

Chapitre V

Matières premières, formulation des Ciments – Mortiers

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des matières premières, la méthode de formulation des ciments et mortier et description des essais utilisés.

V-1 Matières Premières:

Les Principaux composants des ciments élaborés sont :

- Laitier.
- Clinker.
- Gypse.

V-1-1 Laitier :

Le laitier utilisé dans notre étude expérimentale comme ajout est récolté de laitier importation 2016.

Le ciment a été substitué partiellement à différents pourcentages (0%,5%, 10%, 20%,25% 30%, 35%) par rapport au poids massique de clinker par un ajout de laitier.

V -1-1-1 Composition chimique de laitier

La composition chimique est indiquée dans le Tableau (5-1).Elle a été déterminée par l'essai de Spectrométrie à Fluorescence aux rayons X au laboratoire de la cimenterie de Lafarge Holicim hammam dalaà.

L'analyse s'effectue sur un échantillon finement broyé, afin de déterminer sa composition chimique.

Elément	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CL	P.F
laitier	42,58	35,54	12,27	0,94	8,06	1,91	0,15	0,13	0,11	0

Tableau 5-1 Composition chimique de laitier importation 2016.

V -1-2 Le clinker :

La composition chimique en oxydes du cru détermine la composition minéralogique du clinker, donc on doit apporter un grand soin aux matières introduites dans le four pour obtenir un taux élevé de C3S.

Les matières premières utilisées pour la fabrication du clinker de la cimenterie de Hammam Dalâa et les caractéristiques physiques sont indiquées dans le Tableau (5-2).

V-1-2-1 Composition chimique et minéralogique du clinker :

Les compositions chimique et minéralogique du clinker utilisé sont présentées dans le Tableau (5-2).

L'analyse chimique a été effectuée au laboratoire de la cimenterie Lafarge Holicim (Hammam Dalaa).

Éléments (%)	Clinker
SiO ₂	20.98
Al ₂ O ₃	4.92
Fe ₂ O ₃	3,33
CaO	66.18
MgO	1,8
SO ₃	1.10
K ₂ O	0,64
Na ₂ O	0,10
Chaux libre	1,38
C ₃ S	65.47
C ₂ S	10.78
C ₃ A	7.41
C ₄ AF	10.12

Tableau 5-2 Composition chimique et minéralogique du clinker.

La composition minéralogique du clinker déterminée d'après la formule de BOGUE.

V -1-3 Le gypse :**V -1-3-1 Composition chimique :**

Le dosage du gypse naturel (sulfate de calcium déshydraté, CaSO₄. 2H₂O) a été maintenu constant à 5%. Dans la préparation de tous les ciments, pour deux raisons, réguler la prise et ne pas masquer l'influence de la teneur en ajouts sur les propriétés mécaniques du ciment. Les compositions chimiques du gypse sont données par le tableau (5-3).

Eléments(%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P.F	CL
Gypse de Biskra	9,13	1,95	1,10	28,68	9,57	30,02	0,07	0,00	26,93	0,024

Tableau 5 -3 Composition chimique du gypse.

Le rôle principal de gypse :

- Contribue la résistance à 02 jours.
- Régulateur de prise.
- Aide de broyage de ciment.

V -2 Formulation des Ciments:**V -2-1 Composition pondérale des différents ciments :**

Les différents ingrédients (Clinker, Laitier et Gypse) ont été concassés à une dimension inférieure à 1 mm, Puis mélangés soigneusement à différentes proportions (Tableau 5-4).

Types de ciments	Clinker (%)	Gypse (%)	Laitier (%)
CPA+0%Laitier	95	5	0
CPA+5%Laitier	90	5	5
CPA+10%Laitier	85	5	10
CPA+20%Laitier	80	5	15
CPA+25%Laitier	75	5	20
CPA+30%Laitier	70	5	25
CPA+35%Laitier	65	5	30

Tableau 5-4 Compositions pondérales (07) ciments préparés.

V -2-2 Analyses chimiques des différents ciments préparés séparée et simultanée:

Les résultats de la composition chimique des sept (07) ciments préparés sont présentés dans les Tableaux (5-5;5-6).

L'ajout laitier substitué à divers pourcentages (0% ,05%, 10%, 20%, 25%, 30% ,35%).

Dans cette étude, nous avons fait varier le pourcentage de l'ajout laitier dans le ciment par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par laitier) afin d'étudier son effet sur les propriétés physico-chimiques du ciment confectionné avec l'addition minérale et le comportement mécanique du mortier.

Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et l'état hydraté (composition chimique, temps de broyage, poids spécifique, finesse, distribution des particules, consistance des pâtes de ciment et temps de prise), ainsi que les caractéristiques des mortiers préparés à leurs bases, telles que, le retrait, le gonflement, le comportement mécanique (résistances mécaniques à la compression et à la flexion) et la microstructure du mortier ont été étudiées.

L'incorporation des additions laitier dans le clinker à différents pourcentages : (0% ,5%, 10%, 20%, 25% 30%, 35%), augmente le pourcentage des oxydes (SiO_2 , Al_2O_3 , SO_3 , MgO) et diminue le taux d'oxyde (CaO , Fe_2O_3).

- **Broyage simultané:**

Eléments (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
CPA 0%	21.55	5.17	3.5	64.93	1.89	1.11	0.67	0.1
CPA+5%laitier	20,55	4.97	5.98	59.23	1.7	2.28	0.3	0.11
CPA+10%laitier	21.21	5.23	5.82	59.36	1.87	2.5	0.32	0.11
CPA+20%laitier	23.33	6.24	5.42	60.89	2.85	1.85	0,32	0,11
CPA+25%laitier	24.38	6.62	5.26	61.51	3.205	1.875	0.33	0.11
CPA+30%laitier	25.44	7	5.1	62.13	3,56	1.9	0,34	0,11
CPA+35%laitier	26.20	7.1	5.2	62.80	3.80	2.01	0.36	0.11

Tableau 5-5 Composition chimique des ciments préparés avec broyage simultané.

