



L'effet de l'ajout du PET sur les performances mécaniques des matériaux Composites Mortier-PET (Effect of addition of PET on the mechanical performance of PET-Mortar Composite materials)

A. S. Benosman^{1,2,3*}, H. Taïbi¹, M. Mouli², Y. Senhadji²,
M. Belbachir¹, I. M. Bahlouli¹, D. Houivet⁴

¹ Faculté des Sciences Exactes et Appliquées, Laboratoire de Chimie des Polymères, Université d'Oran Es Sénia, Oran 31000; Algérie.

² Département de Génie Civil, Laboratoire des Matériaux Labmat, ENPO, Oran 31000, Algérie.

³ Département de chimie, EPST Tlemcen, BP 165 RP, Bel-Horizon, Tlemcen 13000, Algérie.

⁴ Université de Caen Basse-Normandie, Laboratoire de LUSAC EA 2607, Cherbourg Octeville, France.

Received 22 February 2014; Revised 20 December 2014; Accepted 20 December 2014.

* Corresponding author. E mail: amre20022000@yahoo.fr; Tel: (+213794600107)

Abstract

Polyethylene Terephthalate (PET) is widely used in beverage containers and other products. Thus, one of the logical methods to address PET waste is to recycle it for industrial use. Research related to converting waste PET bottles into construction material has been conducted worldwide. In this article, with a more comprehensive approach than previous studies, effects of 1.5%, 2.5%, 3.5%, 5% and 7.5 wt % substitution of cement with PET wastes particles have been investigated. For this purpose, rectangular specimens (4x4x16cm³) with constant water to cement ratio were manufactured and physical properties of fresh mortar were evaluated. Moreover, the specimens cured in a standard condition were used in an experimental program to obtain mechanical properties. Test results indicated that the strength resistance of PET0 mortar is higher, but beyond 180 and 360 days all PET-mortar strength come close together. Only for the composite PET7.5, is there a decrease of about 7% in the compressive strength at 360 days. However, PET2.5 composite seems to have the highest flexural strength from about 50 days and above. Additionally, ATG/DTG, SEM and X-ray analyses tests were performed to investigate the mechanism of strength development. In this way, the obtained PET-mortar composites would appear to be low-cost materials which would contribute to resolving some of the solid waste problems in addition to conserving energy.

Keywords: Composite Materials, Polymer-Mortar, waste PET, Sands, mechanical strength, TGA/DTG, SEM.

Résumé

Le polytéraphthalate d'éthylène (PET) est largement utilisé dans les bouteilles de boisson et d'autres produits d'emballages. Ainsi, l'une des méthodes logiques pour traiter les déchets de PET est de les recycler pour un usage industriel. Aujourd'hui, plusieurs projets de recherche s'intéressent sur la transformation des déchets de bouteilles de PET pour l'usage de la construction. Dans cet article, nous présentons une approche complémentaire aux études précédentes où des effets de 1.5%, 2.5%, 3.5 %, 5 % et 7.5% en poids de substitution du ciment avec des déchets de PET ont été étudiés. Ainsi, des spécimens (4x4x16cm³) avec un rapport d'eau sur ciment constant ont été élaborés et les propriétés physiques des mortiers frais ont été évaluées. En outre, les échantillons durcis dans un état standard ont été utilisés dans un programme expérimental pour observer les propriétés mécaniques. Les résultats des tests indiquent que la résistance à la compression du mortier non modifié PET0 est plus élevée, mais au-delà de 180 et 360 jours toutes les résistances à la compression des composites sont rapprochées. On note seulement une baisse d'environ 7% dans la résistance à la compression pour le composite PET7.5 à 360 jours. Cependant, au-delà de 50 jours le composite PET2.5 semble avoir la valeur la plus élevée concernant la résistance à la flexion. En complément, les analyses ATG/DTG, MEB et DRX ont été effectués pour étudier le mécanisme de développement de la résistance. En effet, les composites mortier-PET obtenus semblent être des matériaux peu coûteux qui pourraient contribuer à résoudre certains des problèmes de déchets solides, en plus de la conservation de l'énergie.

Mots-Clés : Matériaux Composites, Mortier-polymère, Déchets de PET, Sables, Résistance mécanique, ATG/DTG, MEB.

1. Introduction

La gestion des déchets solides est l'une des premières préoccupations à l'échelle mondiale en raison des quantités croissantes de déchets et sous-produits industriels. Divers types de matières recyclables sont

actuellement utilisés dans les applications de génie civil. Ces matériaux comprennent des particules de déchets de caoutchouc [1,2], le polyvinyle de chlorure (PVC) [3], PET [4-10], les fibres de PET [11], le polyéthylène à haute densité (PEHD) [12], de la mousse de polyuréthane rigide [13]. Ainsi, plusieurs travaux ont été effectués ou sont en cours pour évaluer les propriétés de ciment-composites contenant différents types de déchets en plastique comme agrégat, remplissage ou de la fibre. D'après certaines recherches, l'incorporation des ajouts organiques inertes dans les mortiers ou bétons permet d'améliorer certaines propriétés des composites [14].

Jusqu'à ce jour, et selon la classification de Ge et al. quatre (04) procédés majeurs ont été identifiés pour le recyclage des bouteilles usagées en PET dans les matériaux de construction [15]. Tout d'abord, les bouteilles en PET usagées peuvent être dépolymérisées en résine de polyester insaturé pour produire du mortier-polymère ou béton-polymère [16]. Les avantages comprennent que le béton-polymère possède une résistance à la compression et à la flexion supérieure au béton de ciment Portland classique [17], et que le béton-polymère atteint plus de 80% de sa résistance ultime en 1 jour [16]. Cependant, les propriétés du béton de polymère sont sensibles à la température et le coût de production de ce dernier à partir des déchets plastiques est élevé [6, 16,18].

La seconde méthode consiste à utiliser la fibre de PET pour renforcer le béton. L'utilisation de cette fibre peut améliorer la ductilité du béton quasi-fragile et, par conséquent, de réduire la fissuration provoquée par le retrait plastique [7,19-21]. De plus, cette méthode ne recycle qu'une petite quantité des déchets des matières plastiques, car le volume des fibres dans le béton renforcé est compris entre 0.3% et 1.5% [18]. Le troisième procédé de recyclage consiste à substituer une partie de l'agrégat utilisé dans la production de béton léger ou béton bitumineux par des déchets de PET [6, 18, 22,24]. Cette méthode fournit le moyen le plus économique d'atteindre deux objectifs importants: la disposition des déchets plastiques et la production des bétons légers [18]. Cependant, l'addition des déchets de PET affecte négativement la qualité du béton en réduisant sa résistance à la compression, la force à la traction, et le module d'élasticité [23,24].

Une quatrième méthode a été tentée: c'est le recyclage des flocons des bouteilles de PET et leurs utilisations directement comme liant. Houry et al. ont chauffé et mélangé les bouteilles recyclées en plastique avec deux types de terre à savoir l'argile et le sable, pour atteindre un mélange uniforme fusionné nommé plastique-sol [25]. Ge et al. ont recyclé les bouteilles en PET pour produire le mortier-recyclé de PET, et les résultats sont prometteurs [26]. C'est ainsi que l'avancement de la recherche dans ce domaine précis de la valorisation des déchets de PET est nécessaire.

Le but de ce travail est de présenter les résultats d'une première étude expérimentale portant sur les performances mécaniques des matériaux composites mortier-polymère qui contiennent du polytéréphtalate d'éthylène (déchet de bouteilles en PET) broyé comme substituant au ciment pour un bâtiment conçu au développement durable. Certaines proportions clés sont également étudiés, contrairement à ce qui a été entrepris dans les travaux antérieurs [1,11,12,23,27] afin de déterminer les limites de faisabilité. Un complément d'information sur la microstructure a été fait par l'analyse thermique ATG/DTG, la microscopie électronique à balayage MEB et la diffraction aux rayons X.

