

Chapitre III: Matières premières, formulation des Ciments – Mortiers – et Mesures

Expérimentales

III-1 Introduction:

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

III-2 Matières Premières:

Les Principaux composants des ciments élaborés sont :

- Poudre de verre et poudre de marbre;
- Clinker;
- Gypse.

III-2-1 Poudre de verre et poudre de marbre :

Les tableaux suivants représentent les résultats d'analyse chimique réalisée au niveau du laboratoire de chimie de la cimenterie Lafarge de M'sila.

a) Poudre de verre :

Tableau III-1: Analyse chimique de la poudre de verre

Composant	SiO ₂	B ₂ O ₃	CaO	MgO	F ₂	K ₂ O	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
verre "E"	54.5 %	7.9 %	17.7 %	4.1 %	0.2 %	0.1 %	0.5 %	14.9 %	0.1 %



Figure III-1 : Poudre de verre

b) Poudre de marbre :**Tableau III-2:** Analyse chimique de la poudre de marbre

Analyse Marbre	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	PAF	Total
	0,38	0,16	0,12	52,73	1,96	0	0	0	0,008	42,78	98,14

**Figure III-2 :** poudre de marbre**III-2-2 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 (III-3).

**Figure III-3:** Clinker

Clinker	Clinker de Hammam Dalaa (H/D)
Ingrédient du clinker	Calcaire
	Argile
	Sable de dune (Bousâada)
	Minerai de fer
Densité apparente	1,32
Dureté	37

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

Les compositions chimique et minéralogique du clinker utilisé sont présentées dans le Tableaux (III-4).

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

Tableau III-4 Composition chimique et minéralogique du clinker.

Éléments	(%)
SiO ₂	21,49
Al ₂ O ₃	5,05
Fe ₂ O ₃	3,81
CaO	66,09
MgO	1,8
SO ₃	0,82
K ₂ O	0,71
Na ₂ O	0,11
Chaux libre	1,08
C ₃ S	59,18
C ₂ S	16,99
C ₃ A	6,94
C ₄ AF	11,58

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

III-2-3 Le gypse :

III-2-3-1 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 (III-5).



Figure III-4: gypse

Tableau III-5 : Composition chimique du gypse.

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 Biskara	1,98	0,45	0,17	32,08	2,88	39,4	0,1	0	24,12	0,01

Le rôle principal de gypse :

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

III-3 Ciment:

III-3-1 Analyses chimiques de ciment :

Les résultats de la composition chimique des ciments préparés sont présentés dans le Tableau (III-6).

Tableau III-6 : Analyses chimiques de ciment

élément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	PAF	Total
%	17,96	4,60	2,99	59,44	2,06	2,76	0,58	0,105	0,020	8,73	99,26

III-3-2 Essai sur ciment anhydre :

III-3-2-1 Détermination de la densité de ciments :

1. Principe :

Cette instruction a pour objet la détermination de la densité de ciments selon les spécifications de la norme européenne EN 196-6 .

2 .Mode Opératoire :

- Peser 64 gr de ciment dans un verre de montre;
- Remplir le pycnomètre préalablement lavé et séché ,jusqu'à trait de gauge inférieur; avec du benzène ,kérosène ou pétrole le mettre dans un marie entre 22 et 18 °C jusqu'à' a stabilité du niveau, le réajuster si nécessaire;
- Introduire les 64 gr de ciment par accouts dans le densimètre à l'aide d'un entonnoir;

- Tasser doucement en tapotant soigneusement le pycnomètre sur la paillasse en plaçant un chiffon dessous pour éviter de casser le densimètre et pour chasser toutes les bulles d'air;
- Laisser reposer le pycnomètre 20 minutes jusqu'à le tassement du ciment;
- Lire la nouvelle graduation du déplacement de volume du trait de gauge « 0, à la nouvelle graduation ». (Voir Fig05);
- Calcul de la masse spécifique :

$M_s = \text{masse du ciment [g]} / \text{volume déplacé [cm}^3\text{]}.$

Les résultats doivent être reproductibles au moins de 0,01 près.



Figure III-5 : Flasque Le Chatelier.