- **Broyage Séparée:**

Eléments (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
CPA0%	21.54	5.16	3.3	64.93	1.86	1.10	0.65	0.11
CPA+5%Laitier	19.95	4.9	5.8	58.41	1.56	2.38	0.29	0.11
CPA+10%Laitier	20.86	5.28	5.61	58.97	1.94	2.25	0.3	0.11
CPA+20%Laitier	22.81	6.04	5.29	60.51	2.69	2.06	0.31	0.11
CPA+25%laitier	23.73	6.43	5.03	60.77	3.04	2.01	0.32	0.11
CPA+30%Laitier	24.65	6.81	4.78	61.04	3.38	1.96	0.32	0.11
CPA+35%laitier	25.3	7	5.01	62.02	3.7	2.5	0.35	0.11

Tableau 5-6 Composition chimique des ciments préparés avec broyage Séparée.

La composition chimique est un facteur déterminant de la résistance des ciments aux agents agressifs. On voit que le pourcentage en teneur d'anhydride sulfurique (SO₃) est inférieur à 4%. Ceci est conforme à la norme NF EN 197-1.

V -3 Formulation des mortiers normalisés :

Le mortier est constitué par le mélange suivant :

- 1350 g sable normalisé (Norme EN 196-1).
- 450 g du ciment.
- 225 g l'eau de gâchage.

V -3-1 L'eau de gâchage :

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est une eau distillée préparé au laboratoire de la cimenterie (Lafarge Holcim M' sila).



Figure 5-1 Distillateur (Lafarge laboratoire).

V -4 Mesures expérimentales:

V -4-1 Essai sur ciment anhydre :

V -4-1-1 Masse volumique absolue:

Il s'agit de déterminer la masse volumique absolue des sept (07) types de ciments utilisés dans notre étude.

La technique expérimentale utilisée est celle de l'appareil appelé "le Densimètre de Le Chatelier". Les résultats sont présentés dans les Tableaux (5-7;5-8).

Conduite de l'essai :

- Peser 64 g de ciment.
- Introduire le benzène ou kérosène (liquide non réactif avec le ciment) jusqu'à la graduation inférieure trait marqué 0 soit V_0 .
- Placer le densimètre dans un bain thermostatique à température constante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).
- Attendre 20 minutes et corrigé le niveau si nécessaire après stabilisation de la température.
- Introduire la poudre de ciment dans le Densimètre.
- Agité doucement en faisant tourner le densimètre pour chasser l'air entraîné par la poudre. Remettre le densimètre dans le bain thermostatique.
- Après stabilisation du niveau lire le volume après introduction du ciment dans le densimètre soit V_1 .

– Calcul de la masse volumique absolue par la relation : $\gamma_c = M / (V_1 - V_0)$.

- **Broyage séparé:**

Type des ciments	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
Masse volumique (g/cm ³)	3.17	3.16	3.14	3,12	3,08	3,06	3.02

Tableau 5-7 Masse volumique absolue des ciments de broyage séparée.

- **Broyage simultané:**

Type des ciments	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
Masse volumique (g/cm ³)	3.16	3.15	3.13	3,11	3,07	3,05	3

Tableau 5-8 Masse volumique absolue des ciments de broyage simultané.



Figure 5-2 Flasque Le Chatelier.

V -4-1-2 Mesure de la finesse du ciment (Norme NF P 15-442 -EN-196-6) :

Principe de l'essai :

Elle consiste à mesurer le temps mis par une quantité fixée d'air pour traverser un lit de ciment compacté à une dimension et une porosité spécifiées. (Figure 5-3).

La surface massique est proportionnelle au temps mis pour traverser la couche de ciment.

Conduite de l'essai :

- Peser une quantité de ciment pour obtenir un lit de ciment de porosité $e = 0.500$.
- Mettre la poudre de ciment dans la cellule puis compacter à l'aide du piston.

- Placer la surface conique de la cellule dans le rodage conique au sommet du manomètre.
- Obturer le dessus du cylindre avec bouchon adéquat. Ouvrir le robinet d'arrêt en amenant le niveau du liquide à la première ligne.
- Fermer le robinet d'arrêt et enlever le bouchon du cylindre.
- Démarrer le chronomètre dès que le liquide atteint la deuxième ligne.
- Arrêter le chronomètre dès que le liquide atteint le troisième repère.
- Relever le temps à 0.2s près et la température à 1°C près.
- Calculer la surface spécifique du ciment par la formule.

$$SSB = \frac{K}{\rho (1-e)} \frac{\sqrt[3]{e}}{\sqrt[3]{0,1\eta}} (cm^2/g)$$

Avec :

k : constante de l'appareil (K= 2.106).

ρ : Masse volumique du ciment en g/cm³.

η : Viscosité de l'air à la température de l'essai en poise.

t : Temps de passage de l'air dans la couche de la poudre de ciment en seconde.

m : est la masse à introduire dans la cellule de l'appareil Blaine.

m = ρc.v.e

v = 1.848 volume de la cellule

e = porosité du ciment dans la cellule.



Densimètre manuel



Densimètre automatique

Figure 5-3 Le Densimètre de Le Chatelier.

- **Broyage séparé:**

Type de ciment	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
SSB (cm ² /g)	3620	3690	3720	3790	3800	3880	3920

Tableau 5-9 SSB de défirrent ciment préparé avec broyage séparée.

- **Broyage simultané:**

Type de ciment	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
SSB (cm ² /g)	3600	3660	3700	3760	3780	3860	3890

Tableau 5-10 SSB de défirment ciment préparé avec broyage simultané.

V -4-1-3 Analyse granulométrique (Méthode alpine) :

- Objet :

Ce mode opératoire a pour but de décrire le mode d'emploi d'utilisation de la tamiseuse ALPINE référencé M0212.

Nous allons décrire l'appareil et les étapes pour procéder à un tamisage de produits et nous préciserons les consignes à respecter.

- Domaine d'application :

Le tamis à air ALPINE est un appareil utilisé pour effectuer des tamisages à secs très fins, sans manipulation de la matière.



