactions d'hydratation du ciment portland sont exothermiques. Les chaleurs d'hydratation des différents constituants du ciment (c'est-à-dire les quantités de chaleur moyenne dégagées au cours de l'hydratation) sont regroupées dans le tableau suivant [10] :

**Tableau 1.3** : Chaleur d'hydratation des constituants du ciment portland.

Constituant du ciment portland	La chaleur d'hydratation (en J/g) de 7jours	La chaleur d'hydratation (en J/g) de 28jours	La chaleur d'hydratation (en J/g) de 6mois
C <sub>3</sub> S	460	502	502
C <sub>2</sub> S	84	189	251
C <sub>3</sub> A	773	857	865
C <sub>4</sub> AF	60	167	190

## Chapitre 2: Les adjuvants

Les adjuvants sont des produits chimiques qui, incorporés dans les mortiers lors de leur malaxage ou avant leur mise en œuvre à des doses inférieures à 5 % du poids de ciment [11], provoquent des modifications des propriétés ou du comportement de ceux-ci pour des raisons de commodité d'utilisation, la plupart des adjuvants se trouvent dans le commerce sous forme de liquides. Certains adjuvants existent en poudre, afin de réduire leur coût de transport (cas des chantiers à l'export). Dans ce cas il faut généralement les diluer avant l'emploi : la dispersion homogène d'une petite quantité de poudre dans un malaxeur de centrale à béton est en effet moins certaine que celle d'un liquide.

### 2.1 CLASSIFICATION DES ADJUVANTS

Un adjuvant, en général, a une action principale d'après laquelle il se trouve classé et défini, mais il peut présenter également certaines actions secondaires que l'on appelle généralement « effets secondaires ». Les adjuvants sont classés par la norme NF EN 934-2 [12] en :

- ❖ Plastifiants réducteurs d'eau.
- ❖ Super plastifiants hautement réducteurs d'eau,
- ❖ Rétenteurs d'eau.
- ❖ Entraîneurs d'air.
- ❖ Accélérateurs de prise.
- ❖ Accélérateurs de durcissement.
- ❖ Retardateurs de prise.
- ❖ Hydrofuges.

Certains adjuvants peuvent avoir plusieurs de ces fonctions [13] exemple : plastifiant réducteur d'eau (ou superplastifiant hautement réducteur d'eau) et retardateur [15].

#### 2.1.1 Plastifiants réducteurs d'eau

Ce sont des produits qui viennent se fixer par adsorption à la surface du ciment. Ils provoquent une lubrification de la pâte. Ce processus permet soit une amélioration de la maniabilité sans augmenter le dosage en eau, donc une augmentation des résistances mécaniques, sans modifier la maniabilité. Ils doivent, par rapport au

béton témoin, assurer une résistance à la compression de 110 % minimum et permettre une réduction du dosage en eau d'au moins 5%.

Les plastifiants se dosent généralement entre 0.3 et 0,5 % du poids de ciment et ils se caractérisent souvent par un effet secondaire « retardateur de prise » marqué lorsqu'on les utilise à un dosage plus élevé[14] .

### **2.1.2 Les superplastifiants**

Introduit dans le béton, un mortier ou un coulis, en général peu avant sa mise en œuvre, ce sont en général des produits de synthèse organique. Les plus utilisés sont les dérivés de mélamines ou de naphthalène. Ils peuvent être aussi fabriqués à partir de sous-produits de l'industrie du bois purifiés et traités

Sur le béton frais, on constate une augmentation considérable de l'ouvrabilité pour une même teneur en eau. Ces effets ont une durée fonction de la température, de la teneur en eau et du dosage en ciment, il n'y a ni ségrégation, ni ressuage si des précautions sont prises à la mise en œuvre ; la cohésion du béton reste très bonne.

Les superplastifiants sont des réducteurs d'eau à haute efficacité, qu'on ajoute aux bétons pour :

- Faire des bétons fluidifiés à fort affaissement.
- Très liquide pouvant être mis en place avec peu ou pas de vibration
- Pas de ressuage ou de ségrégations excessives.

### **2.1.3 Rétenteurs d'eau**

Ce sont des produits d'addition généralement en poudre qui ont pour fonction principale de réduire la tendance au ressuage des bétons. On utilise généralement des méthylcellulose  $(C_6H_7O_2(OH)_x(OCH_3)_y)$  qui ont la propriété d'augmenter de volume en fixant l'eau libre du béton. Les rétenteurs d'eau sont utilisés pour améliorer la cohésion des bétons fluides dont le sable manque d'éléments fins ou à faible dosage en ciment .

### **2.1.4 Entraîneurs d'air**

Ce sont des composés d'addition généralement à base de résines de synthèse : résine Vinsol, arylalkyl sulfonates. Acides gras. etc. Les entraîneurs d'air se présentent sous

forme de liquides, de sels solubles ou de poudres insolubles à ajouter au moment du malaxage. Ces adjuvants introduisent volontairement de l'air et agissent en stabilisant les bulles générées lors du malaxage, sous forme d'un très grand nombre de micro bulles, dont 80 % d'entre elles ont un diamètre inférieur à 100 microns, la plupart étant comprises entre quelques microns et quelques dizaines de microns. Ces micro-bulles ne doivent pas être confondues avec l'air occlus, constitué de bulles de tous diamètres généralement supérieurs à 1 mm, réparties aléatoirement dans le béton, qui se trouvent emprisonnées pendant la mise en place. Ils améliorent essentiellement :

- La plasticité et l'ouvrabilité du béton, les bulles agissant comme autant de grains fins analogues à de petites billes souples et sans frottement,
- La résistance au gel du béton durci (antigelif): les très nombreuses petites bulles d'air disséminées dans la masse constituent en effet autant de petits vases d'expansion dans le réseau des canalicules internes pour l'eau interstitielle dont le volume augmente avant la prise en glace: cela évite la désagrégation du béton par gel de cette eau

Par ailleurs il existe différents paramètres influencent le pourcentage d'air entraîné, tels que :

- Le dosage en ciment: plus il augmente, plus le % d'air diminue à dosage constant en adjuvant:
- La nature et surtout la finesse du ciment : plus le ciment a un Blaine élevé, plus le dosage en adjuvant doit être élevé :
- Plus la granulométrie des graviers augmente plus le % d'air entraîné diminue.

### 2.1.5 Accélérateurs

Ce sont des produits solubles dans l'eau et qui agissent chimiquement en augmentant la vitesse d'hydratation du ciment ; cela entraîne un déclenchement plus rapide du phénomène de prise et s'accompagne d'un dégagement de chaleur plus important. Les accélérateurs seront donc tout particulièrement employés pour les bétonnages par temps froids ou pour les travaux urgents. On distingue :

**a. Les accélérateurs de prise :** Ils sont introduits de 1% à 3% en masse par rapport au ciment et leurs principaux rôles :



- Réduire le temps de prise.
- Augmenter la rotation des coffrages.

Ce type d'adjuvant utilisé par temps froid. Parmi les nombres considérés comme accélérateurs, les plus courants sont les chlorures de calcium ( $\text{CaCl}_2$ ) et les chlorures de sodium ( $\text{NaCl}$ ).

**b. Les accélérateurs de durcissement** : Ce type d'adjuvant qui représente 1% du marché est introduit à un dosage moyen entre 0.8 et 2 % en masse par rapport au ciment. Leurs ajouts permettent d'accroître la vitesse de montée des résistances.

### 2.1.6 Retardateurs

Ils agissent chimiquement comme les accélérateurs en retardant plus ou moins long temps l'hydratation et le début de prise du ciment. Parmi les produits retardateurs de prise on peut citer :

- Les sucres et gluconates. les acides citriques ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ), tartriques ( $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$ ), l'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ) et les phosphates alcalins.
- Les doses à utiliser sont en général très faibles (de l'ordre de 0.1 % en extrait sec) et les produits commerciaux sont dilués: il convient de veiller à une bonne répartition du produit dans la masse. Les retardateurs diminuent évidemment les résistances initiales mais ils augmentent souvent les résistances finales.

### 2.1.7 Hydrofuges

Ce sont des adjuvants qui, introduits dans la masse du béton, ont pour fonction principale d'en diminuer l'absorption capillaire. Il ne faut pas les confondre avec les hydrofuges de surface qui s'appliquent au rouleau sur le béton durci et qui sont bien souvent à base de silicone. Les hydrofuges de masse sont en général à base de stéarates solubles qui, en contact avec la chaux du ciment, forment des cristaux de stéarate de calcium insolubles qui viennent obstruer le réseau capillaire du béton. Ces produits ne sont vraiment efficaces que si le béton est bien compact et homogène, et que toutes les précautions sont prises afin d'éviter la formation de fissures. et le tableau ci-dessous résume les principales applications des adjuvants organiques :

Tableau 2.1 : les utilisations des principaux adjuvants [15].

Adjuvants	utilisation
superplastifiants	Préfabrication Bétons a hautes résistances Béton très ferrailé
plastifiants	Transport pneumatique du béton (béton pompé) Béton coulé sous l'eau (délavage diminué) Béton maigre : blancs Béton routier Sables manquant de fines Béton très ferrailé Injection (coulis et mortiers)
accélérateurs	Décoffrage rapide Temps froid-préfabrication Travaux d'étanchement .cachetage. Travaux a la mer (entre deux marées) Réparations rapides, pistes d'aérodromes, routes scellements
retardateurs	Temps chaud Injection a grande profondeur Voile d'étanchéité Transport de béton sur logue distance Reprise de bétonnage-confection de béton avec granulats apparents (parements lavés) Parois moulées dans le sol, coulage en continu
Entraîneurs d'air antigélifs	Routes, barrages, ponts-travaux maritimes Ouvrages exposés au gel, a l'action des eaux agressives, bétons extrudés (ex, glissières de sécurité en béton –bordures)

## 2.2 LES STRUCTURES CHIMIQUES DES ADJUVANTS ORGANIQUES

Parmi les plusieurs types des adjuvants organiques on trouve les tensioactifs et les polymères amphiphiles.

### 2.2.1 Les polymères amphiphiles

Le terme polymère est utilisé pour désigner des macromoléculaires constituées par l'ensemble d'un grand nombre de motifs fonctionnelles, c'est motifs peut être des molécules de monomères qui comportent un groupe de fonctionnelle et chaque groupe contient un ou plusieurs sites réactifs capables de former une liaison chimique avec autre molécule de monomère [16].

#### 2.2.1.1 Classification des polymères

La classification des polymères repose sur plusieurs critères qui dépendent de natures physique et chimique de ces polymères [16].

##### a. Selon la constitution

###### a.1 Les homopolymères

Ce sont des polymères constitués par la répétition dans la chaîne du même motif récurrent à titre d'exemple : le polyéthane polystyrène.

###### a.2 Les copolymères

Ils comportent dans leur chaîne deux ou plusieurs motifs récurrents, par exemple : polychlorure-acétate de vinyle.

##### b. Selon l'origine

###### b.1 Polymères naturels

Ils existent dans la nature comme ils sont nombreux, il est courant de les subdiviser suivant leurs provenances végétales, animale, ou minérale.

###### b.2 Les polymères artificiels (ou régénérés)

Bien que le constituant de base soit d'origine naturelle, ils résultent d'une transformation chimique des fonctions portées par les unités monomères. Par exemple la molécule des polymères synthétiques : les monomères permettant leurs obtention n'existent pas dans la nature. Cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par la synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels.

### c. Selon la structure macromolécules des polymères

Les polymères peuvent être arrangés suivant un enchainement unidimensionnel constituant des chaînes linéaires qu'on l'appelées (polymères linéaires), et polymères branchés si le linéaire avait des ramifications ou bien être reliés entre eux pour former un réseau bidimensionnel ou tridimensionnel (polymères réticulé).

#### c.1 polymère linéaire

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère .(liaison de hydrogène ou des liaisons de Van der Waals)

#### c. 2 polymère ramifié

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.

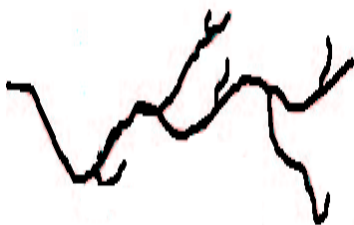


Figure.2.2 : polymère ramifié.



Figure.2.3 : polymère linéaire.