2. Matériels et méthodes

2.1. Le ciment

Il s'agit d'un ciment Portland composé type CPJ-CEM II/A 32.5 provenant de l'usine de Zahana (située au Nord-Ouest de l'Algérie). Ce ciment a une finesse de 3139 cm²/g, de densité absolue 3.12 et d'une résistance à la compression à 28 jours de 36 MPa. Les caractéristiques chimiques et minéralogiques de ciment sont données par le tableau 1. La composition chimique a été obtenue en utilisant l'analyse du spectromètre de fluorescence X type OXFORD MDX¹⁰⁰⁰.

Tableau 1 : Composition chimique et minéralogique du ciment CPJ-CEM II/A 32.5

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	PAF	CaO libre	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Pourcentage	21.93	6.81	4.26	63.87	0.21	1.31	1.83	0.13	37.17	28.03	10.85	12.95

2.2. Les Sables

2.2.1. Sable de mer (S_{mer})

C'est un sable de mer (S_{mer}) qui provient de la plage de Terga (wilaya d'Aïn Témouchent, située à l'ouest de l'Algérie). Les tableaux 2 et 3 regroupent ses caractéristiques physiques et chimiques. Sa composition chimique a été obtenue en utilisant l'analyse du spectromètre de fluorescence X type OXFORD MDX¹⁰⁰⁰. La courbe granulométrique du S_{mer} est représentée dans la figure 1.

2.2.2. Sable de Carrière (S_{car})

C'est un sable concassé (S_{car}) obtenu de la carrière de Kristel (Oran, Ouest Algérien), ses principales caractéristiques physiques et chimiques sont regroupées dans les tableaux 2 et 3, respectivement. La composition chimique a été obtenue en utilisant l'analyse du spectromètre de fluorescence X type OXFORD MDX¹⁰⁰⁰. Sa courbe granulométrique est représentée dans la figure 1.

Tableau 2 : Paramètres physiques des sables utilisés

Paramètres Physiques	S_{mer}	S_{car}
Masse volumique absolue (g/cm^3)	2.63	2.53
Equivalent du sable (%)	77	84
Module de finesse	1.86	2.70
Nature	Siliceux	Calcaire
Coefficient d'absorption (%)	0.58	0.5
Coefficient de courbure: Cc	0.5	1.25
Coefficient d'uniformité: Cu	2	5

Tableau 3 : Compositions chimiques des sables S_{mer} & S_{car}

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₄	PAF	Carbonates
S_{mer}	70.15	0.00	0.41	16.21	0.14	0.00	13.38	29.09
S_{car}	0.77	0.11	0.36	54.71	0.21	0.00	43.83	-

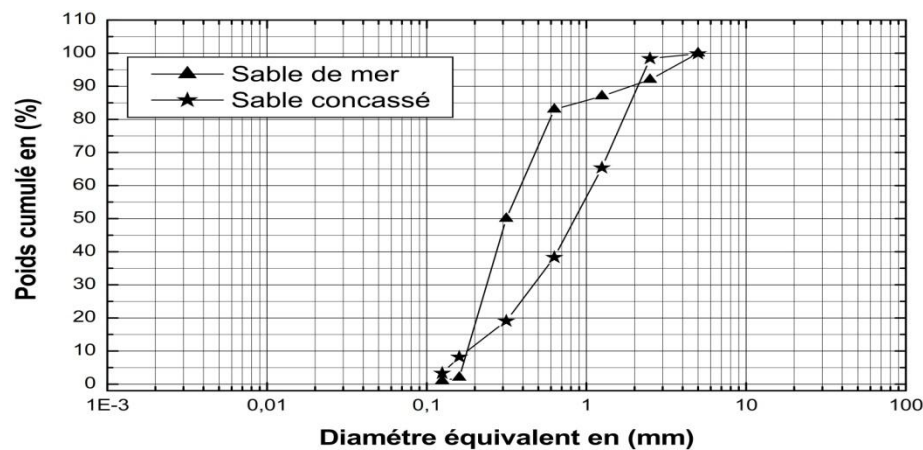


Figure 1 : Analyse granulométrique des différents sables utilisés.

2.3. Le polymère PET

Le polymère utilisé est le polytéréphtalate d'éthylène connus sous le nom commercial PET; provenant de l'usine Tramaplaste (Tlemcen, Algérie) avec une absorption d'eau (0%). Le PET est obtenu par le broyage très fin des bouteilles de boisson (Figure 2), ces propriétés mécaniques et thermiques sont exhibées par le Tableau 4. La courbe granulométrique est représentée dans la figure 3. Après plusieurs essais préliminaires, on a décidé d'utiliser les particules du polymère inférieur à 1 mm.

Tableau 4 : Propriétés Mécaniques et Thermiques du PET utilisé

Propriétés Mécaniques et Thermiques	
Point de fusion	254 °C
La conductivité thermique	0.13 W/mK
La capacité thermique de masse	1.1-1.3 kJ / kg K
Champ d'application	-20 à +100 °C
La résistance à la traction	70 MPa
L'allongement à la rupture	70%
Le module de flexion (rigidité)	2.0 MPa
Module de traction	2.9 GPa



Figure 2 : a. Photo optique des particules de PET, (x10); b. Photo MEB des particules de PET, (x1100).

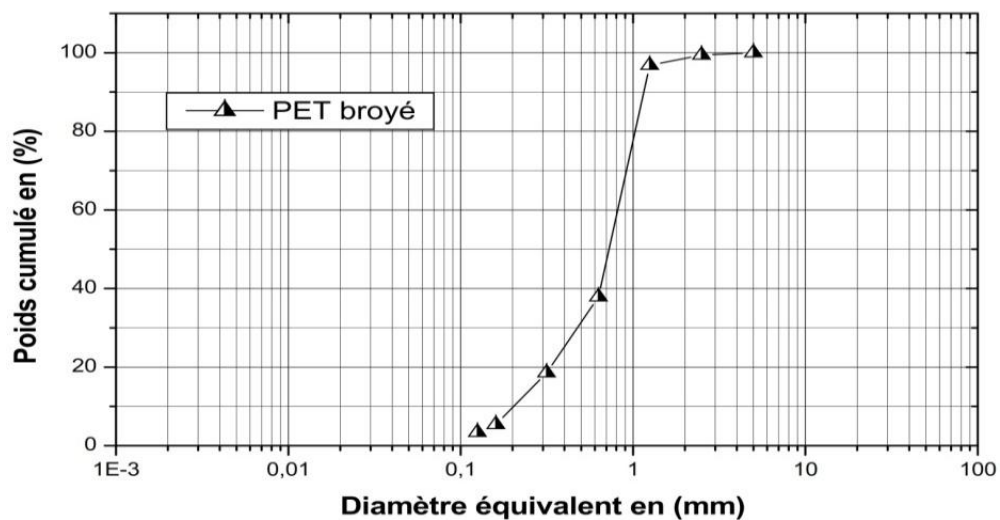


Figure 3 : La courbe granulométrique du PET broyé

2.4. Conditions d'élaboration et caractérisation des mortiers et composites

Pour les essais préliminaires de ce travail expérimental, les mortiers ont été élaborés selon les combinaisons suivantes :

Les combinaisons ont été préparées à partir des différents pourcentages des constituants : sable de mer « S_{mer} » (30, 50, 70 & 100%^m) et sable de carrière « S_{car} » (30, 50, 70 & 100%^m) avec deux rapports différents E/C=0.47 et E/C = 0.5. Les mortiers confectionnés se compose de la proportion en masse suivante: (1 ciment, 3 sable et deux rapports différents eau sur ciment E/C=0.47 et E/C = 0.5 pour tous les mortiers) ; d'où les combinaisons suivantes (Tableau 5): S_{mer} 100 ; S_{car} 100 ; S_{mer} 30/ S_{car} 70 ; S_{mer} 70/ S_{car} 30 & S_{mer} 50/ S_{car} 50.