Figure 5-4 Tamiseuse Alpine (Laboratoire de Lafarge M'sila).

- Mode opératoire :

- **Appareillage :**
- **Description :**

Le tamis à air ALPINE fonctionne sans aucun mouvement mécanique du tamis ou des autres parties en contact avec la matière, mais simplement par courant d'air.

Il consiste dans l'utilisation contrôlée du courant d'air, pour disperser la matière, entraîner le fin (les fines) à travers les mailles du tamis, nettoyer le tamis.

L'ensemble de l'appareil comprend :

- le tamis Alpine avec manomètre en U.
- le ventilateur.
- le dépoussiéreur (filtre).
- le tambour tamisant.
- un filtre pour recueillir les fines (éventuellement)
- deux tamis : 32 μm , 45 μm .

-Détermination du rejet en utilisant un seul tamis :

Voici les étapes à suivre :

- faire sécher la matière à tamiser si nécessaire.
- placer le tamis à utiliser sur le bâti.
- peser 10g de matière et vider sur le tamis.
- mettre en place le couvercle en plexiglas.
- brancher l'appareil en tournant vers la droite le bouton de la minuterie jusqu'à la butée fixée d'avance sur 5 min avec le bouton molleté.
- mettre en route l'aspiration.

La minuterie étant branchée, la lance fendue commence à tourner, le ventilateur et l'aspiration de poussière démarrent, le tamisage commence. A travers le plexiglas, on peut observer directement le tamisage.

Si au début de l'opération, une partie de la matière se colle au couvercle, il faut la décoller, aussi longtemps que nécessaire, en donnant toutes les 10 secondes environ quelques coups sur le bouton du couvercle avec le marteau en matière plastique.

Par la suite, la matière grossière soulevée par le courant d'air nettoie elle-même le couvercle.

L'ouverture d'aspiration dans le talon du bâti du tamis doit être absolument libre. On peut tirer le couvercle pour un court instant afin d'écraser des grumeaux éventuels.

Du fait de l'aspiration, il ne se produit pas de perte de matière.

- Lorsque les 5 minutes sont écoulées, l'appareil s'arrête automatiquement.

Couper alors l'aspiration.

- Peser la matière restant sur le tamis.

Soit **P** le poids trouvé en grammes.

Rejet = $P \times 10$ (%). (Voir les Tableaux 5-11;5-12).

- **Broyage séparée:**

Taille (μ m)	Rejet (%)						
	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
32	13,2	12,9	12,6	12,3	12,0	11,7	11,3
45	5,2	5	4,8	4,6	4,4	4,2	4
SSB (cm^2/g)	3620	3690	3720	3790	3800	3880	3920

Tableau 5-11 Caractéristiques de la granulométrie (Refus 32& 45 μ m) des différents ciments de broyage séparée.

- **Broyage simultanée:**

Taille (μ m)	Rejet (%)						
	CPA 0%	5% Laitier	10% Laitier	20% Laitier	25% Laitier	30% Laitier	35% Laitier
32	15,2	14,9	14,6	14,3	14,0	13,7	13,3
45	7,2	7	6,8	6,6	6,4	6,2	6
SSB (cm^2/g)	3600	3660	3700	3760	3780	3860	3890

Tableau 5-12 Caractéristiques de la granulométrie (Refus 32& 45 μ m) des différents ciments de broyage simultanée.

V -4-2 Essais sur ciment hydraté (pâtes de ciment) :

V -4-2-1 Essai De Consistance (Norme EN 196-3 2005) :

L'essai consiste à déterminer la quantité d'eau de gâchage optimale qui définit une consistance dite normalisée elle est fonction du rapport E/C.

L'essai a été réalisé avec l'appareil de Vicat selon la norme EN 196-3 (Figures 5-5).

Objectif de l'essai :

La consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps.

Pour pouvoir apprécier cette évolution qui est fonction de la teneur en ajout (calcaire) dans le ciment et la quantité d'eau de gâchage ; il faut partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

Principe de l'essai :

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement d'une aiguille cylindrique de ($\varnothing = 10 \text{ mm}$) sous l'effet d'une charge constante (300g). L'enfoncement est d'autant plus rapide et important que la consistance est plus fluide. (Figure 5-5).

Conduite de l'essai :

- Verser la quantité d'eau dans la cuve du malaxeur .La température dans la salle doit être De $20 \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative supérieure ou égale à 50%.
- Verser 500 g de ciment au centre de la cuve en un temps compris entre 5 et 10 secondes. La fin du versement correspond au temps 0.
- Mettre immédiatement le malaxeur en marche à vitesse lente pendant 90 s.
- Arrêt du malaxage pendant 30 s, faire le raclage de la pâte.
- Remettre le malaxeur en marche pendant 90s à vitesse lente.
- Introduire la pâte immédiatement dans le moule tronconique de hauteur 40mm et de Diamètre 70 et 80 mm posé sur une plaque en verre huilée sans tassement ni vibration excessives.
- Enlever l'excès de la pâte par un mouvement de va et vient avec une truelle maintenue Perpendiculairement à la surface du moule.
- Placer l'ensemble sur la platine de l'appareil de Vicat.
- La sonde de diamètre $\varnothing = 10 \text{ mm}$ est amenée à la surface de la pâte et lâchée sans vitesse initiale. La sonde s'enfonce dans la pâte. Quand elle s'immobilise; ou au plus tard 30s après l'avoir relâchée.
- Mesurer la distance d entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule, cette distance d Caractérise la consistance. Si $d = 6\text{mm} \pm 2$; c'est la consistance normalisée Si d est différente de cette valeur, on refait l'essai avec un nouveau rapport E/C jusqu'à l'obtention de la valeur recherchée.