#### 2.2.2 Les tensions actives

Les tensioactifs ou agents de surface sont des molécules d'origine naturelle ou synthétique possédants d'une part, un groupement a caractère hydrophobe ou lipophile et, d'autre part, un groupement a caractère hydrophile (aussi appelé tête polaire) comme illustré en figure .2.4 .

Ces molécules sont dites amphiphiles [17].

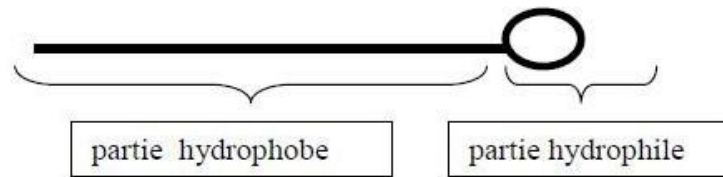


Figure .2.4 : Représentation schématique d'un tensioactif [18].

### 2.2.2.1 Différentes classes de tensioactifs

Les tensioactifs sont classés selon la nature de leur partie hydrophile en trois grandes familles [19]. Les tensioactifs ioniques (cationiques ou anioniques), les tensioactifs zwitterioniques (ou amphotères) et les tensioactifs neutres.

#### a. Les tensioactifs ioniques

Sont efficaces pour extraire les protéines de la membrane. Cependant, ce sont des détergents durs qui tendent à être dénaturants en désorganisant les interactions coulombiennes intramoléculaires de bon nombre de protéines [20].

**a.1 Les tensioactifs anioniques :** Possèdent une tête hydrophile contenant une charge négative. Il existe les sels d'acides carboxyliques ( $\text{RCO}_2\text{-M}^+$ ), les alkyles sulfates ( $\text{ROSO}_3\text{-M}^+$ ), les sulfonates ( $\text{RSO}_3\text{-M}^+$ ) et les phosphates ( $\text{ROPO}(\text{OH})\text{OM}^+$ ) [21]. Le SDS est couramment utilisé comme agent dénaturant dans les études de « unfolding-refolding » des protéines membranaires [22]. Les sels de l'acide biliaire sont plus doux que les détergents ioniques à chaîne linéaire [23].

**a.2 Les tensioactifs cationiques :** Sont caractérisés par une partie hydrophile chargée positivement. Le plus souvent ce sont des sels d'ammonium quaternaires triméthylés ou des sels de pyridinium [24].

#### b. Les tensioactifs zwitterioniques

Contiennent à la fois une charge positive et négative dans leur partie hydrophile, ce qui les rend électriquement neutres. La plupart sont des oxydes d'amine ou des structures dipolaires s'apparentant à celle des phospholipides naturels [20].

### c. Les tensioactifs neutres

Incluant les maltosides, les glucosides et le polyéthylène glycols (PEG) sont caractérisés par des têtes hydrophiles non chargées. La majorité des tensioactifs utilisés dans la purification et la détermination structurale des protéines membranaires sont des tensioactifs neutres [25].

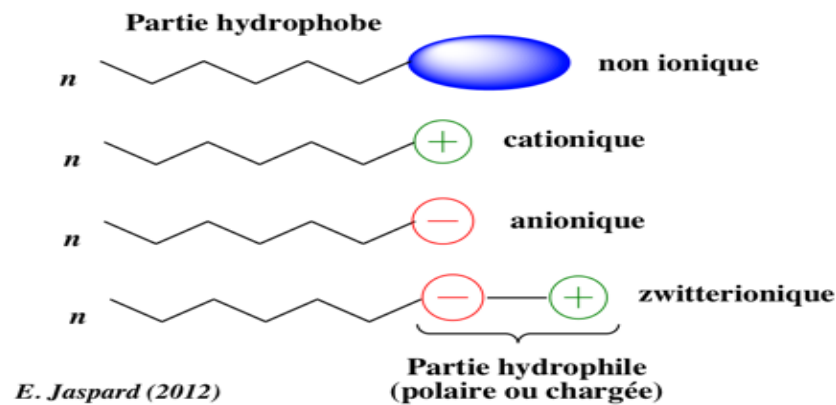


Figure .2.5 : les grandes classes des tensioactifs.

### 2.3 LES UTILISATION INDUSTRIELLES DES COMPOSES AMPHIPHILES

Les utilisations industrielles des tensioactifs et des polymères amphiphiles résumé essentiellement dans les points suivants :

- Modification des propriétés de surface de certains matériaux [26].
- Formulation de produits cosmétiques et pharmaceutiques pour retarder le vieillissement de la peau [27].
- Composés amphiphiles utilisé dans l'industrie de construction comme additifs modifiants les propriétés des mortiers, coulis et béton [28.29].
- Traitement des eaux polluées par concentration de substances organiques hydrophobes [30] .
- Agents émulsifiants et agents dispersants [31-32].
- Agents biocompatibles entrant dans le traitement des maladies inflammatoires [33] et génétiques [34].
- Formulation de produits cosmétiques et pharmaceutiques pour retarder le vieillissement de la peau [27].

### Chapitre 3 : Matériels et méthodes.

Ce chapitre présente les matériaux et les méthodes utilisés pour l'étude des mortiers adjuvantés. Les essais physico-mécaniques, et chimiques ont été réalisés au niveau de laboratoire de la S.C.M.I. ainsi que le laboratoire des matériaux au sein du département de génie civil à l'université de Blida 1.

L'objectif essentiel de cette partie expérimentale étant d'améliorer les caractéristiques physico-mécaniques et chimiques des mortiers par des adjuvants organiques.

#### 3.1 LES MATERIAUX UTILISES

Pour confectionner les mortiers pour nos différents essais, nous avons utilisé du ciment, des granulats (sable) et de l'eau de gâchage.

Les caractéristiques physico-chimiques des matériaux utilisés pour confectionner nos mélanges sont également présentées pour analyser et justifier ultérieurement les résultats d'essais.

##### 3.1.1 Le ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est le ciment portland avec un ajout de type CEM II 42,5 A de S.C.M.I. de la cimenterie de Meftah.

Il est généralement caractérisé pratiquement par les caractérisations physiques-mécaniques mentionnées dans le tableau 4.

Tableau 3.1: Caractéristiques physiques et chimiques du ciment.

Caractères	Le taux
La perte au feu	8,82%
La chaux libre	1%
La surface spécifique de Blain	4161 cm <sup>2</sup> /g
Refux (45 µm)	16 %
Refux (90 µm)	3%

En plus, une analyse chimique par diffraction des rayons X a fourni les résultats regroupés dans le tableau 3.2:

Tableau 3.2: La composition chimique du ciment.

Constituant	Pourcentage (%)
SiO <sub>2</sub>	15,4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,7
Ca O	60,9
Mg O	1,4
SO <sub>2</sub>	2,5
K <sub>2</sub> O	0,6
Na <sub>2</sub> O	0,3

### 3.1.2 Le sable normalisé

Le sable normalisé est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé et préparé dans un atelier moderne offrant toutes garanties de qualité et de régularité ; Il est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun  $1350 \pm 5$  g.



Figure 3.1: Sac de sable normalisé.

Sa composition granulométrique déterminée par tamisage est reportée dans le tableau suivant :



Tableau 3.3 : Composition granulométrique du sable normalisé. [3]

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0.08	99 ± 1
0.16	87 ± 1
0.50	67 ± 1
1.00	33 ± 1
1.60	7 ± 1
2.00	0

### 3.1.3 L'eau de gâchage

L'eau ajoutée lors du malaxage du béton est généralement appelée eau de gâchage. doit être vérifiée par les trois critères (chimique, physique et mécanique) si elle présente un doute. Pour éviter tout risque nous avons opté pour une eau de gâchage qui est l'eau distillée qui ne présente aucun risque d'après la norme sus citée à une température comprise entre 20 et 25°C.

### 3.1.4 Les adjuvants organiques

Parmi les différents types d'adjuvants organiques utilisés, on a choisi deux tensioactifs non ioniques de la famille des Tween (20 et 80) (figure.3.2) ainsi que deux polymères hydrosolubles de la famille des polysaccharides (la carboxyméthylcellulose : CMC et un dérivé d'amidon : l'octylsuccinate d'amidon) (figure.3.3). Le choix de ces composés amphiphiles s'est basé sur leur structure et éventuellement sur leur disponibilité sur le marché.

### 3.1.4.1 Les Tween 20 et 80

Sont des surfactants polysorbiques présentant un ester d'acide gras et une longue chaîne de polyoxyéthylène avec différent HLB.

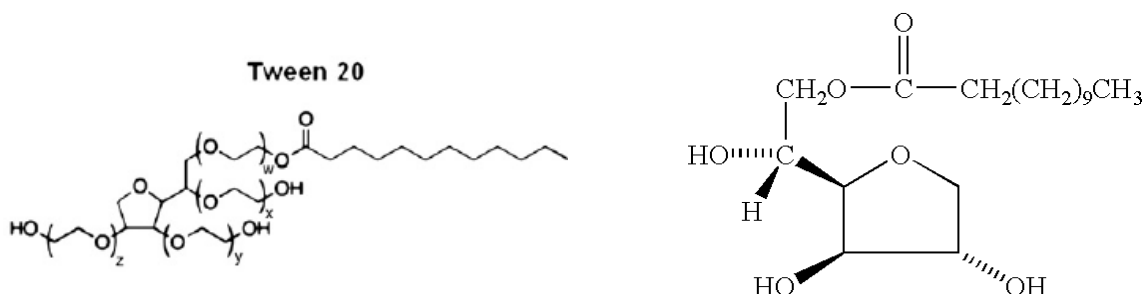


Figure 3.2: Structures chimiques du Tween 20 (à gauche) et du Tween 80 (à droite).

### 3.1.4.2 Carboxyméthylcellulose

La carboxyméthylcellulose est un dérivé cellulosique d'origine synthétique. C'est un dérivé de cellulose très hygroscopique. Il est constitué de plusieurs oses liés entre eux par des liaisons O-osidiques.

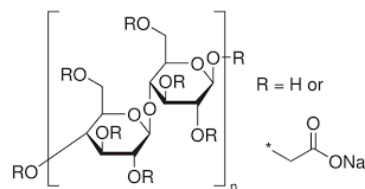


Figure 3.3: la structure chimique de CMC.

### 3.1.4.3 L'éther d'amidon

Sont des molécules très proches de la cellulose et des ses dérivés (seul le type de liaison chargé), utilisés pour leur propriétés d'épaississant et moins coûteux, ils vont permettre de comparer leurs effets à ceux des dérivés cellulosiques.

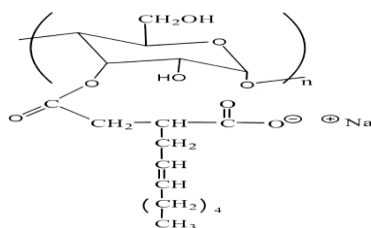


Figure 3.4 : la structure chimique du dérivé d'amidon.

### 3.2 METHODES ET ESSAIS

Notre but de ce travail, consacré à l'étude d'effet des adjuvants organiques sur le comportement des mortiers ; Les concentrations ou les quantités des ces adjuvants sont calculés par rapport à 450 g de ciment, présente dans le tableau suivants

Tableau. 3.4 : La quantité des adjuvants organiques par rapport ciment.

Adjuvants	CMC	Ether d'amidon	Tween 20		Tween 80	
Le pourcentage (%)	0,05	0,1	0,5	0,8	0,5	0,8
La quantité (g)	0,225	0,45	2,25	3,6	2,25	3,6

#### 3.2.1 Consistance normalisée

##### 3.2.1.1 Appareillage

- Balance de précision 1,0 g.
- Cylindre ou burette graduée à 1 % près.
- Un malaxeur (voir figure 3.6).
- Moule tronconique.
- L'appareil de Vicat (voir figure 3.5).



Figure.3.5: Appareil de Vicat.

##### 3.2.1.2 Réactifs

- L'eau distillée.
- Les éprouvettes doivent être bouillies et conservées.
- Le ciment
- Les adjuvants organiques (tween 20 ;tween 80 ;CMC et éther d'amidon )



Figure.3.6 : un malaxeur.

### 3.2.1.3 Mode opératoire

#### a. Malaxage de la pâte de ciment

- Peser 500 g de ciment à 1 g près.
- Prendre un volume d'eau, par exemple 125 ml à l'aide de l'éprouvette, l'introduire dans la cuve du malaxeur ; Et ajouter l'adjuvant avec l'agitation pour assuré la solubilité de ce dernier
- 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 à vitesse lente pendant 90 secondes.
- Au bout de ces 90 s, arrêter le malaxeur pendant 30 s pendant les quelles toute la pâte adhérant à 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. [15]

#### b. Remplissage du moule

- 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 effectuée avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte lisse.