Tableau 5 : Proportions des mélanges des Mortiers

Compositions	1 ^{er} E/C = 0.47				2 ^{ème} E/C = 0.5		
	Ciment (%)	S_{mer} (%)	S_{car} (%)	C/S	Ciment (%)	S_{mer} (%)	S_{car} (%)
S_{mer} 100	100	100	0	1 :3	100	100	0
S_{car} 100	100	0	100	1 :3	100	0	100
S_{mer} 30/ S_{car} 70	100	30	70	1 :3	100	30	70
S_{mer} 70/ S_{car} 30	100	70	30	1 :3	100	70	30
S_{mer} 50/ S_{car} 50	100	50	50	1 :3	100	50	50

Les mortiers ont été coulés dans des moules prismatiques (4x4x16cm³) et compactées mécaniquement à l'aide deux type de vibrations: la table à chocs électrique (E) et la table à secousses manuelle (M) conforme aux spécifications des normes EN 196.1 et NF P 15-412. Les propriétés physiques des pâtes de mortiers ont été déterminées conformément à la norme EN 196-3 [28]. Les moules contenant les spécimens ont été couverts de film plastiques et stockés dans l'environnement du laboratoire. Après 24 heures, les échantillons ont été

démoulés et conservés jusqu'à l'âge de l'essai dans l'environnement suivant : Eau saturée en chaux, pour empêcher la dissolution de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (équilibre chimique du pH): ($T = 20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, R.H = 100%). L'évaluation de la résistance à la compression est mesurée sur un appareil type IBERTEST (Figure 4) à l'âge de 3 et 7 jours et selon la norme EN 196-1 [29].

Pour la suite des essais, on décide de réaliser des composites avec des teneurs en polymère différentes telles que $\text{P/C} \in \{0, 1.5, 2.5, 3.5, 5 \text{ et } 7.5\} \text{ \%}^m$, avec P : polymère (PET) et C : ciment. Le mortier utilisé dans notre étude, se compose de la proportion en masse suivante: (1 ciment, 3 sable de carrière et un rapport eau sur ciment $\text{E/C} = 0.5$ constant pour tous les mortiers), Tableau 6.

Tableau 6 : Propriétés physiques et proportions des composites Mortier-PET

Composites	Ciment (%)	P/C (%)	E/C	C/S _{car}	Consistance (%)	Temps de prise (min)		Sorptivité E-05 (cm ² /sec)	Entrainement d'air (%)
						Début	Fin		
PET0	100	0	0.5	1 :3	24.5	120	200	3.87	4.0
PET1.5	98.5	1.5	0.5	1 :3	24.8	122	202	3.82	4.1
PET2.5	97.5	2.5	0.5	1 :3	25	125	205	3.49	4.4
PET3.5	96.5	3.5	0.5	1 :3	25.2	128	207	3.24	4.5
PET5	95.0	5.0	0.5	1 :3	25.5	130	210	3.15	4.6
PET7.5	92.5	7.5	0.5	1 :3	26	145	225	2.80	4.9

Les mortiers et/ou composites ont été coulés dans des moules prismatiques (4x4x16cm³) et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc électrique (NF EN 196.1 [29]). Les moules contenant les spécimens ont été couverts de film plastiques et stockés dans l'environnement du laboratoire. Après 24 heures, les échantillons ont été démoulés et conservés jusqu'à l'âge de l'essai dans l'environnement suivant : Eau saturée en chaux : ($T = 20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, R.H = 100%).

Deux types d'essais sont effectués sur les spécimens de composites Mortier-Polymère PET0, PET1.5, PET2.5, PET3.5, PET5 et PET7.5, conservés dans l'eau douce. Ces essais sont :

1. Evaluation de la résistance à la compression (4x4x16 cm³) en fonction de l'âge (NF EN 196.1);
2. Evaluation de la résistance à la flexion (4x4x16 cm³) en fonction de l'âge (NF EN 196.1).

Ces tests de contrôle (performances mécaniques) sont mesurés à l'âge de 3j, 7j, 14j, 28j, 56j, 90j, 180j & 360 jours à l'aide d'un appareil type IBERTEST (Figure 4).

Après l'essai de flexion, on prélève du cœur des éprouvettes rompus des échantillons qui seront concassés et broyés à l'aide d'un broyeur de type Retsch® (S100) avec une vitesse de 325 tours/mn pendant 5mn. On ne récupère essentiellement qu'une poudre fine inférieure à 0.160 mm du liant des mortiers et des composites. La caractérisation de nos matériaux est basée sur l'analyse thermique ATG/dTG (analyseur Thermogravimétrique (ATG) (ambiante à 1600°C) - Labsys TGA par SETARAM, rampe de température : montée 10°C/mn). Les échantillons sont, aussi, analysés par un diffractomètre Philips PW 3040, utilisant une anticathode de cuivre (Cu-K α) de longueur d'onde $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$. Les spécimens après écrasement sont analysés par un microscope électronique à balayage MEB, type HITACHI S2500 C.



Figure 4 : Appareil IBERTEST pour les essais de flexion et de compression (LAB-MAT. ENPO)

3. Résultats et discussion

3.1. Résultats des essais mécaniques en compression des différents mortiers non modifiés

La résistance mécanique est exprimée par le pouvoir de mortier à résister à la destruction sous l'action des contraintes dues aux différentes charges de compression [30].

Chaque valeur de la résistance à la compression est égale à la moyenne des mesures sur trois éprouvettes.

- Etude de la variation de la résistance à la compression des mortiers

Les résultats des essais effectués sur des éprouvettes (4x4x16) cm³ des mortiers à différents pourcentages en sables, sont détaillés dans les tableaux 7 et 8, pour les rapports E/C=0.47 et E/C= 0.50 respectivement ci-dessous :

- Rapport E/C =0.47

Tableau 7 : Résistance à la compression (MPa) des différents mortiers en fonction du temps (E/C=0.47)

Compositions (%)	Type de vibration	Rc (MPa) à 3 jours	Rc (MPa) à 7 jours
<i>S_{mer}</i> 100	M	4.1 (±0.4)	6.7 (±0.3)
<i>S_{mer}</i> 100	E	6.4 (±0.1)	9.3 (±0.3)
<i>S_{car}</i> 100	M	10.1 (±0.2)	20.9 (±0.4)
<i>S_{car}</i> 100	E	12.1 (±0.3)	20.5 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 30/ <i>S_{car}</i> 70	M	11.0 (±0.3)	17.4 (±0.2)
<i>S_{mer}</i> 30/ <i>S_{car}</i> 70	E	10.1 (±0.4)	16.2 (±0.3)
<i>S_{mer}</i> 70/ <i>S_{car}</i> 30	M	7.4 (±0.5)	11.6 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 70/ <i>S_{car}</i> 30	E	6.1 (±0.2)	19.0 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 50/ <i>S_{car}</i> 50	M	7.6 (±0.1)	13.8 (±0.3)
<i>S_{mer}</i> 50/ <i>S_{car}</i> 50	E	9.7 (±0.3)	17.9 (±0.4)

- Rapport E/C = 0.5

Tableau 8 : Résistance à la compression (MPa) des différents mortiers en fonction du temps (E/C=0.50)