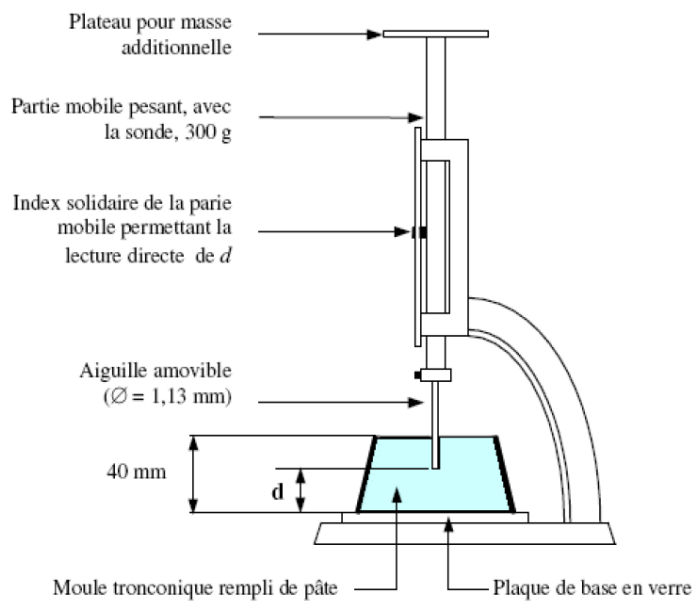


Figure 5-5 Appareil de Vicat manuel.

V -4-2-2 Essai de Prise :

Objectif de l'essai :

Il consiste à déterminer le début et la fin de prise des pâtes pures des ciments étudiées conformément à la norme EN 196-3.

Principe de l'essai :

L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat manuel ou automatique (Figure 5-6).



Prisomètre (Vicat automatique).



Vicat Manuel.

Figure 5-6 L'appareil de Vicat.

Le Vicat manuel équipée d'une aiguille de 1.13mm de diamètre ; sous l'effet d'une charge de 300g l'aiguille s'enfonce à une distance d du fond du moule.

Si $d = 6\text{mm} \pm 3$ On dit que c'est le début de prise, le temps est mesuré à partir du temps 0 du début de malaxage.

Si l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte vaut $d = 0.5\text{mm}$. On dit que c'est la fin de prise, alors la pâte devient un bloc rigide.

Equipement utilisé :

Une armoire climatique maintenue à $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et une humidité relative supérieure à 90% et l'appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1.13mm.

Conduite de l'essai (Norme EN 196-3) :

Il s'agit de confectionner une pâte de ciment normalisée comme indiqué au 5-4-2-1. Le temps zéro est celui où le ciment a fini d'être ajouté à l'eau dans la cuve du malaxeur. L'aiguille est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans vitesse initiale. Lorsqu'elle s'immobilise (ou après 30s d'attente).

On relève la distance d séparant l'extrémité de l'aiguille à la plaque de base. On recommence l'opération à intervalle de temps convenablement espacés jusqu'à ce que $d = (6 \pm 3)$ mm cet instant mesuré à 5 mn près correspond au temps de début de prise.

On continue l'opération en faisant tourner le moule sur l'autre face le temps de fin de prise correspond à l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte de 0.5mm pour la première fois.

V -4-2-3 Essai de stabilité :

Objectif de l'essai :

L'essai consiste à mesurer l'augmentation de volume provoquée lors de la réaction d'hydratation par la présence de l'oxyde de calcium ou de magnésium contenu dans les ciments étudiés.

Principe de l'essai :

L'essai consiste à faire accélérer la réaction d'hydratation par un traitement thermique de la pâte pour pouvoir observer une expansion éventuelle des cinq types de ciment testé.

Equipement nécessaire :

Une armoire humide maintenue à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et au moins 90% d'humidité relative.

Une bouilloire dans laquelle les éprouvettes sont immergées et la température de l'eau est portée de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à ébullition en $3\text{h} \pm 5\text{mn}$. Deux moules en laiton élastique appelés "appareil le Chatelier".

Ces moules sont fondus de façon à pouvoir s'ouvrir en cas d'augmentation de volume de la pâte.

Conduite de l'essai :

La pâte de consistance normalisée (voir paragraphe 5-4-2-1) est introduite dans les deux moules en laiton.

Conservation des moules pendant 24h dans l'armoire humide.

Au bout de ce temps on mesure à 0.5mm près l'écartement **A** des pointes des aiguilles. Le moule est entreposé dans la bouilloire pendant $3\text{h} \pm 5\text{mn}$ à une température d'ébullition. Soit **B** l'écartement au bout de ce temps des pointes des aiguilles et soit **C** l'écartement après refroidissement à 20°C . La stabilité est caractérisé par la valeur C-A.