III-3-2-2 Surface Spécifique de Blaine :

1. Objet :

Cette instruction a pour objet la détermination de la surface spécifique Blaine selon les spécifications de la norme européenne EN 196-6 .

2. Appareillage :

- Périphérique compatible Blaine mètre aux EN 196-6.(Voir Figure 06)
- Balance d'analyse, précision de 0,001 g.
- Entonnoir, coupelle métallique pour le pesage de l'échantillon, brosse.
- Papier-filtre circulaire de même diamètre que l'intérieur de la cellule.
(EN 196-6 : diamètre moyen des pores 7 μm) .
- Chronomètre, précision de 1% et thermomètre à prévoir seulement avec les instruments de mesure Blaine manuels.

**-Densimètre manuel-****-Densimètre semi-automatique-****Figure III-6:** Le Densimètre de Le Chatelier.**3. Principe :**

La détermination de la Surface Spécifique (SSB) est une méthode relative, basée sur la perméabilité à l'air, découlant du temps nécessaire pour le passage d'un volume d'air donné à travers un lit compacté de ciment, de dimensions et de porosité spécifiées.

Cette méthode est fortement influencée par l'étalonnage et les opérateurs.

4. Mode opératoire:**a. Préparation du lit de ciment compacté.**

1. Agiter l'échantillon de ciment dans un bocal bouchon pendant 2 minutes.
2. Attendre 2 mn et remuer doucement avec une tige sèche.

b. Détermination de la surface spécifique Blaine pour le ciment:

- Placer la grille au fond de la cellule et mettre un papier filtre de 12,7 mm.
- Peser la quantité de ciment calculée lors de l'étalonnage du Blaine mètre, soit M.

$$m = (1 - e) \rho V$$

Où :

ρ est la densité du ciment et V est le volume de la cellule.

e est la porosité.

- Introduire cette quantité dans la cellule en utilisant un entonnoir propre et sec.
- Tapoter tout doucement la cellule pour niveler la couche supérieure du ciment.

- Placer un autre papier filtre au dessus de la couche.
- Tasser avec précaution à l'aide du piston réservé à cet effet.
- Vérifier le niveau d'huile qui doit être au trait (1) dans le tube.
- A l'aide de la poire aspirante pomper et ouvrir le robinet, l'huile remonte à la graduation (4).
- Fermer le robinet, puis laisser le liquide descendre doucement
- Mesurer le temps de passage d'huile de trait 2 au trait 3.
- Lire directement en fonction du temps, sur la tableau donnant SSB en fonction du temps, la valeur de la surface spécifique Blaine, ou appliquer la formule ci-dessous.

$$S = \frac{K \sqrt{e}}{\sqrt{T} \rho}$$

- T: Temps moyen de passage de l'air à travers la couche de ciment.
- K: Constante d'étalonnage de l'appareil.
- ρ : Densité de ciment .
- η :Perméabilité.
- e : Porosité .

III-3-2-3 Détermination du Refus

1- 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.

2- 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.

3- Mode opératoire :

A. Alpine en service:

- Vérifier le bon fonctionnement de l'alpine.
- Prélever m= 10 grammes de matière directement de l'échantillon bien homogène,
- Tamiser sur tamis 90 μ m pendant 2 minutes a 2000 P

- Peser m_2 et calculer le refus comme suit:

$$\text{Refus}_{90\mu\text{m}} = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$

- Saisir les résultats sur les données manuelles sur le QCX.

B. Alpine hors service:

- Tamiser avec de l'eau du robinet, sécher et calculer les refus comme précédemment.

4- Appareillage :



Figure III-7: Tamiseuse Alpine (Laboratoire de Lafarge M'sila) .

5- 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 : $45\mu\text{m}$, $90\mu\text{m}$.

III-3-3 Essais sur ciment hydraté (pâtes de ciment) :**III-3-3-1 Essais de consistance normale :****1. Objet :**

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.

2. Appareillage :

- Balance de précision 1,0 g.
- Cylindre ou burette graduée à 1 % près.
- Malaxeur, conforme à la norme EN 196-1. (Voir fig 8)
- Moule tronconique doit répondre aux spécifications à la norme EN 196-3.
- L'appareil de Vicat conforme spécifications à la norme EN 196-3. (Voir fig 9).