Compositions (%)	Type de vibration	Rc (MPa) à 3 jours	Rc (MPa) 7 jours
<i>S_{mer}</i> 100	M	5.5 (±0.3)	7.8 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 100	E	4.9 (±0.2)	10.8 (±0.3)
<i>S_{car}</i> 100	M	14.5 (±0.1)	22.6 (±0.2)
<i>S_{car}</i> 100	E	17.2 (±0.3)	22.1 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 30/ <i>S_{car}</i> 70	M	9.9 (±0.2)	19.4 (±0.1)
<i>S_{mer}</i> 30/ <i>S_{car}</i> 70	E	13.7 (±0.2)	20.5 (±0.1)
<i>S_{mer}</i> 70/ <i>S_{car}</i> 30	M	12.9 (±0.3)	15.4 (±0.4)
<i>S_{mer}</i> 70/ <i>S_{car}</i> 30	E	12.4 (±0.3)	13.1 (±0.5)
<i>S_{mer}</i> 50/ <i>S_{car}</i> 50	M	13.5 (±0.4)	18.3 (±0.2)
<i>S_{mer}</i> 50/ <i>S_{car}</i> 50	E	10.9 (±0.1)	20.6 (±0.3)

Notre objectif étant d'analyser l'évolution de la résistance mécanique à l'échéance de 3 jours et 7 jours pour les différents mortiers obtenus, (Tableaux 7 & 8). Les résultats nous permettent de conclure que pour le mortier dont la composition de 100% de Sable de Carrière, subissant la vibration électrique pour sa mise en œuvre, et dont le rapport eau sur ciment E/C est égal à 0.50; donne des meilleures valeurs (Tableau 8) de résistance aux compressions, comparées avec celles des autres mortiers.

Pour la suite de ce travail, on a choisi d'utiliser comme matériaux de test le sable de carrière subissant la vibration de la table à chocs électrique, pour la mise en œuvre des éprouvettes des composites mortier-PET.

3.2. Résultats des essais mécaniques de la compression des différents composites mortier-PET

Les résultats des essais effectués sur des éprouvettes 4x4x16 cm³, des mortiers et /ou des composites Mortier-PET sont illustrés par les courbes de l'effort à rupture (compression) des matériaux à la figure 5.a.

On constate que les résistances de tous les mortiers augmentent régulièrement avec l'âge de conservation des éprouvettes et ne présente aucune chute de résistance. La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage du PET dans les composites tels que :

- à 3 jours, elle passe de 14.5 à 12.08 MPa pour les composites PET2.5 et PET7.5 respectivement.
- à 7 jours, elle passe de 25.63 à 22.66 MPa pour les composites PET2.5 et PET7.5 respectivement.
- à 14 jours, elle passe de 29.7 à 26 MPa pour les composites PET1.5 et PET7.5 respectivement.

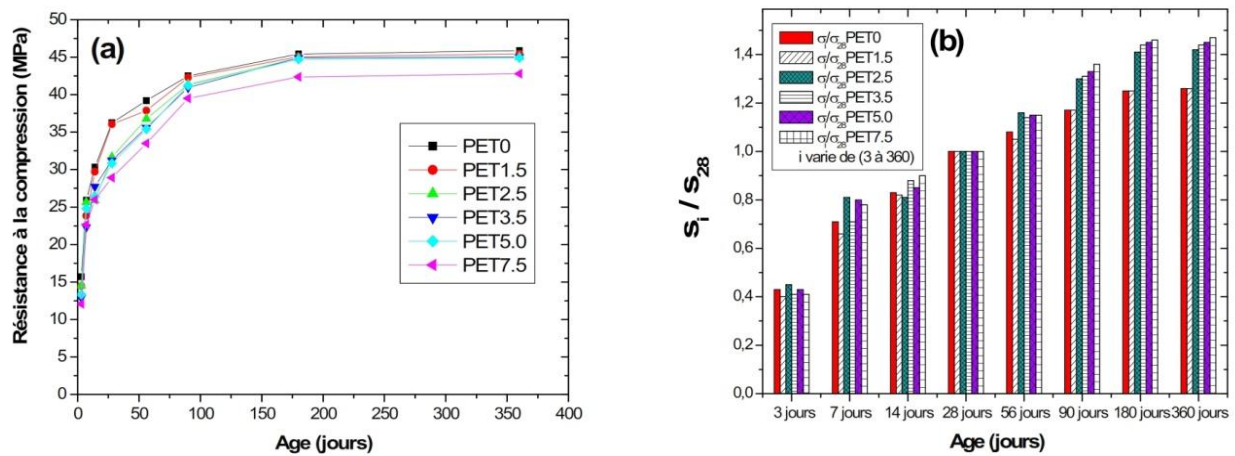


Figure 5 : a- Influence de la teneur en PET sur la résistance en compression des différents composites Mortier-Polymère. b- Evolution du rapport de la résistance à la compression par celle mesurée à 28 jours en fonction du temps (i varie de 3 à 360j).

À 28 jours, le PET1.5 rejoint le mortier de contrôle avec une résistance de 36 MPa, tandis que les autres composites, la résistance varie entre 31.66, 31.25 et 28.91 MPa pour PET2.5, PET5, et PET7.5 respectivement. Pour une durée de 90 jours, la résistance du PET2.5 rejoint le mortier non modifié PET0 avec une résistance à la compression de 42 MPa.

À 360 jours, le composite PET7.5 reste légèrement inférieur avec une résistance de 43 MPa, en comparaison avec le mortier de contrôle PET0 qui avoisine les 46 MPa en résistance.

Pour mieux visualiser toutes les variations de la vitesse d'évolution des résistances en compression, on étudie le rapport suivant: σ_i / σ_{28} (on note aussi ; S_i / S_{28}): (i = 3 - 360 jours) ;

Du point de vue résistance à la compression, l'évolution pour 3; 7; 14 jours par rapport à 28 jours (σ_i / σ_{28}) est la même pour tous (Figure 5.b). Pour des durées de 3 jours, 7 jours et 14 jours, on observe une évolution comprise entre 40 et 45%, entre 66 et 81% et entre 81 et 90% respectivement. Après 28 jours, l'évolution dépend des pourcentages des polymères, car plus le pourcentage augmente, le gain de la résistance augmente.

À 56 jours, une augmentation de l'ordre de 8 % est obtenue pour le mortier PET0 et le composite PET 1.5, tandis que les composites mortier- PET dont les pourcentages sont (3.5; 5.0; 7.5 %^m) ont une augmentation de l'ordre de 14%.

À 90 jours, la différence est plus significatif car pour le mortier PET0 et le composite PET1.5 on a une augmentation de 17%, tandis que pour les composites PET2.5, PET3.5 et PET5 elle va jusqu'au l'ordre de 31%, et pour le composite PET7.5 elle dépasse les 36% en résistance.

Le polymère (PET) améliore les résistances en compression à long terme 180 et 360 jours de l'ordre de 45% (Figure 5.b). Pour le PET7.5 il atteint les 47% en résistances, sauf pour le PET 1.5 où on a une augmentation de 26% semblable au mortier de contrôle PET0 ceci est dû au faible pourcentage du polymère ajouté.

3.3 Résultats des essais mécaniques de la flexion des différents composites mortier-PET

Les résultats des essais effectués sur des éprouvettes 4x4x16 cm³, des mortiers et /ou des composites Mortier-PET sont illustrés par les courbes de l'effort à rupture (flexion) des matériaux à la figure 6.a.

Si l'on s'intéresse aux résultats de flexion trois points (Figure 6.a), on remarque que l'évolution de la résistance est différente selon le matériau, et qu'il est difficile de corréliser avec la teneur P/C en polymère, car la maturation des matériaux est d'une interprétation plus délicate.

La figure 6.a montre l'influence de l'incorporation du PET sur la résistance à la flexion des composites mortier-polymère à l'âge de 3 jours jusqu'à 360 jours en résistance. On remarque aussi, comme dans la résistance à la compression une augmentation des résistances à la flexion de tous les matériaux avec l'âge de conservation des éprouvettes.