#### c. Essai de pénétration

- Régler l'appareil de Vicat au préalable muni de la sonde (Voir Figure .3.5).
- Placer le moule et la plaque de base sur l'axe de la sonde de l'appareil de Vicat, abaissé 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.

#### **d. Détermination le pourcentage d'eau**

Soit V (ml) le volume d'eau utilise pour obtenir la pâte de consistance normalisée ( $6 \pm 1$  mm), le pourcentage d'eau est calculé par la formule suivante :

$$\% \text{ H}_2\text{O} = \frac{100}{500} *V \dots\dots\dots [15].$$

Avec 500 la masse de ciment et V le volume d'eau utilisé.

### **3.2.2 Le début et fin de prise**

#### **3.2.2.1 Confection de l'éprouvette**

A partir de la pate du consistance normale (pate normalisé et adjuvantée) Remplir immédiatement le moule tronconique avec la pâte ainsi préparer et araser la surface au moyen d'une truelle prenant appui sur le bord du moule, perpendiculaire à la surface et déplacée d'un mouvement de scie de faible amplitude.

Immerger dans l'eau le moule rempli de pâte adjuvantée ou le placer dans l'armoire humide.

#### **3.2.2.2 Détermination du début de prise**

**a.** L'aiguille de Vicat, descendue perpendiculairement à la surface de la pâte et immobilisée pendant un court arrêt quand elle entre en contact avec cette surface est abandonnée à elle même sans vitesse initiale.

**b.**Observer l'enfoncement de l'aiguille;les observations sont renouvelées jusqu'à constatation du début de prise.

c. Ces différentes observations sont effectuées sur moule immergé ou extrait de l'ambiance de conservation pendant un temps ne dépassant pas 5 mn et en des points différents.

d. Les points de mesurer doivent être écartés d'au moins 1.5cm de la paroi du moule et de 2 cm entre eux. [2]

### 3.2.2.3. Détermination de fin de prise

Elle correspond au moment où l'aiguille cesse de s'enfoncer et s'arrête à une distance inférieure à 2 mm de la face supérieure du moule tronconique rempli de la pâte normale.



Figure 3.7 : Appareil de Vicat automatique.

### 3.2.3. La stabilité

#### 3.2.3.1. Matériels utilisés

- les moules de Chatelier.
- La pâte normalisée et adjuvantée .
- Armoire et bouilloire.



Figure 3.8 : les moules de chatelier.

3.2.3.2. Mode opératoire

- dans cet essai aussi on utilise la pate adjuvantés de essai du consistance normale
- Travailler sur un nombre de deux moules au moins.
- Introduire immédiatement, a l'aide d'un objet adéquat, la pâte de ciment dans le moule Le Chatelier, préalablement placé sur une plaque de verre plane, légèrement graissée et le remplir sans tassements ni vibrations excessif. (Voir figure 3.8).
- Enlever l'excès de pâte par un mouvement de va et vient effectuée avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte .
- Mesurer les écarts entre les deux branches du moule
- Etiqueter le moule et le couvrir d'une plaque de verre légèrement huilée et si nécessaire, munie de poids supplémentaire et placer alors immédiatement l'appareil complet dans la chambre (armoire) humide pendant  $24 \pm 0,5$  h a  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  et une humidité d'au moins 98 %.
- Mesurer les écarts entre les deux branches du moule Le Chatelier avant leur introduction dans la bouilloire. Comparer les valeurs
- Placer les moules dans une bouilloire pendant  $03\text{h} \pm 5\text{min}$ . [2]

2.3.3. Détermination l'expansion

- Laisser refroidir a la température de la salle  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .
- Pour chaque moule, mesurer la différence entre les écarts, avant et après le traitement des moules dans l'eau bouillante.

L'expansion est définie comme suit, soit :  $L_1$  est la l'écart avant la cure dans l'eau bouillante ; et  $L_2$  c'est la l'écart après la cure dans l'eau bouillante.

L'expansion est donc égale à la différence.  $\text{Expansion} = L_2 - L_1$  en (mm) [2].

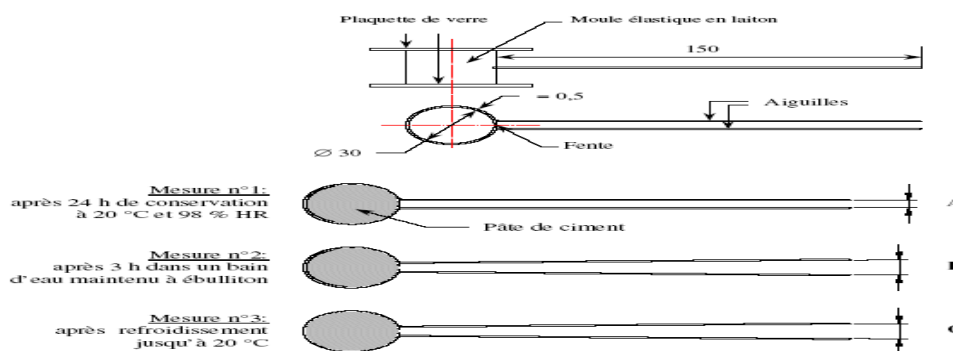


Figure 3.9: principe d'essai de l'expansion (stabilité) [2].

### 3.2.4 La résistance et la flexion à la compression

#### 3.2.4.1 Principe de l'essai

L'essai consiste à étudier les résistances à la traction et à la compression d'éprouvettes de mortier normal. Dans un tel mortier la seule variable est la nature de liant hydraulique; la résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment [10] .

#### 3.2.4.2 Appareillage

- Une salle maintenue à une température de  $20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 %. armoire humide maintenue à une température de  $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  et à une humidité relative supérieure à 90 %.
- Un malaxeur normalisé et table à choc. (voir figure 3.10).
- Des moules normalisé permettant de réaliser 3 éprouvettes prismatiques de section carrée  $4\text{cm}\times 4\text{cm}$  et de longueur 16cm (elles sont appelés 'Eprouvettes  $4\times 4\times 16\text{ cm}$ '). (voir la figure 3.11).



Figure 3.10: un malaxeur normalisé.



Figure 3.11: malle pour l'éprouvette.

- Un appareil à chocs, figure 3.12, permettant d'appliquer 60 chocs aux moules en les faisant chuter d'une hauteur de  $15\text{mm}\pm 0,3\text{mm}$  à la fréquence d'une chute par seconde pendant 60 S.
- Une machine d'essais de résistance à la flexion permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10KN. La machine doit être pourvue d'un dispositif de flexion tel que celui schématisé sur la figure 3.13.



- Une machine d'essais à la compression permettant d'appliquer des charges jusqu'à 150 KN (ou plus si les essais l'exigent) avec une vitesse de mise en charge de 2400 N/s  $\pm$  200 N/s. Cette machine est équipée d'un dispositif de compression tel que celui schématisé sur la figure 3.13.



Figure.3.12 : machine d'essai de résistance



Figure3.13:l'appareil à chocs

### 3.2.4.3 Mode opératoire

#### a. Préparation du mortier

La composition du mortier à tester est le suivant :

- Sable normalisé = 1350 g  $\pm$  5 grammes.
- Ciment = 450  $\pm$  2 grammes.
- eau de gâchage = 225g $\pm$ 1 g (le rapport de E/C est donc 0,50).
- Les adjuvants (tween 20 ; tween 80 ;CMC et éther d'amidon) .

Donc le mode opératoire résumé dans les étapes suivantes :

- Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment soigneusement et l'adjuvant.
- Mettre alors le malaxeur en marche à petite vitesse.
- Après 30 secondes, introduire le sable régulièrement pendant les 30 secondes qui suivent, et continuer à malaxer pendant 30 autres secondes.
- Arrêter le malaxeur pendant 1min30 S pendant les 15 premières secondes, enlever à l'aide d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent aux parois et au fond vers le milieu de celui ci.
- Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 1 minute.

Tableau .3.5 : Opérations pour déterminer le mortier normal.[2]

Opérations	Introduction d'eau	Introduction du ciment		Introduction du sable		Raclage de la cuve	
Durée des opérations	3 S		30 S	30 S	30 S	30 S	90 S
Etat du malaxeur	Arrête		Vitesse lente			Arrête	Vitesse lente

### b. Préparation des éprouvettes

- Le moule et sa hausse fermement fixés à la table à choc.
- Remplir avec précaution à l'aide d'une cuillère convenable, le moule à moitié et dans chaque compartiment de celui ci.
- Etaler la couche uniformément en utilisant une spatule adéquate. (La tenir verticalement et avec des mouvements de va et vient)
- Démarrer ensuite l'appareil à choc pour 60 coups.
- Introduire la seconde couche, niveler avec la spatule et démarrer l'appareil pour 60 autres coups.
- Retirer avec précaution le moule de la table et ôter la hausse,
- enlever immédiatement l'excès de mortier avec une règle métallique plate, anime de lents mouvements. Lisser la surface des éprouvettes en tenant la règle presque à plat. Etiqueter les moules pour identification.



Figure .3.14 : les images des différents étapes pour préparer un moule .

- Placer sans tarder les moules dans une armoire humide à régulation de température, pendant 24 h.
- Après 24 heures de cure ainsi faire sortir les moules et procéder au démoulage des éprouvettes.
- Immerger sans tarder les éprouvettes dans un bain d'eau a régulation de température ( $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ).



Figure.3.15: des éprouvettes adjuvantes



Figure.3.16: bain des éprouvettes

### c. Essais des éprouvettes

#### c.1 Résistance à la flexion

- Placer le prisme dans le dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui. Voir figure.3.17.
- Appliquer la charge verticalement et faire augmenter uniformément la charge jusqu'à rupture. Conserver les deux demis prismes.

#### c.2 Résistance à la compression

- Placer le demi-prisme en compression sur les faces latérales de moulage.
- Centrer chaque demi-prisme dans le compartiment d'essai ; voir figure.3.18.
- Appliquer la charge verticalement et faire augmenter uniformément la charge jusqu'à rupture.



Figure.3.17: presse de flexion.



Figure.3.18 : presse pour compression.

### 3.2.5 L'étalement

#### 3.2.5.1 L'appareillage

- Une table à secousses (voir figure 3.19).
- Mortiers adjuvés à l'état durcit.
- La règle de mesure.

#### 3.2.5.2 Mode opératoire

- L'essai de la pâte s'effectue sur une table à secousses (immobile) pendant l'essai
- Mettre le mortier adjuvé dans le con et tasser bien. (voir figure 3.19)
- Retirer le con et lancer l'appareil



Figure .3.19 : table à secousses.



Figure .3.20 : la galette.

Pendant cette opération qui est répétée dix fois, le mortier s'étale on mesure le diamètre moyen de la galette ; (voir figure 3.20).

### 3.2.6 Essai de maniabilité

#### 3.2.6.1 Appareil et mode opératoire

L'appareil utilisé est appelé Maniabilimètre LCL (B). Il consiste en un boîtier parallélépipédique métallique (7.5cm x 7.5cm x 15cm) posé sur des supports en caoutchouc équipé d'un vibreur et muni d'une cloison amovible.

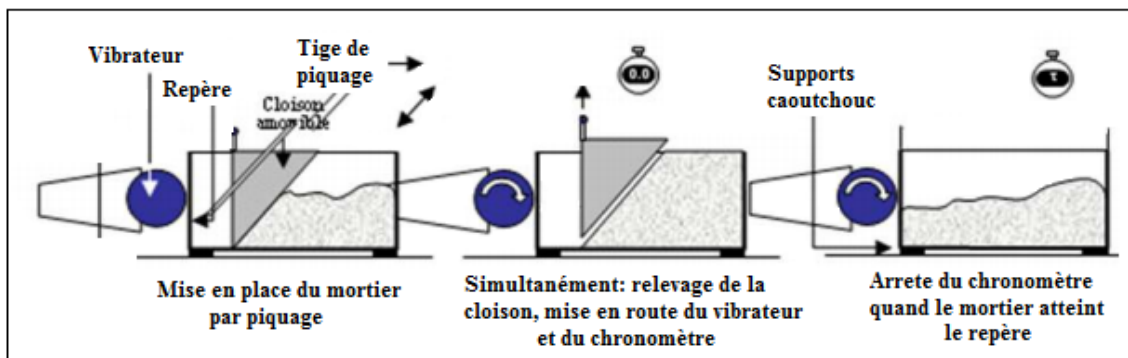


Figure .3.21 : Principe de fonctionnement du maniabilimètre LCL(B).