**Figure III-8 : malaxeur****Figure III-9: appareil vicat****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.
- Ajouter soigneusement le ciment à l'eau pour éviter toute perte d'eau ou de ciment. La durée de cette opération est entre $5 \leq \text{temps} \leq 10$ 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 30s durant lesquelles toute la pâte adhérent à la cuve au-delà de la zone de malaxage doit être grattée et remise dans la gâchée.
- Remettre alors la machine en marche à vitesse lente une nouvelle durée de 90 secondes. Le temps total de fonctionnement est de 3 minutes.

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

III-3-3-2 Essais de Temps de Prise :**1. Objet :**

Cette instruction a pour objet la détermination du temps de prise du ciment selon les spécifications de la norme européenne EN 196-7.

2. Appareillage :

- Balance de précision 1,0 g.
- Cylindre ou burette graduée à 1 % près.
- Malaxeur, conforme à la norme EN 196-1.
- Moule tronconique doit répondre aux spécifications à la norme EN 196-3.
- L'appareil de Vicat conforme spécifications à la norme EN 196-3. (Voir Figure 10)



Figure III-10: Appareil Vicat

3. Mode opératoire :**a. Préparation de la pâte de ciment de consistance normalisée :**

Voir instruction de travail relative à celle-ci.

b. Remplissage du moule.

Une fois la consistance de la pâte déterminée, noter le volume et procéder comme suit :

- Introduire immédiatement la pâte dans le moule, préalablement placé sur une plaque de verre plane, légèrement graissée et le remplir sans tassements ni vibrations excessifs.
- 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 muni au préalable de l'aiguille.
- Placer le moule et la plaque de base sur l'axe de la sonde de l'appareil de Vicat, abaisser l'aiguille 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 l'appareil (l'aiguille doit pénétrer verticalement au centre de la pâte).
- Effectuer la lecture de l'échelle à la fin de pénétration ou 30 secondes après la libération des parties mobiles.
- Enregistrer la lecture de l'échelle, qui indique la distance entre l'extrémité de l'aiguille et la base du moule porte sur sa plaque de verre.
- Le temps de début de prise correspond donc à la lecture de $6 \pm 3 \text{ mm}$ de la base.
Reprendre la lecture toutes les quinze minutes (15 min, qui peuvent être augmentés à 30 min) pour la détermination du temps de la fin de prise, essais avec d'autres quantités d'eau, si cette valeur n'est pas réalisée.
- Enregistrer à 15 minutes près, le temps mesuré depuis l'instant zéro.

Le temps de fin de prise correspond à celui au bout duquel l'aiguille ne pénètre plus pour la première fois qu'à 0,5 mm dans l'éprouvette.

III-3-3-3 Expansion de chatelier

1. Objet :

Cette instruction a pour objet la détermination de la stabilité de la pâte de ciment selon les spécifications de la Norme européenne EN 196-7.

2. Définitions :

La stabilité du ciment est exprimée par son aptitude à développer une expansion en volume lors de sa mise en œuvre, L'expansion provient essentiellement et est reliée à la présence de chaux libre (FcaO) dans le ciment ou de périclase (MgO) cristallisée.

3. Appareillage :

- Balance de précision 1,0 g.
- Cylindre ou burette graduée à 1 % près.
- Malaxeur, conforme à la norme EN 196
- Moule Le Chatelier répondant aux spécifications a la norme EN 196
- Chambre humide a humidité constante, ou bain de cure a eau a régulation de température.



FigureIII-11:Bouilloire de Chatelier

4. Mode opératoire :

a. La pâte une fois normalisée, servira au remplissage des moules Le chatelier.

b. Remplissage du moule.

- Travailler sur un nombre de deux moule au moins.
- Introduire immédiatement, à 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.

- Enlever l'excès de pâte par un mouvement de va et vient effectué avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte lisse.
- Mesurer les écarts entre les deux branches du moule
- Etiquetter 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 à $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 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, (Elle permet d'avoir une idée du comportement de la pâte).