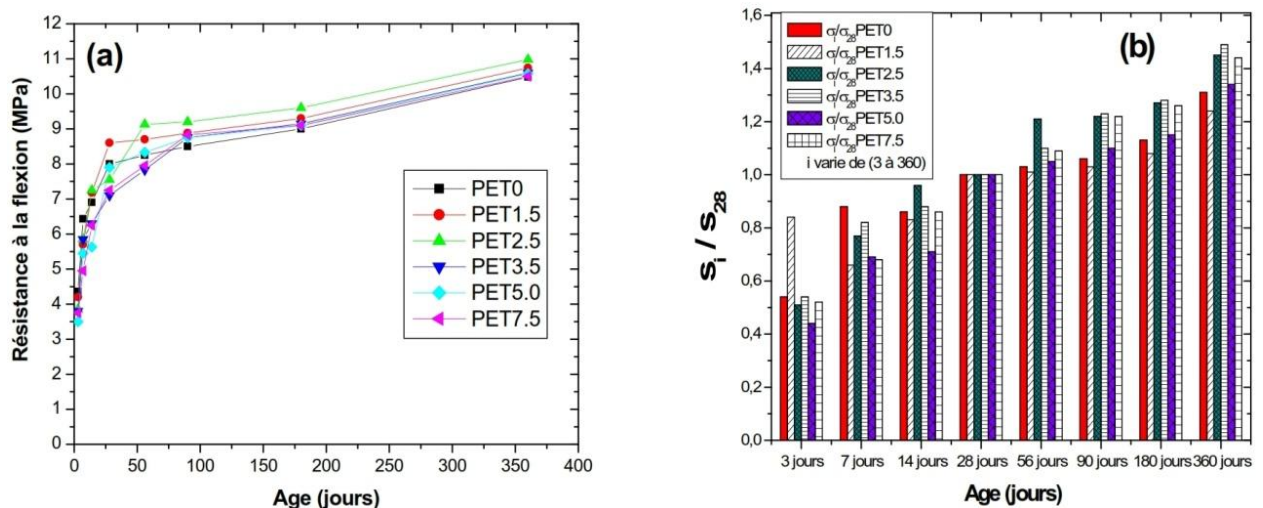


Figure 6 : a- Influence de la teneur en PET sur la résistance en flexion des différents composites Mortier-Polymère. b- Evolution du rapport de la résistance à la flexion par celle mesurée à 28 jours en fonction du temps (i varie de 3 à 360j).

La résistance à la flexion diminue avec l'augmentation du pourcentage du PET dans les composites tels que :

- à 3 jours, elle passe de 4.2 à 3.75 MPa pour les composites PET1.5 et PET7.5 respectivement.
- à 7 jours, elle passe de 5.85 à 4.95 MPa pour les composites PET2.5 et PET7.5 respectivement.
- à 14 jours, elle est de 7.18, 6.3 et 6.25 MPa pour les composites PET1.5, PET3.5 et PET7.5 respectivement.

Pour une durée de 28 jours, le composite PET1.5 rejoint le mortier de contrôle avec une résistance de 8 MPa, tandis que les autres composites ces résistances varient entre 7.55 et 7.25 MPa pour PET2.5 et PET7.5 respectivement. À 90 jours, la résistance du PET2.5 est supérieure au mortier de contrôle PET0 avec une résistance à la flexion de 9.2 MPa.

À 360 jours, le composite PET7.5 rejoint le mortier PET0. Pour les autres composites (1.5, 3.5 et 5) ils donnent des valeurs en résistance légèrement supérieures en comparaison avec le mortier non modifié PET0. Cependant, seul le PET2.5 semble avoir la résistance à la flexion la plus élevée au-delà de 50 jours.

Du point de vue résistance à la flexion trois points, l'évolution pour 3; 7; 14 jours par rapport à 28 jours (le rapport : σ_i/σ_{28} ; on note aussi ; S_i/S_{28}) est la même pour tous (Figure 6.b).

Pour des durées de 3 jours, 7 jours et 14 jours, on observe une évolution comprise entre 40 et 85%, entre 66 et 88% et entre 83 et 96% respectivement. Après 28 jours, l'évolution dépend des pourcentages des polymères, car plus le pourcentage augmente, le gain de la résistance augmente.

À 56 jours, une augmentation de l'ordre de 3 % à 5% est obtenue pour les mortiers PET0, PET1.5 et PET5. Pour les autres composites PET3.5 et PET7.5 elle varie de 9 à 10%. Tandis que le composite PET2.5 on a une augmentation de l'ordre de 21%.

À 90 jours, la différence est plus significatif car pour les composites PET2.5, PET3.5 et PET7.5 on a une augmentation de 23%, tandis que pour le composite PET5 elle va jusqu'au l'ordre de 10%.

Pour une durée de 180 jours, le composite PET5 a une augmentation de 15%, tandis que pour le mortier non modifié PET0 et le composite PET1.5 elle reste inférieure aux autres composites.

Le polymère PET améliore les résistances en flexion à long terme 360 jours de l'ordre de 48% (Figure 6.b). Pour le PET7.5 il atteint les 44% en résistances. Les composites PET2.5 et PET3.5 dépassent les 45% en résistance. Sauf pour le PET 1.5 où on a une augmentation de 24%, inférieur au mortier de contrôle PET0 ceci est dû au faible pourcentage du polymère ajouté.

D'après la figure 7 qui représente l'influence de la teneur en polymère PET sur le rapport de la résistance à la flexion ($\sigma_{PETx}/\sigma_{PET0}$, on note aussi ; S_{PETx}/S_{PET0}) à l'âge de 14, 56, 90, 180 et 360 jours, et puisque le polytéréphtalate d'éthylène favorise une interaction physique (Figures 8-10) lors de son ajout dans les matériaux cimentaires polyphasés, on attribue la valeur optimale observée au composite PET2.5.

En général, les composites contenant du PET développe une résistance analogue sinon meilleures en comparaison avec celles d'un mortier contrôle à long terme 360 jours comme le montrent les figures 5-7. D'où des avantages économique et écologique appréciables.

D'autre part, la comparaison des résultats d'essai avec celles obtenus par d'autres équipes de recherche reste difficile [14,31]. Ceci est dû aux différences dans les matières premières utilisées (ciment, agrégats, et polymère), les proportions de mélange, mode de cure, la préparation des éprouvettes et les méthodes d'essai.

En conclusion, le développement de la résistance à la compression pour les matériaux composites est illustré par la figure 5.a. La résistance à la compression du PET0 est plus élevée, mais au-delà de 180 et 360 jours toutes les courbes des composites se rapprochent ensemble. Seulement pour le composite PET7.5, il a une baisse d'environ 7% dans la résistance la compression à 360 jours.

Des résultats similaires ont été rapportés par Akcaözöglü et al. [18], Frigione [6] et Saikia et al. [14]. Par conséquent, Saikia et al. [14] ont rapporté que le facteur qui peut être responsable à la faible résistance en compression du composite/mortier contenant un agrégat plastique est: la nature hydrophobe des déchets en plastique, qui peut inhiber la réaction d'hydratation du ciment en restreignant le mouvement de l'eau.

Une tendance similaire à celle observée pour la résistance à la compression semble être suivie par les résultats de la résistance à la flexion (Figure 6.a). Toutes les courbes à 180 et 360 jours du mortier PET0 et les autres composites sont rapprochés. Cependant, seul le PET2.5 semble avoir la résistance à la flexion la plus élevée au-delà de 50 jours [32].