Le mortier adjuvanté est introduit dans la partie désigné sur la figure .3.22 délimitée par la cloison et mis en place par piquage en quatre couches. Quatre minutes après la fin du malaxage la cloison est retirée provoquant la mise en route du vibreur

Et le déclenchement d'un chronomètre par l'opérateur. Sous l'effet de la vibration le mortier s'écoule, le chronomètre est arrêté une fois le mortier atteint un trait repère sur la paroi opposée du boîtier.

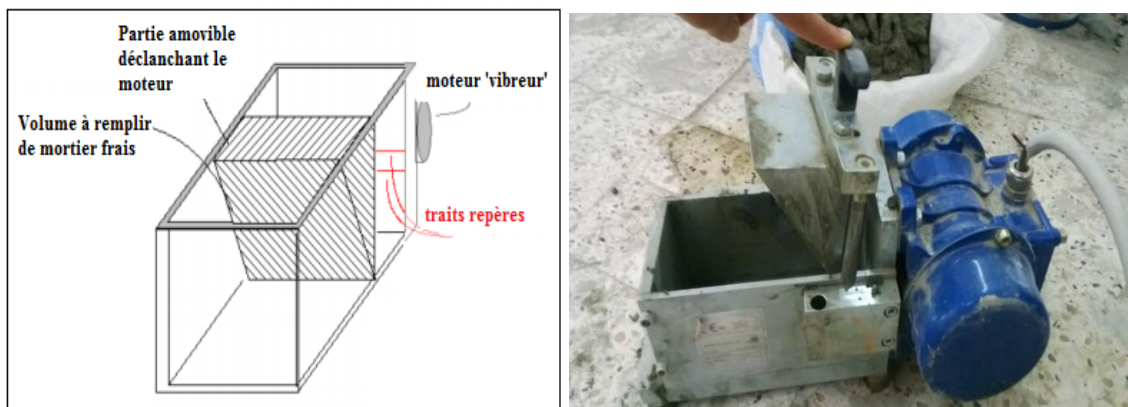


Figure .3.22 : Maniabilimètre LCL .

### 3.2.7 Confection des perles pour l'analyseur XRF

#### 3.2.7.1 L'appareillage

- Mortier adjuvanté a l'état durcit .
- Un fondons (FX-X100-2)
- Parleuse.( voir figure3.23).
- L'appareille de XRF.



Figure.3.23 : perleuse.

#### 3. 2.7.2 Mode opératoire

- Peser exactement la quantité de matière (10 g).
- Placer l'échantillon dans le broyeur à disque et fermer la porte du broyeur.
- Pousser le bouton vert (Bouton de démarrage) et attendre jusqu'à ce que le l'opération de broyage soit finie.

Après l'étape de broyage on passe vers l'étape de calcination ( $T=950c^{\circ}$ )

- Mettre dans les creusés en platine la matière broyée et calcinée et ajouter 7g de fondons.

#### 3.2.7.3 Presse

- Choisir le numéro du programme.
- Prendre l'échantillon broyé sur une feuille de papier propre et sec.
- Placer l'anneau en acier en place dans la machine "Presse Hydraulique".
- Verser avec précaution la matière dans l'anneau et uniformiser la surface de la matière.
- Fermer la porte de la presse et presser sur le bouton vert (bouton de démarrage). Attendre Jusqu'à ce que l'opération de pression soit terminée.
- Ouvrir la porte et prendre l'anneau avec précaution (Ne pas toucher la face supérieure de la pastille avec les doigts).
- Nettoyer la face inférieure avec l'aspirateur.
- Sur la face inférieure, porté à l'aide d'un crayon l'identification de l'échantillon, Le ramener à la salle des Rayons X pour analyse.

-

## Chapitre 4 : Résultats et discussion

### Introduction

L'objectif de cette partie expérimentale de notre travail est la caractérisation des mortiers et des pâtes du ciment adjuvantés par des polymères amphiphiles et des tensioactifs non ioniques. La thématique se limite à l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques des mortiers.

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 étudiés les concentrations en adjuvants obéiront aux fractions adjuvant/ciment suivantes : (A/C) : 0,05 ; 0,1 ; 0,5 et 0,8). 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 7, 28 et 90 jours des éprouvettes.
- L'essai de l'étalement.
- Le test de maniabilité.

Enfin, une analyse chimique par diffraction aux rayons X d'éprouvettes de mortiers a été également réalisée sur des mortiers adjuvantés et non adjuvanté.

### 4.1 Résultats expérimentaux obtenus pour les polymères

Parmi les plusieurs types des polymères amphiphiles on a choisie le carboxyméthylecellulose dérivé de cellulose avec une concentration de (0,5%) et l'éther d'amidon avec une concentration de 0,1%. L'incorporation des ces adjuvants se fait directement dans le ciment sous forme de poudre.



### 4.1.1 La consistance normale

La consistance normale ou la demande en eau permet de juger la capacité d'une pâte de ciment à stocker l'eau. Ça consiste à déterminer la quantité d'eau nécessaire pour préparer une pâte normale. Les résultats obtenus sont donnés par la figure 4.1.

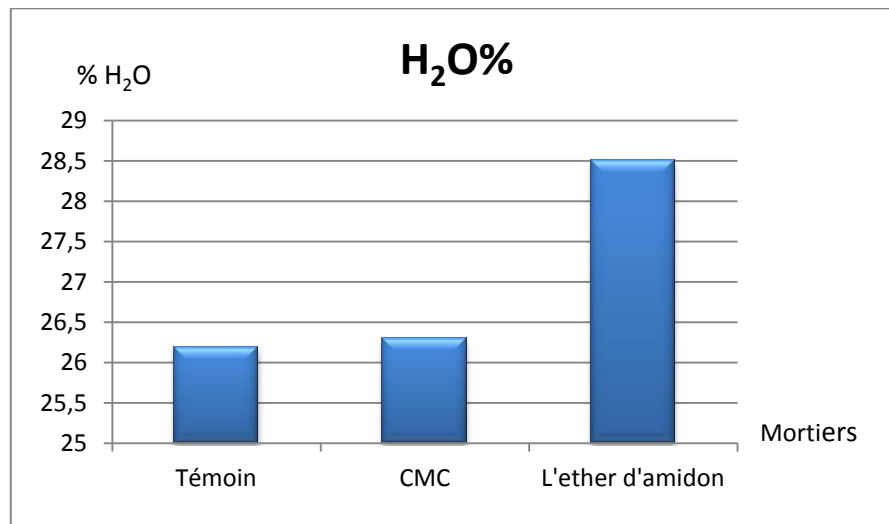


Figure .4.1: comparaison le pourcentage d'eau ajouté pour l'obtention d'une pâte normale.

Le mortier témoin possède une valeur de rétention d'eau de (26,2%). L'introduction du polyanion qu'est la CMC engendre une faible de ce paramètre augmentation faible de cette propriété (26,4%). En revanche, le dérivé d'amidon par contre l'éther d'amidon nécessite une pourcentage d'eau supérieure à celle adjuventée en (CMC ) le caractère hydrophobe entraine un meilleure capacité de la pâte à stocker l'eau .

### 4.1.2 Début et fin de prise

Le temps de prise est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment de consistance normalisée, les résultats obtenus sont donnés par la figure.4.2

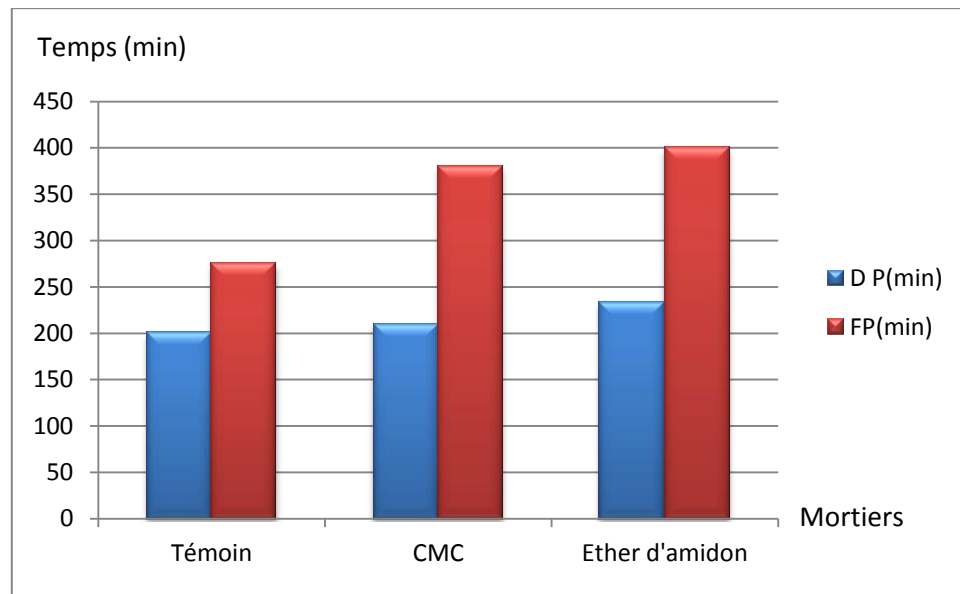


Figure .4. 2: Comparaison des temps de début et fin de prise du témoin et des pâtes adjuvantée.

La même tendance est observée pour les temps de début de prise ; en effet l'adjonction du polysaccharide amphiphile fait augmenter d'une manière significative des temps de prise et notamment les temps de fin de prise. Le polysaccharide hydrophobiquement modifié (dérivé d'amidon) laisse entrevoir un temps de fin de prise équivalent au double de celui du témoin. Il semblerait que l'adjuvant amphiphile, notamment à plus faible HLB (l'hydrophobiquement modifié) et grâce à la greffe hydrophobe, participe activement dans la formation du film interstitiel et par conséquent sur le déroulement des réactions d'hydratation conduisant au durcissement.

#### 4.1.3 La stabilité

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 .4.3

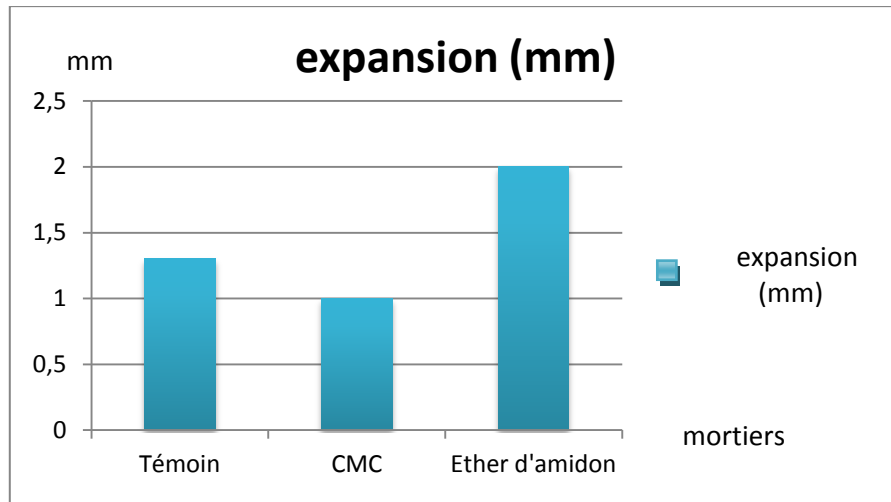


Figure .4.3: Comparaison des taux de gonflement des pâtes adjuvantées.

Si le témoin montre une expansion de 1,3mm, celui adjuvanté par la CMC accuse un recul. Toutefois, l'adjonction du dérivé d'amidon permet de doubler le taux de gonflement. La CMC semble convenir pour une meilleure stabilité de la pâte alors que le groupement succinate lui porte préjudice.

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.

#### 4.1.4 La résistance à la flexion

Les résistances en flexion des mortiers adjuvantés étudiés sont développées en fonction du temps dans la figure .4.4 .