Placer les moules dans une bouilloire pendant **03 h \pm 5 min.**

5. Calcul.

- Laisser refroidir à 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 , l'écart avant la cure dans l'eau bouillante,

L_2 , l'écart après la cure dans l'eau bouillante,

L'expansion est donc égale à la différence,

$$E = L_2 - L_1, \quad (\text{mm})$$

III-4 Mortier :

III-4-1 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.

III-4-1-1L'eau de gâchage :

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



Figure III-12 Distillateur (Lafarge laboratoire)

III-4-1-2 Sable normalisé (Norme EN 196-1)

III-4-1-2-1 Caractéristiques : PH

Le sable normalisé CEN (sable normalisé ISO) 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.

Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chacun $1\,350 \pm 5$ g.

Les livraisons se font à l'unité carton de 16 sachets pesant 21.6 kg et sur palette de 2 à 54 cartons, protégés par une housse en polyéthylène (transport routier) ou en carton renforcé (transport maritime).

III-4-1-2-2 Contrôles :

Tamisage est conforme aux exigences des normes

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0.08	99 ± 1
0.16	87 ± 5
0.50	67 ± 5
1.00	33 ± 5
1.60	7 ± 5
2.00	0

Ces analyses sont complétées par des contrôles de masse des sachets, des mesures du taux d'humidité et des contrôles de résistances mécaniques, selon les exigences des normes EN 196-1 (§ 11) et ISO 679 : 2009 (§ 11).

III-4-1-2-3 Conformité :

La conformité à la norme est contrôlée par le L.E.M.V.P. (Laboratoire d'Essais des Matériaux de la Ville de Paris), 4 Avenue du Colonel Henri ROL-Tanguy - 75014 PARIS

Le certificat de conformité à la norme Européenne est délivré par l'AFNOR (Association Française de Normalisation), 11 Rue Francis de Pressensé – 93571 La Plaine Saint Denis Cédex.

III-4-1-2-4 Analyse granulométrique :

Tableau III-7: Analyse granulométrique du sable normalisé

tamis en (mm)	refus cumules en (g)	refus cumules en %	tamisats en %
2	0	0	100
1,6	110,2	8,16	91,84
1	465,3	34,47	65,53
0,5	911,1	67,49	32,51
0,16	1162,3	86,10	13,90
0,08	1348,5	99,89	0,11

La courbe suivante présente les résultats de l'analyse granulométrique du sable normalisé