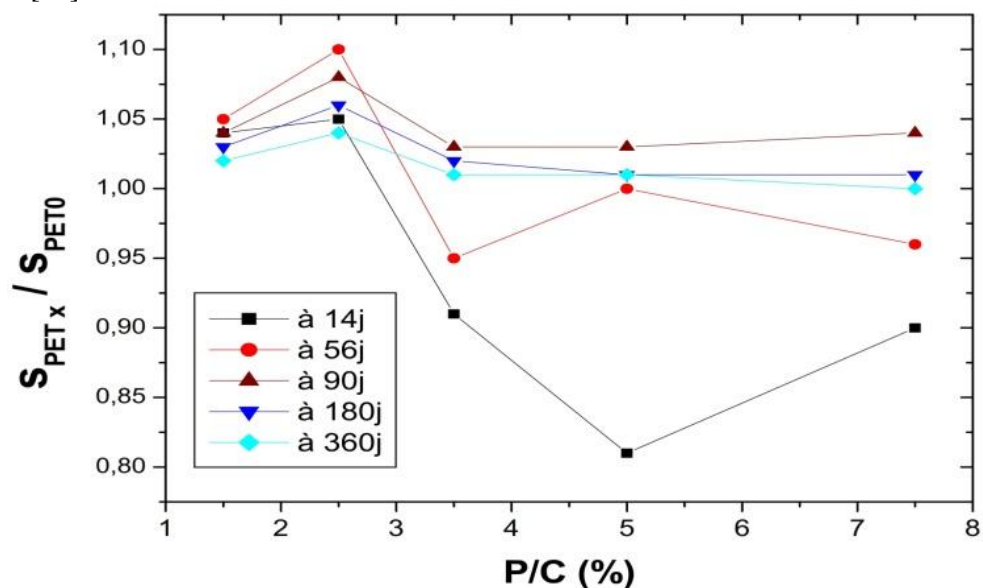


Figure 7 : Influence de la teneur en PET sur le rapport de la résistance à la flexion ($\sigma_{PETx}/\sigma_{PET0}$; $x=1.5-7.5$)

Cette amélioration dans les qualités des composites est due surtout à l'incorporation du polymère PET, qui réduit les macrospores par le remplissage des pores de la matrice cimentaire c'est-à-dire qu'il conduit à une densification de cette dernière. En plus, le polymère PET à une structure plus flexible que le mortier [33].

Afin d'arriver à des conclusions pratiquement exploitables, il a été nécessaire de réaliser des essais d'identification microstructurale. Dans ce but, on a fait appel à l'analyse thermique ATG/DTG et la microscopie électronique à balayage (MEB).

3.4. Caractérisation des différents composites mortier-PET

3.4.1. Analyse thermique ATG/DTG

La figure 8 montre la superposition des courbes ATG/DTG du mortier non modifié PET0 et du composite PET7.5 à l'âge de 90 jours, il est intéressant d'observer que ces courbes montrent une hydratation très avancée et sur laquelle, on peut identifier les phases ayant provoqué des pics généralement endothermiques, par la température maximale de ces pics :

- ~ 110-130 °C : L'évaporation d'une partie d'eau adsorbée (CSH et ettringite);
- ~ 450-510 °C : La déshydratation de la portlandite $Ca(OH)_2$ et la diminution de la teneur en hydroxyde de calcium avec le taux de substitution de ciment par le PET.
- ~ 650-780 °C : L'élargissement de l'intensité du pic endothermique pour le PET7.5 à cause de l'ajout du polymère PET. Nos résultats Corroborent ceux Trouvés par Silva et al. [34].
- ~850-900 °C : Décomposition des phases de carbonate de calcium (calcite) et la diminution de la perte de poids dans la gamme de température de cette dernière.

D'après l'analyse ATG/dTG, on constate que la composition des matériaux PET0 et PET7.5 est qualitativement identique et qu'aucune interaction chimique entre les espèces minérales et le polymère n'a pu conduire à la formation de nouveaux composés.

3.4.2. Observations par microscope électronique à balayage MEB

Afin de visualiser les morphologies de la matrice cimentaire et le PET au sein des mortiers et/ou composites, des photos MEB (Figures 9 & 10) ont été prises pour des échantillons de mortier contenant ou pas du polymère. A température ambiante, les photographies MEB montrent que le PET0 a une structure compacte (Figure 9.b) et représente l'apparition des phases hydratées telles que la portlandite dont les cristaux sont sous formes de plaquettes hexagonales qui peuvent atteindre une taille de quelques micromètres, L'ettringite cristallise sous forme d'aiguilles à base hexagonale et le gel de CSH sous forme d'amas granuleux, voire fibreux (Figure 9.a).

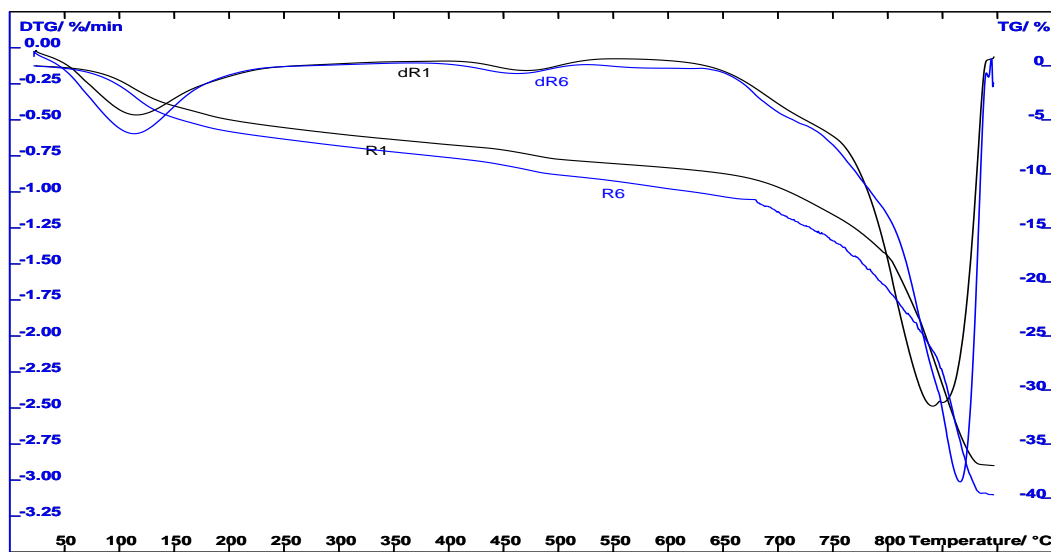


Figure 8 : Superposition des courbes ATG/dTG à 10°C/mn du PET0 (R1) et PET7.5 (R6)

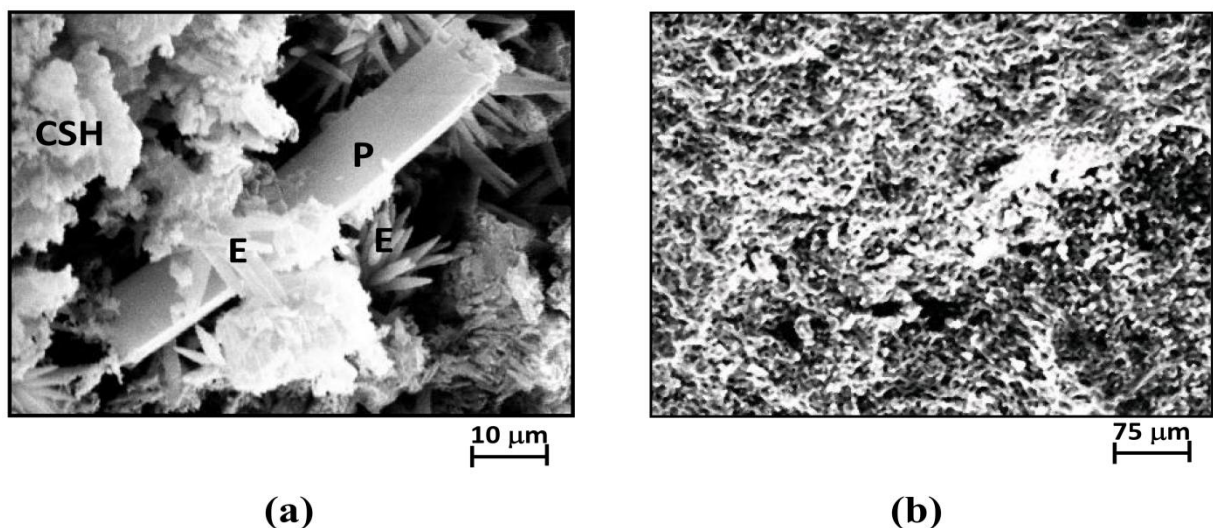


Figure 9 : Observation au MEB du PET0 : (a)- (5000x) - P = Portlandite ; E = Ettringite ; CSH, (b) (400x), Matrice cimentaire (densification des différents hydrates de réaction).