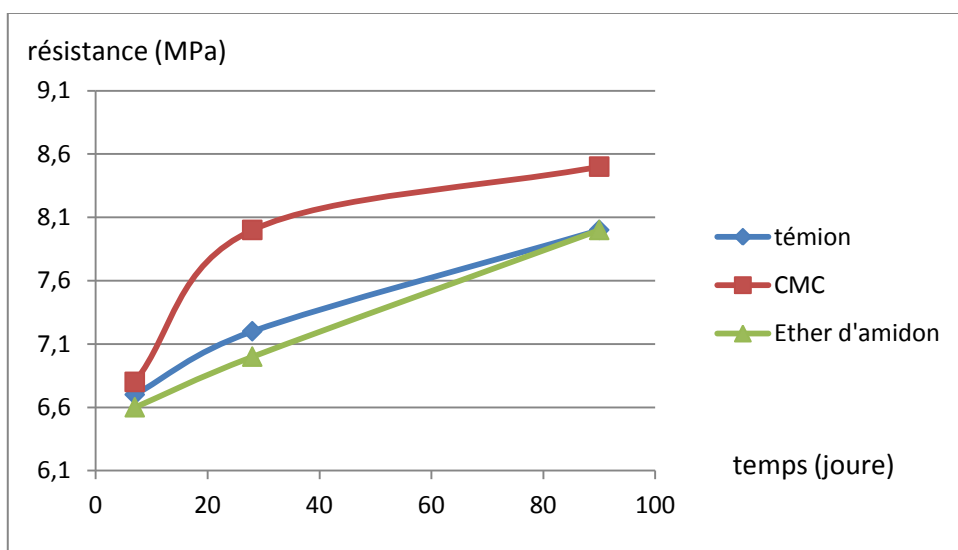


Figure .4.4 : Résistance à la flexion des mortiers adjuvantés en polymères hydrosoluble.

Quoique la résistance à la flexion soit un test pas très apprécié par les industriels, l'évolution de ses modules pourrait contribuer à une meilleure compréhension du comportement des mortiers adjuvantés par des molécules apparentées comme c'est le cas des deux polysaccharides considérés dans ce travail. Ce qui ressort principalement des résultats rassemblés dans la figure .4.4 se résume au bon effet de l'adjonction des deux polysaccharides.

#### 4.1.5 La résistance a la compression

Les résultats d'essais à la compression en fonction de temps sont donnés dans la figure .4.5 ;

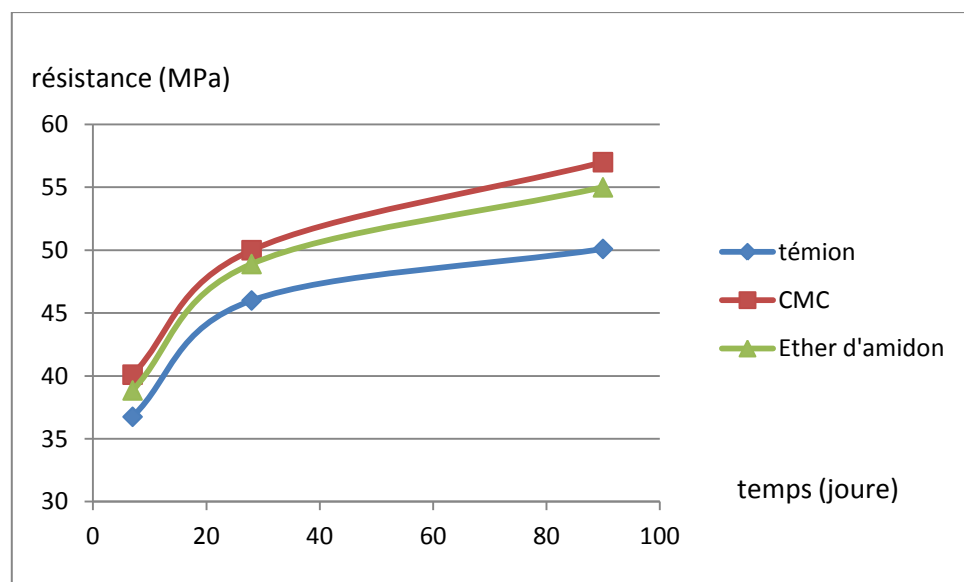


Figure .4.5: Résistance à la compression des mortiers adjuvantés en polymères hydrosoluble.

D'après les résultats de cet essai mécanique, on remarque une distinction des modules de résistance dès le jeune âge en faveur des mortiers adjuvantés. Dès la première semaine, l'effet de la CMC se fait sentir et continue à doper la résistance à la flexion même après trois mois. Etant tous les deux des dérivés anioniques, il semble que les anions carboxylates arborant les structures des adjuvants sont responsables de ce comportement. La partie hydrophobe, (en C<sub>11</sub>) relativement importante par rapport à celle de la CMC (en C<sub>1</sub>), pourrait constituer un handicap dans la répartition des agrégats au sein du mortier durci.

#### 4.1.6 Résultats d'essai d'étalements

A défaut de rhéométrie, 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) nous permet d'évaluer la fluidité ou la viscosité des mortiers notamment adjuvantés. Les résultats sont donnés dans la figure .4.6.

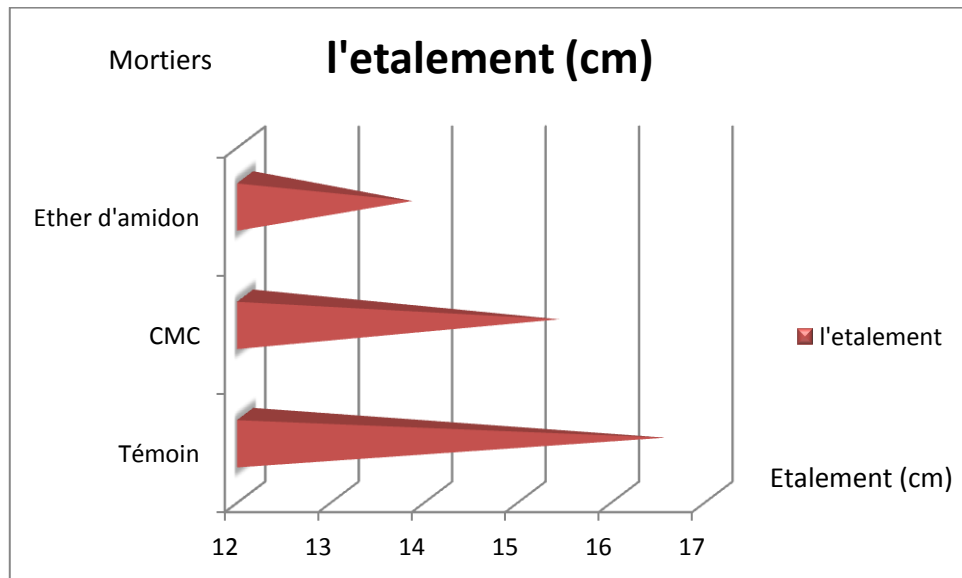


Figure .4.6: Effet es adjuvants sur l'étalement des mortiers.

Avec la même quantité d'eau utilisée pour les trois mortiers, le dérivé d'amidon fait diminuer la fluidité de la pâte ainsi que la CMC. Le polysaccharide hydrophobiquement renforce cette tendance.

#### 4.1.7 Résultats d'essai de maniabilité

L'essai de maniabilité consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un mortier a l'état frais soumis à des vibrations, le rapport A/C choisis pour cette manipulation est 0,05%.Et la figure .4.7 représente les résultats de cette essai.

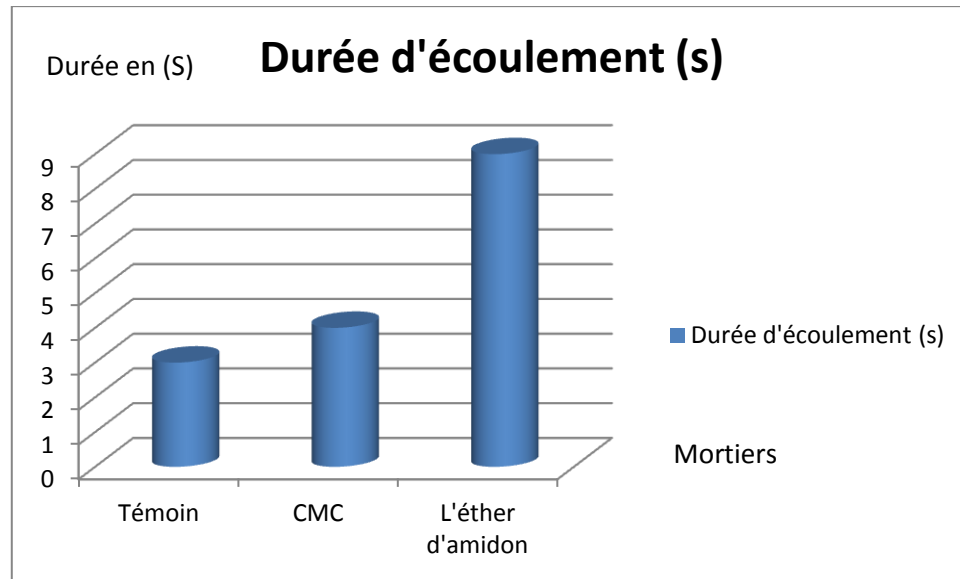


Figure .4.7: Comparaison de la maniabilité des mortiers adjuvantés et témoin.

La maniabilité des mortiers ou la durées d'écoulement est augmente pour les mortiers adjuvantés par les polymères amphiphiles. Aucune irrégularité n'est enregistrée et la tendance inverse est respectée entre l'étalement et la durée d'écoulement

#### 4.1.8 Les résultats d'analyse chimique en XRF

L'analyse chimique consiste à déterminer la composition chimique des mortiers adjuvanté a l'état durcie. Le tableau suivant nous donne les résultats en pourcentage de huit composés chimiques. Notons que cette technique est utilisée en routine dans les différents laboratoires de l'industrie cimentière. Elle est également utilisée en ligne dans les cimenteries de manière à contrôler en continu la qualité de la production.

Tableau .4.1: Comparaison des compositions chimiques des mortiers adjuvantés et témoi

Mortiers	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
Témoin	70,78	2,83	0,82	12,37	3,89	0,6	0,61	0,05
CMC	71,54	2,25	0,79	12,63	4,25	0,58	0,62	0,05
L'éther d'amidon	73,04	2,34	0,89	13,02	3,93	0,63	0,68	0,06

La comparaison des constitutions des mortiers montrent que l'adjonction des adjuvants ne provoque pas un décalage spectaculaire de la composition chimique en matière minérales. Ce résultat nous permet de consacrer les comparaisons observés et engagées entre les mortiers du témoin et ceux adjuvantés.

## 4.2 Résultats expérimentaux obtenus pour les tensioactifs

Dans ce projet on a étudié l'effet des tensioactifs non ioniques sont le tween 20 et le Tween 80 avec deux concentrations différents 0,5% et 0,8%. Ces adjuvants sont dispersés dans l'eau avant l'incorporation. Notons que le choix porté sur la famille des Tween revient à leur absence des travaux scientifiques, dans la thématique qu'on vise, malgré la multiplicité d'application de ce tensioactif non ionique synthétique dans les domaines les plus variés.

En suivant le même protocole suivi auparavant avec les polysaccharides, les résultats obtenus avec les Tween seront développés selon la succession déjà établie.

### 4.2.1 La consistance normale

La figure suivant représente les résultats de la consistance normale en fonction de mortier adjuvantée par des tensioactifs.

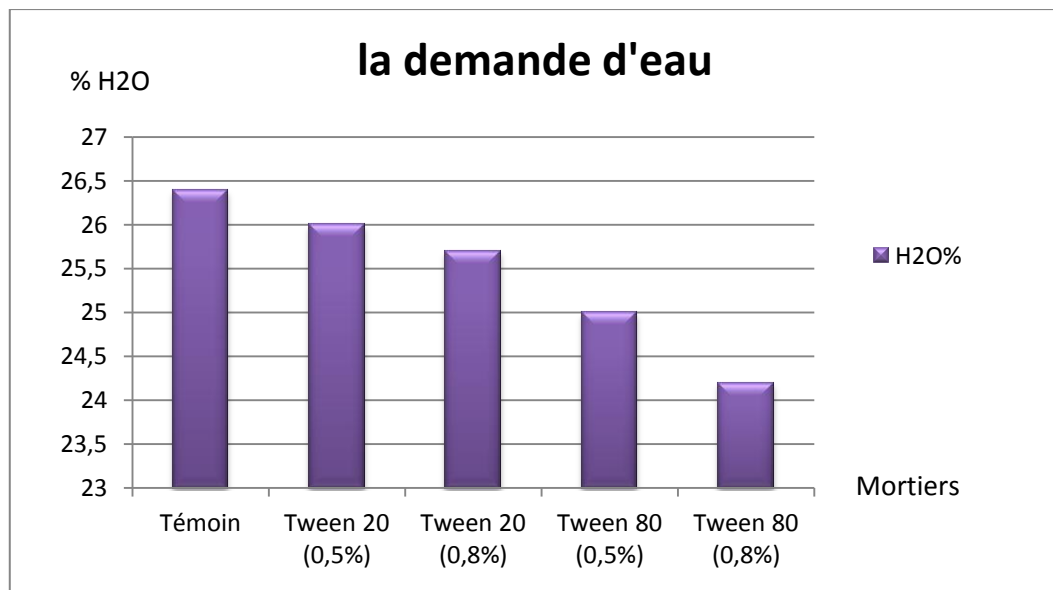


Figure .4.8 : les résultats d'essai de consistance normale.