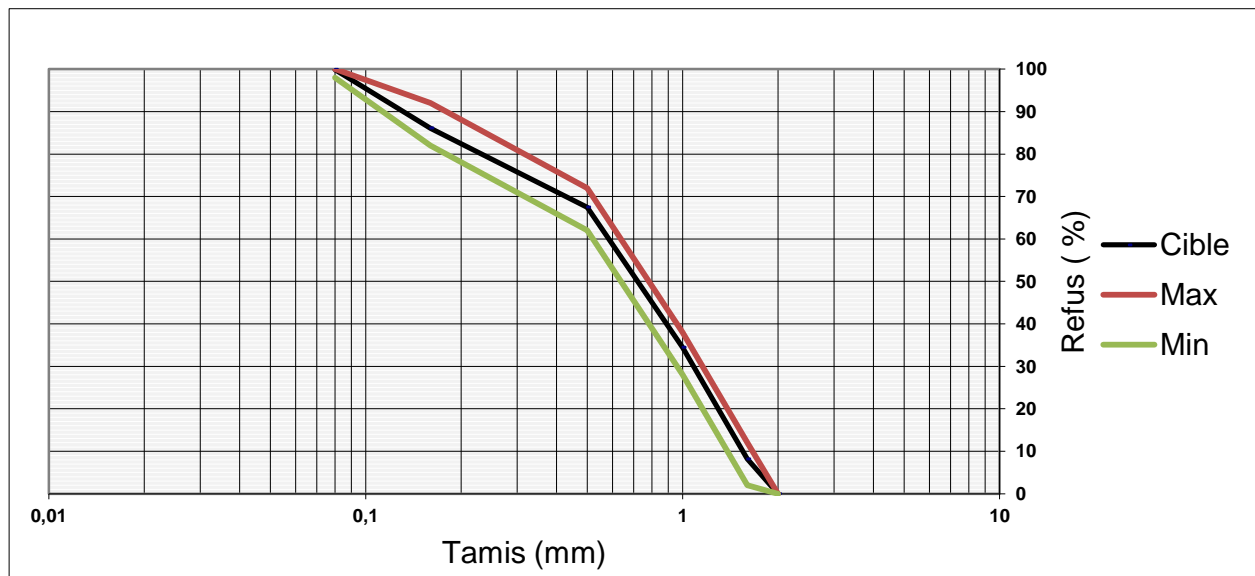


Figure III-13 Analyse granulométrique du sable normalisé

III-4-2 Essai sur mortier :

III-4-2-1 Mortier normalisé :

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

L'incorporation de poudre de verre et marbre dans les ciments permet une meilleure hydratation des anhydres .Nous avons choisi un taux de substitution du ciment Portland de 0%, 5%,10%, selon la norme EN 196-1 NFP18-508 .

Tableau III-8: les compositions du mortier

Ciment préparé	Ciment	Sable	H ₂ O	E/C
Ciment témoin	450	1350	225	28.9
C+5% V	427.5	1350	225	28.8
C+10% V	405	1350	225	28.6
C+5% M	427.5	1350	225	28.6
C+10% M	405	1350	225	28.4
C+5% V + 10% M	382.5	1350	225	28.2
C+10% V+ 5% M	382.5	1350	225	28.6

III-4-2-2 Préparation des éprouvettes et déroulement des essais mécaniques :

Les essais mécaniques ont été préparés des éprouvettes prismatiques de dimensions $(4 \times 4 \times 16) \text{ cm}^3$ selon la norme EN 196-1 dans un malaxeur semi-automatique. (voir la Figure 2-14 et Figure 2-15)



Figure III-14: Malaxeur semi-automatique de mortier



Figure III-15: Eprouvette Prismatique ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$)

La Méthodes d'essai des ciments et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc (Figure 2-16) , ou table vibrante (Figure 2-17).

Les éprouvettes sont au nombre de trois par moule .



Figure III-16: Table à choc (Laboratoire de lafarge M'sila)



Figure III-17: Table à vibrante (Laboratoire de lafarge M'sila)

Elle 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 2-18)



Figure III-18: La Chambre d'humidité

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 2-19)



Figure III-19: 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 2-20)

Les essais mécaniques ont lieu sur 4 éprouvettes et sont testés .en flexion et en compression à 2,7, 28 et 90 jours.



Figure III-20 : Machine de Compression (Laboratoire de lafarge M'sila)

III-4-2-3 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 2-21)



Figure III-21: Moules ($4 \times 4 \times 16$) cm^3 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 aux variations de température pendant la manipulation) pour permettre de régler le zéro du dilatomètre.



Figure III-22 : 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 issues 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.

III-4-2-4 Chaleur d'hydratation :**1- 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.

2- Appareillage :**2-1 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 ré-étalonnage 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.

Calorimètre de référence :

de même construction et caractéristiques que le calorimètre d'essai (voir 1).

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 cm³, 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 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 $(1\,575 \pm 1) \text{ g}$.

Chaque gâchée de mortier doit être constituée de $(360,0 \pm 0,5) \text{ g}$ de ciment ; $(1\,080 \pm 1) \text{ g}$ de sable normalisé CEN conforme aux exigences de l'EN 196-1 et $(180,0 \pm 0,5) \text{ g}$ 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 ($1\,575 \pm 1$) 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 coeur 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 III-23 : Calorimètre Langavant (Laboratoire de lafarge M'sila).

III-5 Conclusion :

Les essais physiques, les analyses chimiques et les analyses minéralogiques effectués dans les différents laboratoires donnent une idée générale sur les caractéristiques principales des matériaux servant à la formulation des mortiers qui seront étudiés au chapitre suivant du point de vue mécanique et durabilité.

La connaissance de ces caractéristiques nous aide d'une façon significative à commenter les résultats des essais expérimentaux.