Au cours du processus de l'hydratation, il y a formation progressive des cristaux de CSH qui remplissent les vides inter-granulaires. On a des assemblages des différents constituants de la matrice qui présentent une organisation et une compaction relative aux grains (Figure 9b). De la même façon, le PET5 est caractérisé en plus par l'apparition d'une particule de PET entouré par la matrice cimentaire (Figure 10a). On note aussi, que la

morphologie des matériaux PET0 et PET 5 est qualitativement identique et qu'aucune interaction chimique entre les espèces minérales et le polymère n'a pu conduire à la formation de nouveaux composés.

En termes d'adhérence, la surface rugueuse des particules du polymère (Figure 2) favorise un meilleur contact entre le PET et la matrice cimentaire. Les particules apparaissent bien couvertes par cette dernière. En outre, Benazzouk et al. [35] et Aattache et al. [12] ont trouvé qu'il existe une bonne adhérence entre les particules des déchets plastiques (caoutchouc, le polyéthylène à haute densité HDPE) et la matrice de ciment. Ainsi, l'effet de l'ajout du PET comme substituant au ciment conduit à une densification de la matrice, ce qui sert à améliorer la résistance et la durabilité des matériaux composites [5,12].

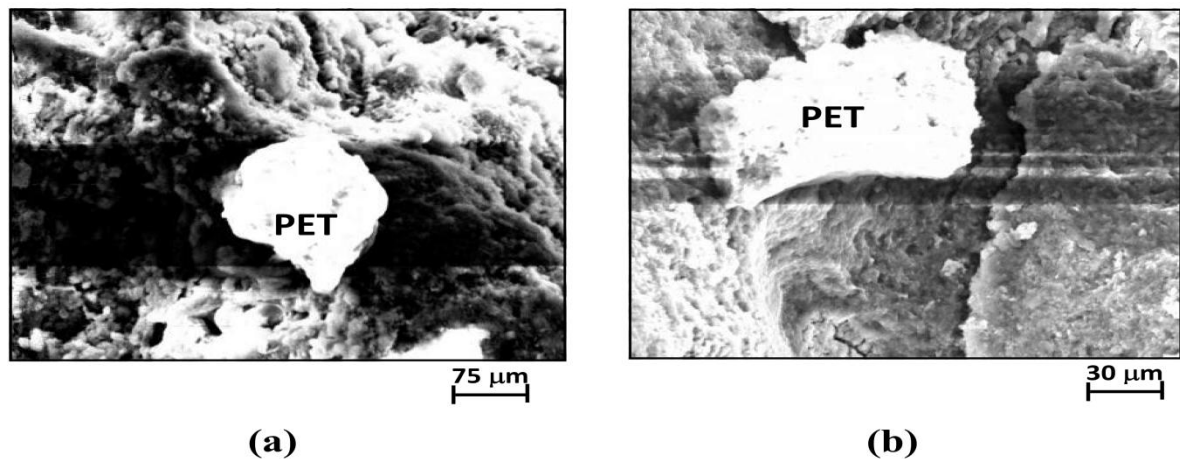


Figure 10 : Observation au MEB du PET5 : (a)- (1300x) ; (b)- (800x): Présence du polymère PET au sein d'un pore avec une Microfissuration diagonale.

3.4.3. Analyse par diffraction X

L'analyse comparative des spectres DRX obtenus pour les mortiers composites aux mêmes échéances n'indique pas qu'il y ait des différences significatives sur la nature des espèces cristallines qui composent le liant des matériaux : on trouve, systématiquement, presque les mêmes pics de diffractions, à toutes les teneurs. Pour illustrer ce résultat, on reporte à la Figure 11 la superposition du spectre du mortier contrôle PET0, et celui du composite PET7.5 à 90 jours.

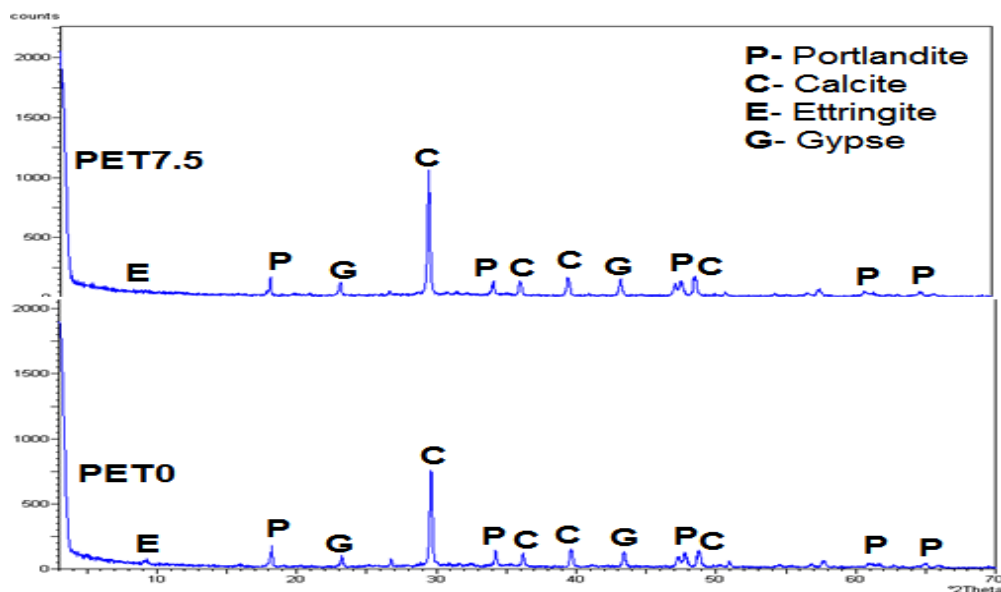


Figure 11 : Comparaison des Spectres DRX des échantillons PET0 et PET7.5.

Tous les spectres (Figure 11) obtenus révèlent la présence des mêmes espèces à savoir :

- Portlandite : $\text{Ca}(\text{OH})_2$.
- L'ettringite: $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$.

- Calcite : CaCO_3 .
- Gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Par conséquent, l'analyse DRX permet de constater que la composition des matériaux PET0 et PET7.5 est qualitativement identique et qu'aucune interaction chimique entre les espèces minérales et le polymère n'a pu conduire à la formation de nouveaux composés. Ces résultats concordent bien ceux trouvés par les analyses ATG/dTG et MEB.