Stabilité = C-A

Expansion = B-A

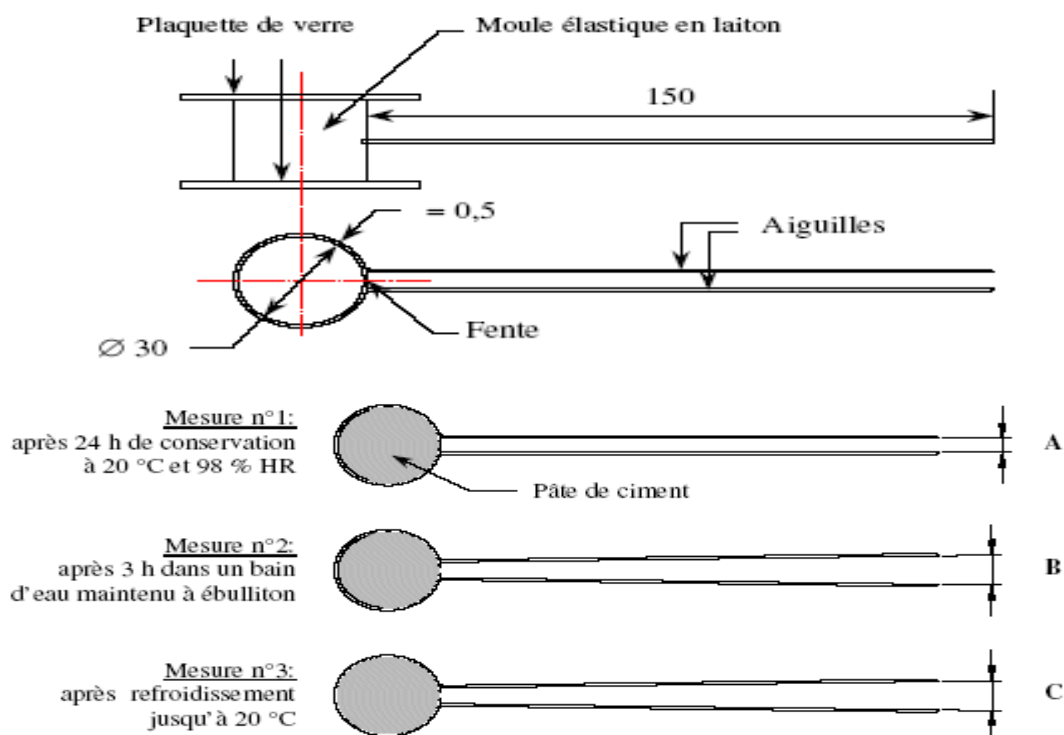


Figure 5-7 les Aiguillé de Chatelier.



Figure 5-8 Le bouilloire de Chatelier.

V -4-3 Essai sur Mortier :**V -4-3-1 Mortier normalisé :**

Dans le but de confirmer l'évolution des résistances mécaniques, Des éprouvettes contenant un mélange ciment Portland et calcaire ont été coulés selon la norme EN 196-3 et EN 196-1.

L'incorporation de Laitier dans les ciments permet une meilleure hydratation des anhydres .Nous avons choisi un taux de substitution du ciment Portland de (0%,5%,10%, 20%,25%,30%, 35%) selon la norme EN 196-1 NFP18-508 .

Type de ciment	Constituant du Ciment (%)			Composition des mortiers		
	Clinker (%)	Gypse (%)	laitier (%)	Ciment (g)	L'eau (ml)	Sable normalisé (g)
CPA 0%	95	5	0	450	225	1350
5%Laitier	90	5	5	450	225	1350
10%Laitier	85	5	10	450	225	1350
20%Laitier	80	5	15	450	225	1350
25%Laitier	75	5	20	450	225	1350
30%Laitier	70	5	25	450	225	1350
35%Laitier	65	5	30	450	225	1350

Tableau 5-13 Composition des mortiers.

V -4-3-2 Préparation des éprouvettes et déroulement des essais mécaniques :

Les essais mécaniques ont été préparés des éprouvettes prismatiques de dimensions (4x4x16) cm³ selon la norme EN 196-1 dans un malaxeur semi-automatique. (Voir la Figure 5-9 et Figure 5-10).



Figure 5-9 Malaxeur semi-automatique de mortier



**Figure 5-10 Epreuve Prismatique
(4x4x16) cm³.**

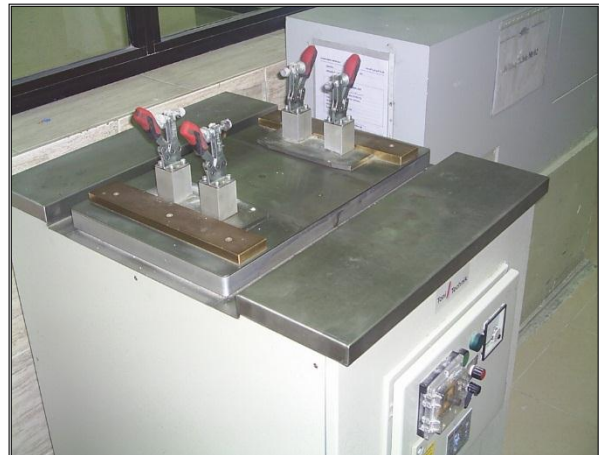
(Laboratoire de Lafarge M'sila)

La Méthodes d'essai des ciments et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc (Figure 5-11), ou table vibrante (Figure 5-12).

Les éprouvettes sont au nombre de trois par moule.



**Figure 5-11 Table Vibrante
(Laboratoire de Lafarge M'sila).**



**Figure 5-12 Table à Choc
(Laboratoire de Lafarge M'sila).**

Elles sont stockées dans leurs moules pendant 24 heures dans une chambre d'humidité de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et une humidité de 90% (Figure 5-13).



**Figure 5-13 La Chambre d'humidité
(Laboratoire de Lafarge M'sila)**

Ensuite elles sont démoulées.

Les éprouvettes prismatiques sont plongées sans retard dans des bains d'eau à régulation de température $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. (Figure 5-14)



Figure 5-14 Bains d'eau (laboratoire de Lafarge M'sila).

Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes sont exposées à l'air libre pendant 20 minutes pour qu'elles acquièrent l'état normal d'humidité.

Les essais sont d'abord effectués en flexion sur une presse permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10KN asservie en chargement de $50\text{N/s} \pm 10\text{N/s}$.

Les essais de compression sont effectués par une presse de type Perrier d'une charge de 200KN asservie en chargement de $2400\text{N/s} \pm 200\text{N/s}$. (Voir Figure 5-15).

Les essais mécaniques ont lieu sur 4 éprouvettes et sont testés .en flexion et en compression à 2,7, 28 jours.



**Figure 5-15 Machine de Compression
(Laboratoire de Lafarge M'sila).**

V -4-3-3 Mesure du Retrait sur éprouvette de mortier normal :

Objectif de l'essai :

L'essai consiste à suivre l'évolution des changements dimensionnels d'une éprouvette de mortier normal conservé à l'air pour le retrait et à l'eau pour le gonflement.

Donc le retrait est une réduction de longueur d'un échantillon provoqué par la dessiccation, le gonflement est une augmentation de longueur d'un échantillon provoqué par l'immersion dans l'eau. Trois prismes ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) sont préparés pour chaque essai de retrait et de gonflement.

Principe de l'essai :

Après le démoulage de l'éprouvette de dimension $(4 \times 4 \times 16) \text{ cm}^3$, on procède immédiatement à la mesure de sa longueur puis à 3,7 et 28 jours.