La demande d'eau de ces mortiers diminue avec la HLB des tensioactifs. Ainsi, le Tween 20, qui est le tensioactif non ionique le plus hydrophile demande plus d'eau. La partie hydrophile, plus développée du Tween 20, arrive à piéger plus d'eau que la Tween 80.

### 4.2.2 Début et fin de prise

Le temps de début et fin de prise des mortiers adjuvantés par des tensioactifs non ioniques avec des concentrations différents donnent la figure suivante :

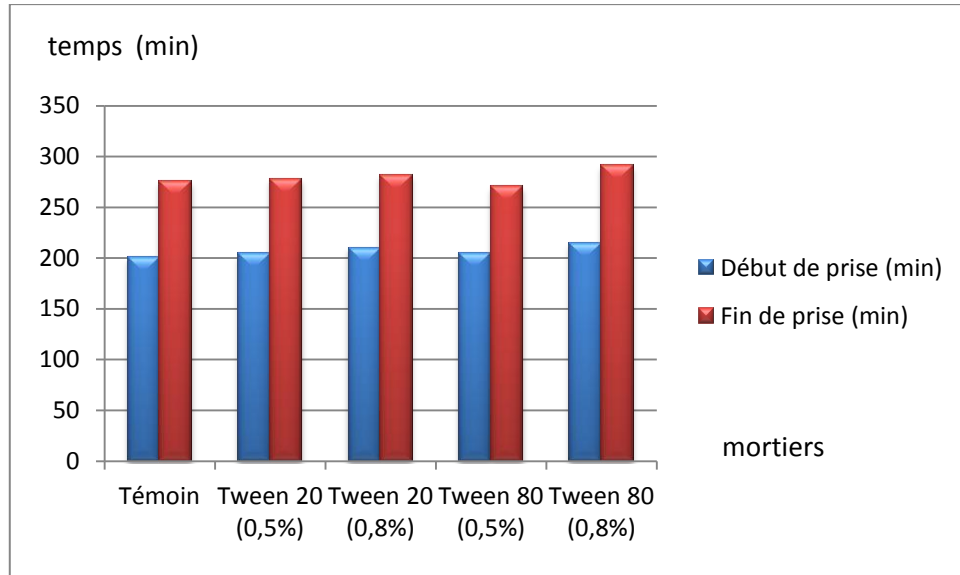


Figure .4.9: les résultats de début et fin de prise des mortiers adjuvantés .

Malgré la différence des masses moléculaires et des HLB, entre le Tween 20 et le Tween 80, les mortiers adjuvantes par les tensioactifs présentent des temps de prise très proches de ceux du témoin.

### 4.2.3 La stabilité

En ce qui concerne la stabilité, parmi le panel des échantillons examinés, seul le Tween 80 (à 0,8%) montre un comportement apprécié par rapport a reste comme c'est explicité dans la figure figure.4.10.



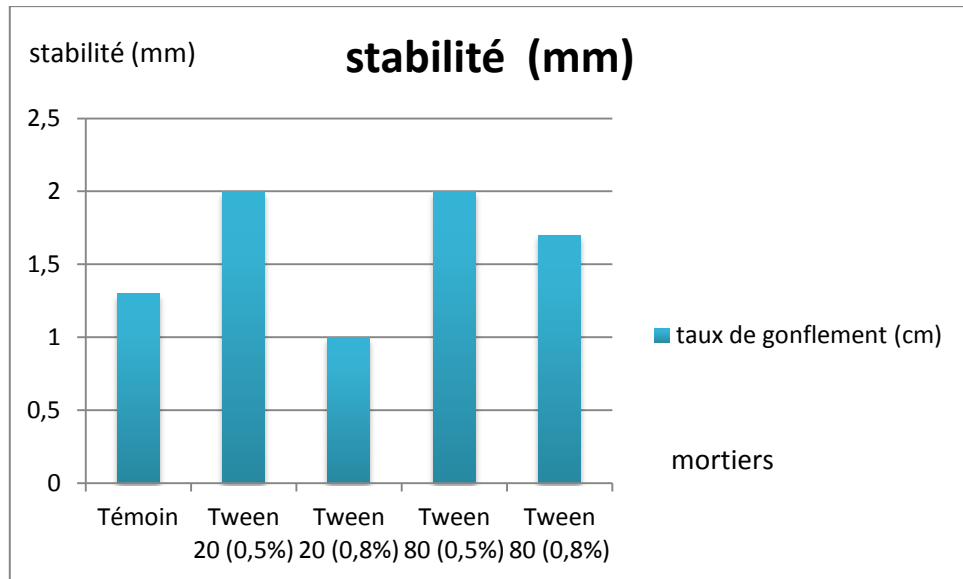


Figure .4.10 : Résultats d’essai de gonflement des mortiers adjuvanté et témoin .

#### 4.2.4 La résistance a la flexion

Les résistances à la compression des mortiers adjuvantés par deux types de tensioactifs non ionique en fonction du temps sont présentées dans la figure. 4.11 pour le Tween 20 et la figure. IV.12 pour le Tween 80.

##### a. Pour le tween 20

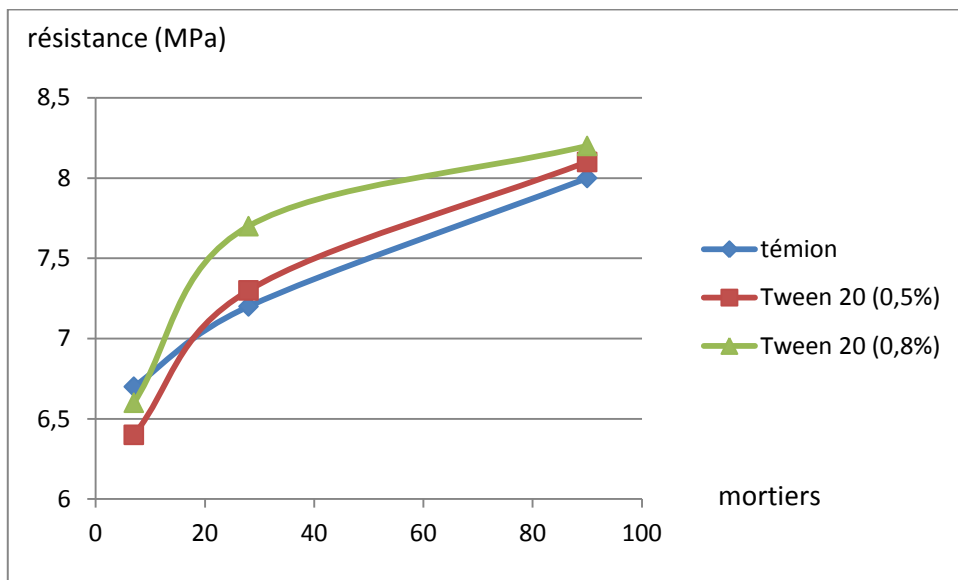


Figure .4.11 : Evolution de la Resistance a la flexion des mortiers adjuvantés.

Les courbes montrent une augmentation de résistance a la flexion pour les trois mortiers en fonction du temps ; cette augmentation varie entre l'un de l'autre au jeune âge, mais en 90 jours les résistances devenir similaire. Car le tween 20 accélérer la réaction de  $C_3S$ , au jeune âge sitôt, on peut dire que la résistance augmente que le dosage de ce tensioactif augmente.

### b. Pour le tween 80

Les courbes suivantes représentent le développement de la résistance à la flexion pour les mortiers adjuvantés par le Tween 80 avec des dosages différents

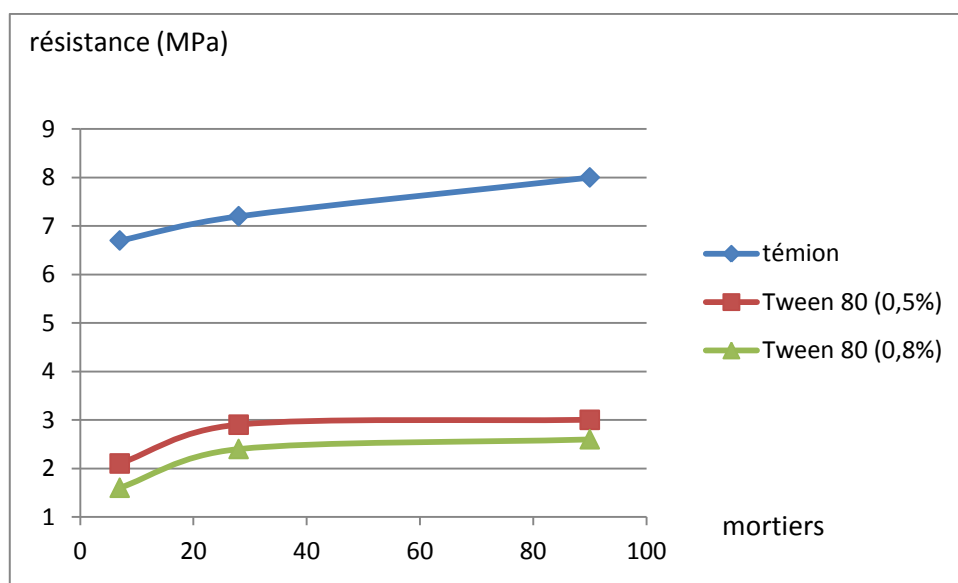


Figure .4.12 : Evolution de la Resistance a la flexion des mortiers adjuvantés.

Si on compare le résultats de témoin avec les résultats de ce adjuvant on remarque que ce dernier nous donne des résistances très faible, par ce que dans la mise en forme des mortiers ; le Tween 80 crée beaucoup des mousses ou des bulles d'aire dans le mortier, ce phénomène permet d'abasier la résistance mécanique. Par conséquent, le Tween 80 pourrait constituer un adjuvant entraineur d'air, contrairement au Tween 20 qui conserve les propriétés mécaniques du mortier et dépasse les performances du témoin.

### 4.2.5 La résistance a la compression

La même tendance est observée dans le cas des modules de la résistance à la compression des mortiers. Les figures 4.13 et 4.14 montrent bien le bon effet de l'adjonction du Tween 20 sur les propriétés mécaniques grâce à ses motifs polyoxyéthylénés. Le Tween 20 est un bon plastifiant.

### a. Pour le tween 20

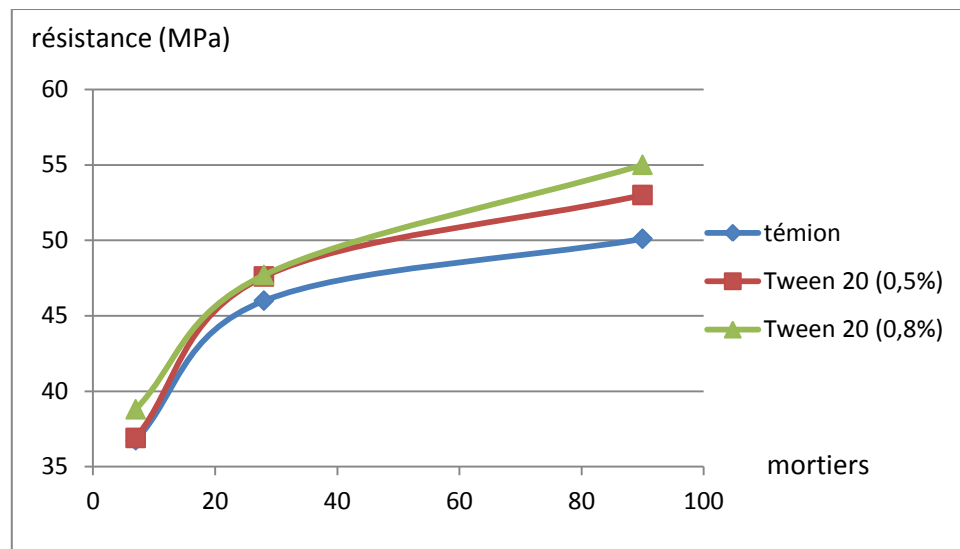


Figure .4.13 : les résultats d'essai de compression des mortiers adjuvantés .