4. Conclusions

A la faveur de ce qui précède, on a pu tirer les conclusions suivantes :

- Notre analyse étant d'observer l'évolution de la résistance mécanique à divers échéances pour les mortiers à différentes compositions des sables de mer et de carrière et cela pour la confection des composites mortier-PET. Les résultats ont permis de conclure que pour le mortier dont la composition est de 100% de sable de carrière et dont le rapport eau sur ciment E/C est égal à 0.50; donne les meilleures valeurs de résistance aux compressions, comparées avec celles des autres mortiers.
- Cette étude a permis, aussi, de mieux connaître les comportements mécaniques des matériaux composites mortier-polymère (PET). On remarque que les performances mécaniques en particulier les résistances à la flexion, de nos mortiers dans lesquels le polytéréphtalate d'éthylène a été incorporé sont jugés analogues sinon meilleures en comparaison avec celles d'un mortier témoin, d'où des avantages économique et écologique appréciables. On note une valeur optimale pour le composite PET2.5.
- Les méthodes d'analyses telles que l'ATG/dTG, MEB et DRX ont révélé que la composition des matériaux est qualitativement identique et qu'aucune interaction chimique entre les espèces minérales et le polymère n'a pu conduire à la formation de nouveaux composés.

L'application des composites mortier-polymère à base des déchets de PET dans le domaine de la construction, semble réalisable compte tenu des résultats obtenus par l'analyse de ses propriétés. Cette étude contribue à ce programme de valorisation des déchets de PET et de la réduction de la pollution. En conclusion, les études sur la durabilité des matériaux composites lors de l'exposition à un environnement agressif, comme la résistance aux acides et bases, les attaques sulfatiques et la pénétration aux ions chlorures Cl^- ont permis d'aboutir à des résultats positives [5]. Les composites contenant du PET ont aussi des propriétés d'isolation thermique (conductivité thermique) meilleure que ceux du mortier non modifié [36]. Ils pourraient fournir de multiples applications, en particulier pour empêcher le transfert de chaleur et pour économiser de l'énergie. De tels mortiers modifiés peuvent être recommandés comme des matériaux efficaces pour les diverses structures en béton au cœur du développement durable. En perspectives, il est intéressant d'étudier l'utilisation des déchets plastiques en PET comme substitution au sable naturel.

Remerciements-Ce travail a été effectué avec l'apport financier du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique de l'Algérie, sous les subventions du projet CNEPRU E01820120116. Les auteurs tiennent à rendre un dernier hommage posthume à l'enseignant Mr Moulay-Ali ABR pour sa participation dans ce programme de recherche ; ainsi qu'aux Professeurs Mr Hamzaoui et Mr Bouziane pour la réalisation des différentes photos MEB.

References

1. Benazzouk, A., Douzane, O., Mezreb, K., Laidoudi, B., Quéneudec, M., *Constr. Build. Mater.* 22 (2008) 573.
2. Corinaldesi, V., Mazzoli, A., Moriconi, G., *Mater. & Design*, 32 (2011) 1646.
3. Kou, S.C., Lee, G., Poon, C.S., Lai, W.L., *Waste Manage.* 29 (2009) 621.
4. Akcaözoglu, S., Akcaözoglu, K., Atis, C.D., *Composites: Part B*, 45 (2013) 721.
5. Benosman, A.S., Mouli, M., Taibi, H., Belbachir, M., Senhadji, Y., Bahlouli I., Houivet, D., *Engineering*, 5(4) (2013) 359.
6. Frigione, M., *Waste Manage.* 30, (2010) 1101.
7. Kim, S.B., Yi, N.H., Kim, H.Y., Kim, J.H.J., Song, Y.C., *Cem. Concr. Composite*, 32 (2010) 232.
8. Safi, B., Saidi, M., Aboutaleb, D., Maallem, M., *Constr. Build. Mater.* 43 (2013) 436.
9. Rahmani, E., Dehestani, M., Beygi, M.H.A., Allahyari, H., Nikbin, I.M., *Constr. Build. Mater.* 47 (2013) 1302.
10. Saikia, N., de Brito, J., *Mater. Res.* 16(2) (2013) 341.
11. Foti, D., *Composite Structures*, 96, (2013) 396.
12. Aattache, A., Mahi, A., Soltani, R., Mouli, M., Benosman, A.S., *Mater. & Design*, 52 (2013) 459.
13. Mounanga, P., Gbongbon, W., Poullain, P., Turcry, P., *Cem. Concr. Comp.* 30 (2008) 806.
14. Saikia, N., de Brito, J., *Constr. Build. Mater.* 34 (2012) 385.
15. Ge, Z., Sun, R., Zhang, K., Gao, Z., Li, P., *Constr. Build. Mater.* 44 (2013) 81.
16. Rebeiz, K.S., *Constr. Build. Mater.* 10 (1996) 215.

17. Sam, TD., Tam, MN., NOCMAT/3. In: Vietnam international conference on non-conventional material and technologies; (2002). p. 226.
18. Akcaözoglu, S., Atis, CD., Akcaözoglu, K., *Waste Manage.* 32 (2010) 285.
19. Ochi, T., Okubo, S., Fukui, K., *Cem. Concr. Compos.* 29 (2007) 448.
20. Won, JP., Jang, CI., Lee, SW., Lee, SJ., Kim, HY., *Constr. Build. Mater.* 24 (2009) 660.
21. Mobasher, B., Li, CY., *Adv. Cem. Based Mater.* 4(3-4) (1996) 93.
22. Hassani, A., Ganjidoust, H., Maghanaki, AA., *Waste Manage. Res.* 23(4) (2005) 322.
23. Choi, YW., Moon, DJ., Kim, YJ., Lachemi, M., *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 2829.
24. Albano, C., Camacho, N., Hernández, M., Matheus, A., Gutiérrez, A., *Waste Manage.* 29 (2009) 2707.
25. Khoury, N., Khoury, C., Abousleiman, Y., In: Proceedings of sessions of geocongress 2008-geocongress 2008: geotechnics of waste management and remediation, GSP 177; (2008) 336-43.
26. Ge, Z., Wang, H., Zhang, K., Li, PC., *J Shandong Univ (Eng Sci)*. 42(1) (2012) 106.
27. Gouasmi, M.T., Benosman, A.S., Taibi, H., Belbachir M., Senhadji, Y., 2nd French Meeting on Insulating Materials RFMI-2, Oran, 17-19 December (2012).
28. NF EN 196-3: Méthodes d'essais des ciments – Partie 3: Détermination du temps de prise et de la stabilité (March). Comité Européen de Normalisation (CEN), AFNOR, Paris, France, (2006).
29. NF EN 196-1: Méthodes d'essais des ciments – Partie 1: détermination des résistances mécaniques (April). Comité Européen de Normalisation (CEN), AFNOR, Paris, France (2006).
30. Lanchon, R., Cours de laboratoire granulats-béton-sols, Formation continue (Bâtiment et travaux publics), B.T, B.T.n, B.T.s, Tome I, Desforges, Editions Casteilla, (1989).
31. Siddique, R., Khatib, J., Kaur, I., *Waste Manage.* 28 (2008)1835.
32. Benosman, A.S., Mouli, M., Taibi, H., Belbachir, M., Senhadji, Y., *International Journal of Engineering Research in Africa, JERA.5.1*, 5(1) (2011) 1.
33. Benosman, A.S., Performances Mécaniques et Durabilité des Matériaux Cimentaires Modifiés par Ajout de Polymère (PET), Thèse de Doctorat en Science, Université d'Oran, Algérie, (2010).
34. Silva, D. A., Roman H. R., Gleize, P. J. P., *Cem. Concr. Res.* 32(9) (2002) 1383.
35. Benazzouk, A., Douzane, O., Langlet, T., Mezreb, K., Roucoult, J.M., Quéneudec, M., *Cem. Concr. Composites.* 29(10) (2007) 732.
36. Benosman, A.S., Mouli, M., Taibi, H., Belbachir, M., Senhadji, Y., Bahlouli I., Houivet, D., *Chemistry and Mater. Res.* 5 (2013) 21.

(2015); <http://www.jmaterenvirosnci.com>