Équipement nécessaire utilisé :

Il est décrit dans la Norme NF P15-433.

Une salle maintenue à une température de $20 \pm 2^\circ \text{C}$ Un malaxeur normalisé

Des moules équipés de plots de retrait en laiton. (Figure 5-16)



Figure 5-16 Moules (4x4x16) cm³ Équipés de plots de Retrait.

Les plots sont vissés au centre de chaque face carré du moule au moment de la mise en place du mortier, puis désolidarisés du moule avant le démoulage.

Un dilatomètre équipé d'un comparateur permettant de réaliser des mesures avec une précision inférieure ou égale à 5 µm.

Une tige de 160mm de longueur en invar (insensible à la variation de température pendant la manipulation) pour permettre de régler le zéro du dilatomètre.



**Figure 5-17 Comparateur de Retrait
(Laboratoire de Lafarge M'sila)**

Conduite de L'essai :

Régler le comparateur à zéro juste au moment du démoulage de l'éprouvette sur la tige en invar de 160 mm de longueur, soit L_0 la mesure de l'éprouvette.

Soit $dl(t)$ la valeur lue sur le comparateur au temps t (3, 7 et 28 jours), la longueur de l'éprouvette est :

$$L(t) = L_0 + dl(t).$$

La variation de longueur au temps t (3, 7 et 28 jours) est :

$\Delta l(t) = L(t) - L_0 = dl(t) - dl(t_0)$ La variation relative de la longueur est :

$\varepsilon(t) = \Delta l(t)/L_0 = [dl(t) - dl(t_0)]/L_0$, $\Delta l(t)$ est la moyenne des trois éprouvettes issus de la même confection du mortier.

- Si les éprouvettes sont conservées dans l'air,

$\Delta l(t)$ est négatif et on parle de retrait.

- Si les éprouvettes sont conservées dans l'eau,

$\Delta l(t)$ est positif et on parle de gonflement.

V -4-3-4 La Chaleur d'hydratation (La méthode semi-adiabatique) :

- Principe :

La méthode semi-adiabatique consiste à introduire un échantillon de mortier fraîchement préparé, dans un calorimètre afin de déterminer, d'après l'évolution de la température, la quantité de chaleur dégagée. À une échéance donnée, la chaleur d'hydratation du ciment contenu dans l'échantillon est égale à la somme de la chaleur accumulée dans le calorimètre et de la chaleur dissipée vers le milieu ambiant pendant toute la durée de l'essai.

L'échauffement du mortier est comparé à la température d'un échantillon inerte dans un calorimètre de référence.

L'échauffement qui dépend principalement des caractéristiques du ciment est généralement compris entre 10 K et 50 K.

- Appareillage :

1- Calorimètre :

Constitué d'un vase isotherme fermé par un bouchon isolant et placé dans une enveloppe rigide qui lui sert de support.

La construction et les caractéristiques du calorimètre utilisé pour l'essai et de celui utilisé comme référence doivent être les suivantes :

a) un vase isotherme :

(Par exemple un vase Dewar), fait en verre borosilicate plaqué à l'argent ; de forme cylindrique avec un fond hémisphérique.

Ses dimensions intérieures doivent être d'environ 95 mm de diamètre et 280 mm de profondeur ; avec un diamètre extérieur de 120 mm environ.

Un disque de caoutchouc d'environ 85 mm de diamètre et 20 mm d'épaisseur, doit être placé au fond du vase afin de servir d'appui au récipient contenant l'échantillon et de répartir uniformément la charge sur la paroi du vase.

b) une enveloppe très rigide :

Dont la base est suffisamment large pour assurer une bonne stabilité à l'ensemble (en duralumin de 3 mm d'épaisseur, par exemple).

Le vase doit être séparé de la paroi latérale de l'enveloppe par un espace d'air de 5 mm environ et doit reposer sur un appui de 40 mm à 50 mm d'épaisseur, en matériau de faible conductibilité thermique (polystyrène expansé, par exemple).

Le bord supérieur du vase doit être protégé par un joint de caoutchouc placé à son contact.

Ce joint doit être un anneau, épais d'au moins 5 mm, en matériau de faible conductibilité thermique, fixé à l'enveloppe du calorimètre.

L'anneau doit servir à positionner le vase et à fournir une surface d'appui sur le bouchon afin d'assurer l'étanchéité du dispositif de fermeture.

c) Un bouchon isolant :

Constitué de trois parties :

- **la partie inférieure**, plongeant dans le vase et dont le rôle est de limiter au maximum les pertes de chaleur vers le milieu extérieur.

Elle doit être de forme cylindrique, de diamètre égal au diamètre intérieur du vase et d'une épaisseur de 50 mm environ. Elle doit être réalisée en polystyrène expansé (classe 20 kg/m³ environ) ou en un autre matériau de caractéristiques thermiques similaires.

Sa base peut être protégée par une plaque de plastique (par exemple, en polyméthylméthacrylate), de 2 mm d'épaisseur environ.

- **la partie centrale**, qui sert à assurer l'étanchéité du calorimètre tout en contribuant à la réduction des pertes de chaleur, doit être composée d'un disque de caoutchouc mousse de 120 mm de diamètre

- **la partie supérieure**, qui a pour but d'assurer la mise en place correcte et constante du bouchon sur le vase Dewar doit être constituée d'une enveloppe rigide contenant un dispositif

de fermeture rapide de manière à comprimer la partie centrale en caoutchouc mousse pour assurer l'étanchéité du bouchon.

d) caractéristiques de performance :

Le coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre ne doit pas dépasser 100 J.h-1.K-1 pour un échauffement de 20 K.

Le réétalonnage est nécessaire :

- au moins tous les quatre ans ou après 200 essais ;
- en cas de détérioration du calorimètre ou d'un composant isolant.

Afin d'éviter de dégrader l'isolation du calorimètre, la température du mortier soumis à l'essai ne doit pas dépasser 75 °C.