Les graphes présentent le développement de résistance à la compression des mortiers adjuvantés par le tween 20. Dès le jeune âge, la résistance augmente de la même manière pour les trois mortiers mais au bout de 90 jours on peut remarquer que le tween 20 à 0,8% montre une amélioration importante de la résistance par rapport à 0,5% de tween 20.

### b. Pour le tween 80

Les figure suit nous donne les résultats de développement du résistance à la compression des mortiers adjuvantées par le tween 80 .

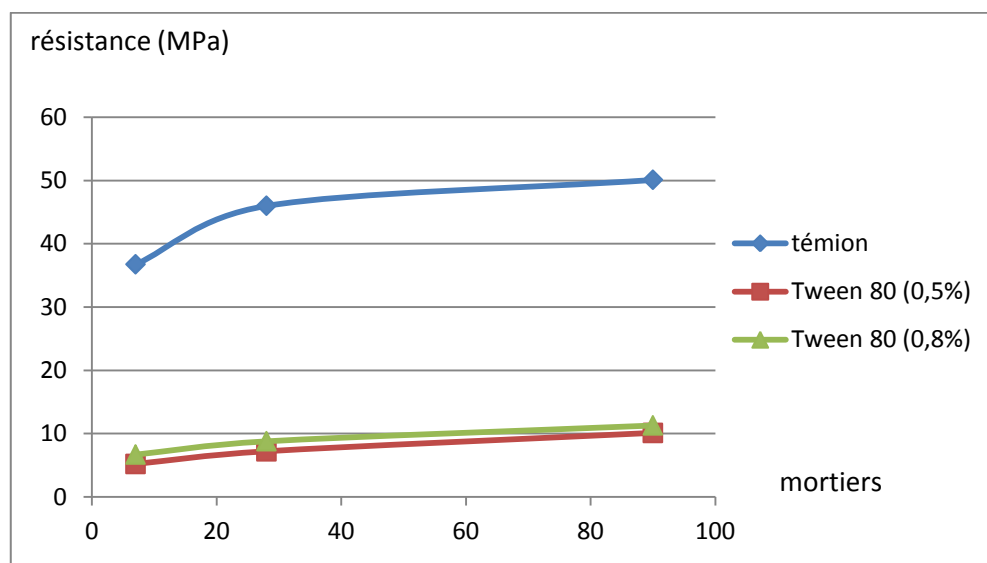


Figure .3.14 : les résultats d'essai de compression des mortiers adjuvantés

Même tendance a été observé pour la résistance a la flexion ; car les deux résistances sont dépendants, donc on peut dire que le Tween 80 représente une faible résistance a la compression pour les mortiers.

#### 4.2.6 Résultats d'essai d'étalements

La structure des tensioactifs ainsi que les concentrations en matière active influencent d'une manière significative le diamètre des galettes des mortiers adjuvantés. En effet, l'adjuvant entraîneur d'air qu'est le Tween 80, accentue la fluidité notamment aux concentrations les plus élevées. L'absence du tensioactif classe le témoin en bas d'échelle de fluidité.

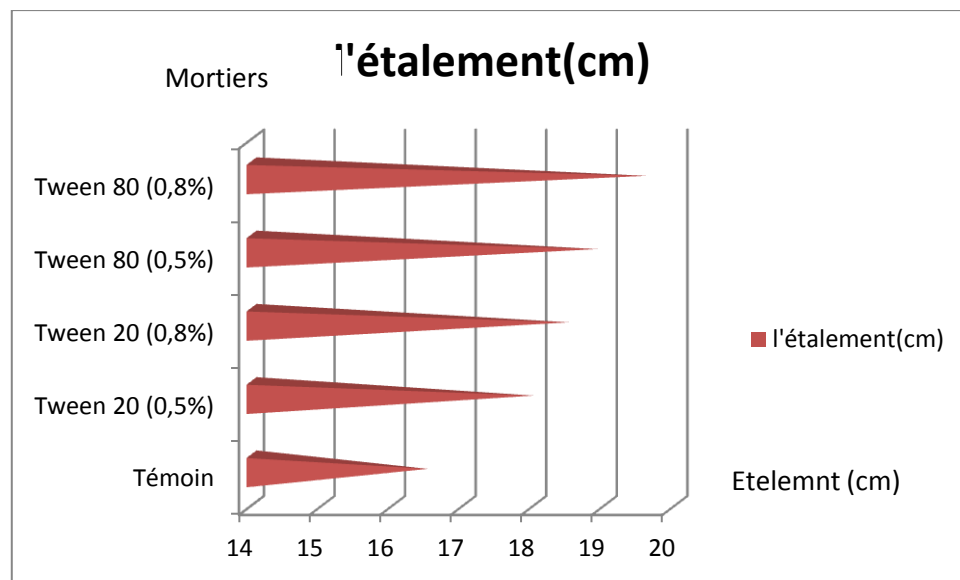


Figure .4.15 : La comparaison d'étalement des mortiers adjuvanté et le témoin .

Les résultats montrent que l'étalement des mortiers augmente quand HLB de tensioactif diminue et quand la concentration des ces adjuvants augmente aussi, c'est à dire le tween 20 donne un bon étalement avec les deux concentrations ; par contre le tween 80 il dépasse les normes ( $17 \pm 1$ ).

#### 4.2.7 Résultats d'essai de maniabilité

Les résultats d'essai de maniabilité sont donnés dans le figure suivant qui représente la durée d'écoulement pour chaque mortier.

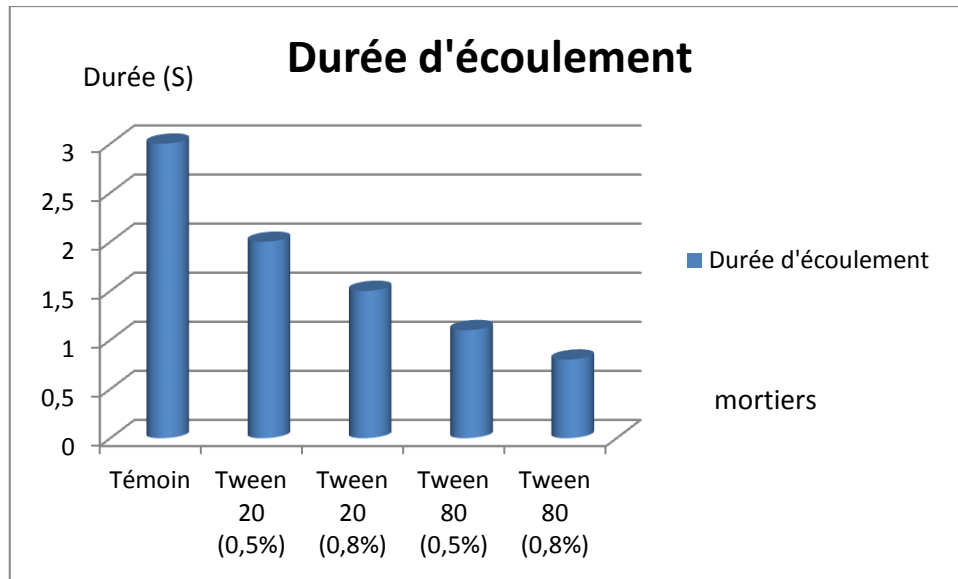


Figure .4.16 : Les résultats d'essai de maniabilité des mortiers adjuvantés .

Les tendances à l'écoulement sont inversement proportionnelles à celle de l'étalement. Cette logique impose une diminution du temps d'écoulement au plus faible HLB et aux plus fortes concentrations en matière active.

#### 4.2.8 Résultats d'analyse chimique en XRF

Les résultats d'analyse chimique pour les mortiers adjuvantés par les tensioactifs non ioniques sont représentés dans le tableau .4.2.

Tableau .4.2 : Comparaison des compositions chimiques des mortiers adjuvantés et témoin.

mortiers	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	PAF
Témoin	70,78	2,83	0,82	12,37	3,89	0,6	0,61	0,05	9
Tween 20	70,79	2,29	0,87	13,39	3,62	0,63	0,62	0,05	8
Tween 80	70,79	2,25	0,91	13,51	3,5	0,61	0,64	0,05	8

Les mêmes constatations sont enregistrées dans le cas des mortiers adjuvantés en tensioactifs en matière de composition chimique en matière minérale.

## Introduction générale

La formulation des mortiers et pendant très longtemps, a reposé sur une simple association ternaire ciment, eau et granulat qui s'est fait progressivement remplacé par une combinaison à quatre constituants : ciment, eau, granulats, adjuvants inorganiques ou organiques .

L'incorporation des adjuvants est maintenant une technique importante afin d'améliorer les propriétés physico-mécaniques des mortiers tels que la résistance, la durabilité...etc. Ces adjuvants affectent de manière significative la rhéologie des matériaux à base de ciment à l'état frais, qui est directement reliée avec le développement des propriétés physico-mécaniques des matériaux durcis.

A l'heure actuelle, les adjuvants organiques sont donc couramment employés. Les principales familles se limitent à des polymères amphiphiles ou des tensioactifs synthétiques. Les premières générations de polymères utilisés sont des dérivés sulfonés comme les lignosulfonates, naphthalènes sulfonates : ils exercent une dispersion par répulsion électrostatique, cependant l'effet n'est pas aussi important que pour les copolymères à base de chaînes d'acide polyméthacrylique greffées par des chaînes poly(oxyde d'éthylène) (ou PEO). De tels produits ont une structure plus facilement contrôlable et sont bien connus pour affecter les propriétés d'adsorption et de dispersion de particules colloïdales.

De nombreux travaux ont déjà abordé l'étude de la relation des structures chimiques des adjuvants organiques avec leur effet sur les propriétés physico-chimiques des mortiers. Toutefois, notre approche repose sur l'étude de molécules conçues aux moindres coûts et disponibles sur le marché.

Notre travail a été réalisé essentiellement au niveau du laboratoire de physico-mécanique de la cimenterie de Meftah depuis Février 2015. Les adjuvants organiques choisis sont un dérivé de cellulose (carboxyméthylcellulose) et un dérivé d'amidon (octylsuccinate d'amidon) de la famille des polysaccharides. Tandis que ceux de la famille des tensioactifs appartiennent à la famille des tensioactifs non ioniques du type Tween à différents HLB (Tween 20 et Tween 80).

La plupart des caractérisations ont été réalisés à la cimenterie de Meftah. En plus, une série de tests de maniabilité et d'écoulement du mortier à l'état frais ont été réalisés au sein du laboratoire de génie des matériaux au niveau du département de génie-civil de l'université de Blida 1. L'objectif était donc de situer le rôle des fonctions organiques des adjuvants dans l'amélioration des propriétés mécaniques des mortiers.

Le présent mémoire est composé de quatre chapitres et qui sont comme suit :

- Le premier chapitre présente des généralités sur le ciment portland, les matières premières, processus de fabrication, et leurs constituants (clinker, gypse et les ajouts minéraux) ainsi que l'hydratation des particules de ciment portland.
- le deuxième chapitre qui se divise en deux parties. La première est un aperçu général sur les adjuvants et leurs grandes classes ainsi que leurs rôles. Dans la seconde, sont présentées les structures chimiques des adjuvants organiques de la classe des polymères et des tensioactifs.
- Le troisième chapitre, est consacré à une approche expérimentale, nous présentons les matériaux et les appareils utilisés, Et les modes opératoire pour préparer des mortiers adjuvantes, ainsi que les protocoles des essais.
- Le quatrième chapitre a pour objectif de présenter les résultats des essais physico-mécaniques et chimiques et leurs discussion.