2- Calorimètre de référence :

De même construction et caractéristiques que le calorimètre d'essai.

Il doit comporter une boîte à mortier contenant un échantillon de mortier gâché au moins 12 mois auparavant (et considéré comme inerte).

3. Thermomètres à résistance de platine :

Pour le calorimètre de référence et chaque calorimètre d'essai, dont la graduation doit couvrir, au moins, l'échelle de 19 °C à 75 °C. Si les conducteurs de la résistance électrique sont en cuivre, ils ne doivent pas avoir, dans la partie qui traverse le bouchon, une section supérieure à 0,25 mm².

S'ils sont en un autre métal, la résistance thermique totale par centimètre de conducteur doit être supérieure à 0,10 K.mW-1 (résistance thermique équivalant à celle d'un conducteur en cuivre de 0,25 mm² de section et de 1 cm de longueur).

La puissance calorifique dissipée par le thermomètre ne doit pas dépasser 3 mW. L'alimentation en courant continu, qui constitue un apport d'énergie, doit être évitée si la puissance calorifique dissipée excède 0,2 mW. Il est recommandé de s'assurer de la précision de l'ensemble du dispositif de mesure et d'enregistrement de la température.

La température de l'échantillon d'essai doit être mesurée avec une précision de $\pm 0,3$ °C. Lorsque le calorimètre est étalonné *in situ* avec les conducteurs utilisés pour les essais de chaleur d'hydratation, la section totale des conducteurs sera au maximum de 0,80 mm² (quatre fils de 0,5 mm de diamètre), mais doit être telle que le coefficient de déperdition thermique du calorimètre soit inférieur à 100 J.h-1.K-1 pour un échauffement de 20 K .

La gaine de protection de ces conducteurs doit être fabriquée en matériau de faible conductibilité thermique.

4. Boîte à mortier :

Consistant en un récipient cylindrique muni d'un couvercle, d'un volume d'environ 800 cm^3 , conçu pour contenir l'échantillon de mortier à essayer.

La boîte à mortier, perdue après chaque essai, doit être étanche à la vapeur d'eau. Ceci doit être vérifié pendant l'utilisation en pesant la boîte à mortier après chaque essai.

Elle doit être en fer-blanc contre-soudé électriquement et avoir une épaisseur nominale de 0,3 mm, un diamètre d'environ 80 mm et une hauteur d'environ 165 mm. Sa hauteur doit réserver un espace libre d'environ 10 mm entre le sommet de la boîte à mortier et le bouchon.

Le couvercle de la boîte à mortier doit être muni, en son centre, d'un étui pour thermomètre en forme de tube cylindrique fermé à sa base.

Le diamètre intérieur de l'étui doit être légèrement supérieur à celui du thermomètre. Sa longueur doit être comprise entre 100 mm et 120 mm environ afin de lui permettre d'atteindre le cœur de l'échantillon.

5. Appareil d'enregistrement de la température :

Capable d'enregistrer les mesures prises par chaque thermomètre.

6. Malaxeur à mortier : Conforme à l'EN 196-1.

Détermination de la chaleur d'hydratation :**Laboratoire :**

La température du laboratoire où le mortier est gâché doit être maintenue à $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

La salle d'essais où la calorimétrie a lieu doit être maintenue à une température de $(20,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$.

La température affichée par le calorimètre de référence doit être considérée comme étant la température ambiante et doit être maintenue à $\pm 0,5 ^\circ\text{C}$.

La distance entre chacun des calorimètres doit être d'environ 12 cm. La vitesse de l'air de ventilation autour des calorimètres doit être inférieure à $0,5 \text{ m.s}^{-1}$.

Lorsque plusieurs essais sont effectués simultanément, on doit compter au moins un calorimètre de référence pour six calorimètres d'essai ; lorsque plusieurs calorimètres d'essai

sont utilisés avec un calorimètre de référence, un agencement hexagonal doit être organisé avec le calorimètre de référence au centre.

Mode opératoire :

a- Composition du mortier :

La composition du mortier doit être conforme à l'EN 196-1 et l'échantillon pour essai doit avoir une masse totale de $(1\,575 \pm 1)$ g.

Chaque gâchée de mortier doit être constituée de $(360,0 \pm 0,5)$ g de ciment ; $(1\,080 \pm 1)$ g de sable normalisé CEN conforme aux exigences de l'EN 196-1 et $(180,0 \pm 0,5)$ g d'eau distillée.

Comme il n'est pas possible de récupérer la totalité des matériaux versés dans le récipient du malaxeur, il convient que la gâchée de mortier soit légèrement supérieure à 1 575 g, les proportions en masse des divers constituants étant maintenues.

b- Malaxage :

Conserver le ciment, l'eau, le sable, la boîte à mortier, le récipient du malaxeur et les autres instruments en contact avec le mortier dans la salle d'essais.

Le malaxeur étant dans sa position de fonctionnement, verser le sable et ensuite le ciment dans le récipient du malaxeur ; homogénéiser le mélange de sable et de ciment pendant 30 s à petite vitesse ; verser l'eau, consigner le temps, et malaxer immédiatement à petite vitesse pendant 60 s ; régler le malaxeur sur la grande vitesse et malaxer à nouveau 60 s.

Afin d'éviter les déperditions thermiques, il est recommandé d'exécuter le malaxage dans un temps relativement court.

C'est pour cette raison que le temps de malaxage prescrit dans l'EN 196-1 a été raccourci.

c-Mise en place de l'échantillon d'essai :

Aussitôt après le malaxage, peser (1575 ± 1) g de mortier dans la boîte qui a été pesée au préalable, avec son couvercle, à $\pm 0,5$ g.

Mettre en place le couvercle en s'assurant qu'il assure l'étanchéité.

Remplir l'étui pour thermomètre de $(2,5 \pm 0,5)$ cm³ d'huile (par exemple de l'huile minérale fluide), afin d'améliorer le contact thermique entre l'échantillon d'essai et le thermomètre.

Peser la boîte à mortier à $\pm 0,5$ g pour pouvoir contrôler, en fin d'essai, toute perte de vapeur d'eau éventuelle.

Aussitôt après, l'introduire dans le calorimètre d'essai et le refermer immédiatement avec le bouchon.

Mettre aussitôt le thermomètre en place dans l'étui pour thermomètre de manière à ce qu'il soit approximativement au cœur de l'échantillon d'essai. Sceller l'orifice de passage à travers le bouchon au moyen d'un dispositif de fermeture.

Le bouchon peut être également obturé au moyen d'un matériau d'étanchéité, malléable, ou de mastic.

Le malaxage et la mise en place de l'échantillon d'essai ne doivent pas prendre plus de 6min.

En fin d'essai, peser à nouveau la boîte à mortier à $\pm 0,5$ g.

En cas de réduction de masse supérieure à 2 g, l'essai n'est pas valable et doit être recommencé.

d- Mesure de l'échauffement :

Prendre le moment où l'on verse de l'eau comme origine des temps.

La mesure de l'échauffement consiste à relever, à des instants déterminés, la température de l'échantillon d'essai et celle de l'échantillon inerte placé dans le calorimètre de référence.

Faire au moins un relevé au cours des 30 premières minutes, suivi par des relevés effectués au moins toutes les :

1 h pendant les premières 24 h.

4 h au cours du deuxième jour.

6 h jusqu'à la fin de la période d'essai.

La fréquence de ces mesures peut être accrue en fonction des caractéristiques du ciment étudié. Consigner l'instant de chaque relevé de température en heures et minutes.

À chaque relevé de température déterminer l'échauffement de l'échantillon d'essai, ht , comme la différence entre la température de l'échantillon d'essai, T_s , et celle de l'échantillon inerte, $Tr0$, placé dans le calorimètre de référence.

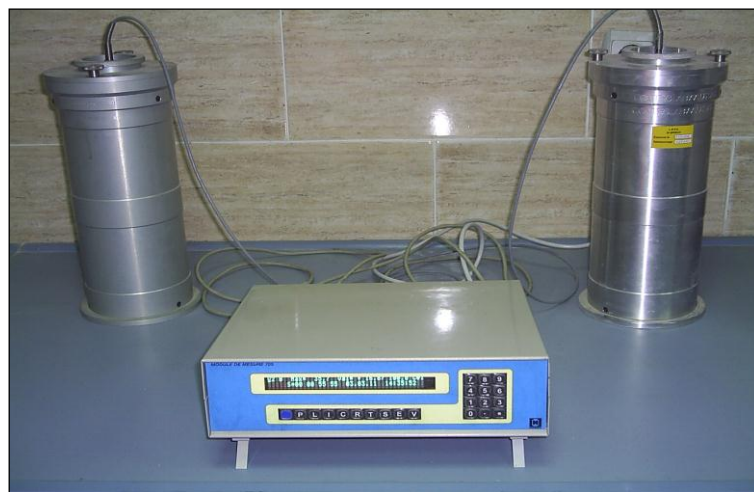


Figure 5-18 Calorimètre Langavant (Laboratoire de Lafarge M'sila).

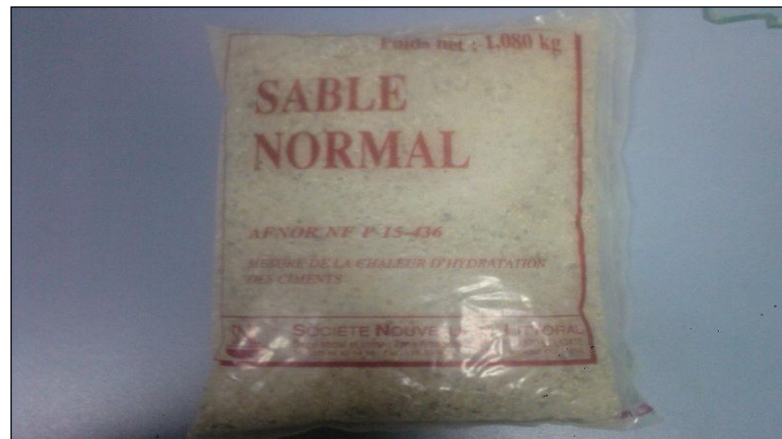


Figure 5-19 Sable Normalisé (Laboratoire de Lafarge M'sila).

Le phénomène de prise du ciment s'accompagne d'une réaction exothermique dont l'importance dépend de différents paramètres, en particulier :

- La finesse de mouture: plus le ciment est broyé fin, plus la chaleur d'hydratation est élevée.
- La nature des constituants: les ciments CPA comportant presque exclusivement du clinker dégagent plus de chaleur que des ciments avec constituants secondaires.
- La nature minéralogique du clinker: plus les teneurs en aluminat tricalcique (C_3A) et silicate tricalcique (C_3A et C_3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte.
- La température extérieure.

Détermination de la chaleur d'hydratation : CEM III/A 42,5 -01

Caractéristiques du calorimètre :

Paramètres de l'essai		Observations	
Nom de l'essai	CHF 40%		
Date de l'essai	23/05/12		
Numéro de l'essai			
Voie d'essais	2		
Temp. de référence (°C)	19.70		
Caractéristiques du calorimètre :		Caractéristiques de l'éprouvette :	
Numéro 16		Nature du ciment 0	
Coefficient de déperdition thermique (J/h.°C) :		Masse du ciment (g) :	
67.30 + T (°C) x 0.162		360.00	
Capacité thermique à vide (J)		Masse de l'eau (g) :	
663.00		180.00	
Capacité thermique totale (J)		Masse du sable (g) :	
2 487.20		1 080.00	
Echelles du 705		Masse de la boîte (g) :	
Maximum voie 100.00 Unités >C		134.80	
		Masse des accessoires (g)	
		44.60	
		Température de gâchage (°C)	
		22.00	
Annuler		OK	

Figure 5-20 Caractéristiques du calorimètre (Laboratoire de Lafarge M'sila).