## Références bibliographiques

- [1] M Venuat , La pratique des ciments, mortiers et bétons - Tome 1 : « Caractéristiques des liants et des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers » - édition 2 – Collection Moniteur. - 277p-1989.
- [2] documentation de la cimenterie de meftah, hydratation de ciment portland .35p -2000.
- [3]Andriamanantsilavo.N.R, « comportement des matériaux cimentaires dans un coffrage :expérimentation, modélisation et simulation de la poussée et du processus de maturation »,thèse de doctorat a l'université de Bretagne sud,2003.
- [4] J.YAMMINE, « *Rhéologie des bétons fluides à hautes performances : relations entre formulations, propriétés rhéologiques, physico-chimie et propriétés mécaniques* », thèse de Doctorat, L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN, 2007.
- [5]Groupe ciment français 1993 :sous la direction de J.C.Bastide,la fabrication du ciment, Ed. Eyrolles
- [6] J. Baron – JP. Olivier et J.C.Weiss : « Les ciments courants » - « Les bétons, bases et données pour leur formulation » - Edition Eyrolles – 806p-1997.
- [7]J-L.VIGNES,G.ANDRE et F.KAPALA : « Données industrielles économiques, géographiques sur des produits chimiques (miné-raux et organiques),métaux et matériaux » ,sixième édition,1994.
- [8] L. PLISKIN : « La fabrication du ciment » - Edition Eyrolles -217p- Paris1993.
- [9] Laurie Buffo-Lacarié « prévision et évaluation de la fissuration précoce des ouvrages en béton », thèse de doctorat, l'institut national des sciences appliquées de Toulouse 2007.
- [10] Maud CODINA « Les bétons bas pH Formulation, caractérisation et étude à long terme » ; these de Doctorat ; l'institut national des sciences appliquées ; 2007.
- [11]Luc Nicoleau « Interactions physico-chimiques entre le latex et les phases minérales constituant le ciment au cours de l'hydratation »,thèse de Doctorat ,université de Bourgogne ;2004.



[12] Baron.J, Olivier.J.P et .weiss .JC,1996 :chapitre 1A :les ciments courants ,les bétons Bases et données pour leur formulation, sous la direction de jacques .BABON, jean-pierre OLIVIER,Ed Eyrolles .

[13]Aitcin .P.C et Baron.J, 1996 : les adjuvant normalisés pour béton , les bétons bases et données pour leur formulation, Ed.Eyrolles.

[14]Bernier.G, 2005 : Formulation des bétons,Techniques de l'ingénieur,traité construction Doc C 2 210.

[15]Laetitia PATURAL, « Modes d'action des éthers de cellulose sur la rétention d'eau des mortiers a l'état frais », thèse de doctorat Ecole nationale supérieurs des mines de Saint-Etienne.

[16]GRANDOU, P., et PASTEUR, P., 1978- "Peinture et vernis", Ed Hermann, paris, Techniques industrielles

[17] Laurence dupont-leclerc « Etude cinétique et thermodynamique de réaction d'échange de protons et de complexation de cations métalliques en milieu micellaire »,2003.

[18] Virginie NETO, « Nouvelles méthodes d'élaboration de tensioactifs glycolyses par méthode croisée et cycloaddition 1,3 dipolaire », thèse de doctorat, université de Strasbourg 2010.

[19] A.M. Schwartz, J.W. Perry, J. Berch, « Surface Active Agents and Detergents», vol II, R. Krieger Pub. Co, New York, 1977.

[20]Dauvergne julien « synthèse et etude physico-chimique de nouveaux tensioactifs utilisables pour la cristallisation 2D sur film lipidique et l'étude des protéines membranaires »,thèse de Doctorat ,Université d'Avignon et des pays de Vaucluse,2010.

[21] W.M. Linfield, « Anionic Surfactants », M. Dekker Eds., 1976.

[22] S.J. Allen, A.R. Curran, R.H. Templer, W. Meijberg, P.J. Booth, J. Mol. Biol., 2004, 342, 1279-1291 ; E.L. Compton, N. Farmer, M. Lorch, J.M. Mason, K.M. Moreton, P.J. Booth, J. Mol. Biol., 2006, 357, 325-338 ; F.W. Lau, and J.U. Bowie, Biochemistry, 1997, 36, 5884-5892 ; D.E. Otzen, J. Mol. Biol., 2003, 330, 641-649 ;P. Sehgal, J.E. Mogensen, and D.E. Otzen, Biochim. Biophys. Acta, 2005, 1716, 59-68.

- [23] A.M. Seddon, P. Curnow, and P.J. Booth, *Biochim. Biophys. Acta*, 2004, 1666, 105-117.
- [24] E. Jungerman, « Cationic Surfactants », M. Dekker Eds., New York, 1970.
- [25] S.B. Long, E.B. Campbell, and R. Mackinnon, *Science*, 2005, 309, 897-903 ; S. Lund, S. Orłowski, B. de Foresta, P. Champeil, M. le Maire, J.V. Møller, *J. Biol. Chem.*, 1989, 264, 4907-4915 ; T. VanAken, S. FoxallVanAken, S. Castleman, and S. Ferguson-Miller, *Methods Enzymol.*, 1986, 27-35.
- [26] Chujo Y, Kohno K, Usami N, Yamashita Y, « Synthesis, surface accumulation, and micellar properties of amphiphilic block copolymers ». *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry* 1989, 27, 1883-1890.
- [27] Arai Y, Tomoda E, Seino H, Sakai K, Hamada K, « *Skin preparations containing cationic polymer micelles* », 2006, Jp Patent 2006273790.
- [28] David PLATEL, « Impact de l'architecture macromoléculaire des polymères sur les propriétés physico-chimiques des coulis de ciment », thèse de Doctorat, Université Paris VI, 2005.
- [29] Bronstein L, Sedlak M, Hartmann J, Breulmann M, Colfen H, Antonietti M. « Hydrophilic block copolymers: in teraction with metal salts and metal colloid formation in aqueous medium ». *Polymeric Materials Science and Engineering*. 1997, 76, 54-55.
- [30] Masunaga H, Sasaki K, Akiba I. « Convenient method for removing and concentrating hydrophobic organic compounds from water with amphiphilic polymers ». *Journal of Applied Polymer Science* 2007, 103, 641-643.
- [31] Billiot E, Warner I. M, « Examination of structural changes of polymeric amino acid-based surfactants on enantioselectivity: effect of amino acid order, steric factors, and number and position of chiral centers ». *Analytical chemistry* 2000. 72, 1740-1748.
- [32] Storsberg J, Laschewsky A, « Polymer surfactants - novel active agents with exceptional properties ». *SOFW Journal* 2004, 130, 14-18.
- [33] Fung R, « Use of biocompatible amphiphilic polymers as an anti-inflammatory agent », 2007, Ep Patent 1738760.
- [34] Uchegbu I.F, Sadiq L, Pardakhty A, El-Hammadi M, Gray A.I, Tetley L, Wang W, Zinselmeyer B.H, Schaetzlein A.G, « Gene transfer with three amphiphilic glycol chitosans-the degree of polymerisation is the main controller of transfection efficiency ». *Journal of Drug Targeting*. 2004. 12, 527-539.



## Annexe 1

### 1. LES RESULTATS DES ESSAIS PHYSICO-MEQUANIQUES

#### 1.1 Les Polymères hydrosoluble

##### 1.1.1 La demande d'eau (consistance normale)

**Tableau 1** : Résultats de consistance normale.

Adjuvants	Le volume d'eau (ml)	%H <sub>2</sub> O
Témoin	130	26,2
CMC	131	26,3
L'éther d'amidon	142	28,5

##### 1.1.2 Le début et fin de prise

**Tableau 2** : Résultats de début et fin de prise.

Adjuvants	Témoin	CMC	L'éther d'amidon
Début de prise (min)	200	210	234
Fin de prise (min)	275	380	400

##### 1.1.3 La résistance a la flexion

**Tableau 3** : Les résultats de résistance à la flexion (mpa).

Adjuvants	7 jours	28 jours	90 jours
Témoin	6,7	7,2	8
CMC	6,8	8	8,5
Ether d'amidon	6,6	7	8

#### 1.1.4 La résistance à la compression

**Tableau 4** : les résultats de résistance à la compression (mpa).

Adjuvants	7 jours	28 jours	90 jours
Témoin	36,75	46	50,1
CMC	40,1	50	57
Ether d'amidon	38 ,85	48 ,9	55

#### 1.1.5 L'étalement

**Tableau 5** : les résultats d'essai d'étalement .

Adjuvants	L'étalement (cm)
Témoin	16 ,5
CMC	15 ,36
Ether d'amidon	13,79

#### 1.1.6 Maniabilité

**Tableau 6** : Les résultats d'essai de maniabilité .

Adjuvants	Témoin	CMC	Ether d'amidon
Durée d'écoulement (S)	3	4	9

## 1.2 Les tensioactifs non ioniques

### 1.2.1 La demande d'eau (consistance normale)

**Tableau 7 :** Résultats de consistance normale.

Adjuvants	Volume d'eau (ml)	%H <sub>2</sub> O
Témoin	132	26,4
Tween 20 (0,5%)	130	26
Tween 20 (0,8%)	128 ,5	25 ,7
Tween 80 (0,5%)	125	25
Tween 80 (0,8%)	121	24,2

### 1.2.2 Le début et fin de prise

**Tableau 8 :** Résultats de début et fin de prise en (mm).

Les mortiers	Témoin	Tween 20 (0,5%)	Tween 20 (0,8%)	Tween 80 (0,5%)	Tween 80 (0,8%)
Début de prise (mm)	200	204	210	205	215
Fin de prise (mm)	275	278	282	270	291

### 1.2.3 La résistance à la flexion

**Tableau 9 :** Les résultats de résistance à la flexion en (mpa).

	7jours	28jours	90jours
Témoin	6,7	7,2	8
Tween 20 (0,5%)	6,4	7,3	8,1
Tween 20 (0,8%)	6,6	7,7	8,2
Tween 80 (0,5%)	2,1	2,9	3
Tween 80 (0,8%)	1,6	2,4	2,6

### 1.2.4 La résistance à la compression

**Tableau 10** : les résultats de résistance à la compression (mpa).

	7jours	28jours	90jours
Témoin	36,75	46	50,1
Tween 20 (0,5%)	36,9	47,6	53
Tween 20 (0,8%)	38,8	47,7	55
Tween 80 (0,5%)	5,2	7,3	10,1
Tween 80 (0,8%)	6,7	8,8	11,3

### 1.2.5 L'étalement

**Tableau 11** : les résultats d'essai d'étalement.

mortie	L'étalement
Témoin	16,5
Tween 20 (0,5%)	18
Tween 20 (0,8%)	18,5
Tween 80 (0,5%)	18,9
Tween 80 (0,8%)	19,6

### 1.2.6 Maniabilité

**Tableau 12** : Les résultats d'essai de maniabilité.

Mortiers	Témoin	Tween 20 (0,5%)	Tween 20 (0,8%)	Tween 80 (0,5%)	Tween 80 (0,8%)
Durée d'écoulement (S)	3	2	1,5	1,1	0,8





## Annexe 2

### 1. Ages des éprouvettes

- Compter l'âge à partir du moment de malaxage du ciment, eau et sable jusqu'au début de l'essai.
- Effectuer les essais de résistances à différents âges, après, 07, 28 et 90 jours.

Ces âges sont donc impératifs pour vérifier la conformité d'un ciment. Si des essais sont réalisés à d'autres âges, ils devront être réalisés dans les limites de temps indiquées dans le tableau ci-dessous

Tableau .1 : les normes pour préciser l'âge des éprouvettes.

<b>Age</b>	48 h	72 h	7j	28 j	90 j
<b>Précision</b>	± 30 min	± 45 min	± 2 h	± 8 h	± 24 h

### 2 . Les caractéristiques de ciment

Dans notre recherche on a utilisé le ciment portland avec ajout de type CEM II 42,5 A de cimenterie de Meftah. Et les normes de ciment sont résumées dans le tableau suivant

Tableau .2 : Les consignes pour caractérisé le ciment portland.

<b>Les caractéristiques</b>	<b>Consigne</b>
SSB	$3800 \pm 100 \text{ cm}^2/\text{g}$
Refus 45 $\mu\text{m}$	$15 \pm 1\%$
Stabilité	$\leq 10 \text{ mm}$
Le début de prise	$200 \pm 10 \text{ min}$
La fin de prise	$280 \pm 10 \text{ min}$
La résistance a la flexion (28j)	$7 \pm 1 \text{ mpa}$
La résistance a la compression (28j)	$\leq 42,5 \text{ mpa}$