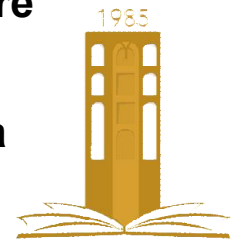


جامعة محمد بوضياف - المسيلة
Université Mohamed Boudiaf - M'sila

**Ministère de l'Enseignement Supérieure
et de la Recherche Scientifique**

Université Mohamed Boudiaf - M'sila

Faculté de Technologie



جامعة محمد بوضياف - المسيلة
Université Mohamed Boudiaf - M'sila

Département de GENIE CIVIL

MEMOIRE

**Présenté pour l'obtention du diplôme de
MASTER**

FILIERE : Génie Civil

SPECIALITE : Matériaux

THEME

**Optimisation de la teneur en gypse
dans Le ciment composé CEM II**

**Dirigé par :
Mr. Siline Mohammed**

**Présenté par :
Legma Aqila**

Promotion : 2015/2016.

REMERCIEMENTS

La présente étude a été réalisée au sein du département de Génie Civil de l'Université
«Mohamed BOUDIAF» de M'sila.

Nous tenons à remercier :

Monsieur le **Dr. Siline Mohamed** Professeur à l'Université de M'sila, qui a encadré
ce travail, pour sa disponibilité, pour son écoute, pour ses grandes qualités
pédagogiques, ainsi que pour sa rigueur scientifique, qu'il a su me communiquer pour
mener au mieux ce travail de recherche.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à :

Monsieur Bibi Mekki .

Monsieur Chikouche Hamina Makhloufi.

Monsieur Rahmouni Zineabidine.

Monsieur M'hamdi Ablekarim.

Monsieur Ben yahia Abbelsalem.

Monsieur Belagraa Arbi.

Monsieur Naceri Abdalhgani.

Monsieur Maza Mekki.

Monsieur Chikouche Mohamed Aziz.

Monsieur Baali Alaid.

Monsieur Hamitouch Ammar.

Monsieur Belouahri Ibrahim .

Monsieur Khaled Hakem Manager qualité de la cimenterie Lafargeholcim M'sila .

Monsieur Haddad Naoui chargé Essais Physiques de la cimenterie Lafarge M'sila .

Monsieur Boubakri Mohamed, Responsable laboratoire des essais physiques de la
cimenterie Lafarge M'sila .

Ainsi que tous les personnes du laboratoire de l'Usine lafarge M'sila.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à toutes les personnes ayant contribué de près
ou de loin à l'élaboration de ce travail.

SOMMAIRE

Résumé

ملخص

Abstract..

Introduction

Chapitre I : Le Ciment

1^{ere} Partie :Le Ciment

INTRODUCTION	03
I.1. Définition ciment EN 197 – 1	03
I.2. fabrication du ciment Portland	04
I .2.1. Extraction et préparation des matières premières	05
I .2.1.3. Matériaux de correction	07
I .2.2. Le broyage et le séchage	07
I.2.2.1. Principe de fabrication ciment portland.....	08
I .2.3 Cuisson	11
I .2.3.3 Refroidissement du clinker.....	13
I .2.4 Broyage de clinker	13
I .2.5 Le stockage et l'expédition des ciment	14
I.3- Les Constituants principaux de ciment	15
I.3.1 Composition chimique de clinker	15
I.3.1.1 Qualité du clinker	15
I.3.2 Le sulfate de calcium.....	16
I.3.4 Performance des ciments	17
I.3.5 Composition minéralogique	17
I.3.5.1 - La chaux CaO.....	18
I.3.5.2 - Le silicate tricalcique (Alite) C ₃ S.....	18
I.3.5.3 - Le silicate bi calcique (bélite) C ₂ S.....	18
I.3.5.4 - Les aluminates tricalciques (C ₃ A).....	18
I.3.5.5 - L'alumino -ferrite tétra calcique.....	19
I.3.5.6 Fiabilité de la composition potentielle (équation de bogue).....	19
I.3.5.7 Composition chimique des minéraux.....	20

I.4- Les caractéristiques du ciment portland (Propriété physique)	21
I.4.1 La prise(NF EN 196-3)	21
I.4.2 Le durcissement.....	22
I.4.3 La Finesse de Mouture ((Norme NF P 15 - 442 ; EN 196 – 6)	25
I.4.4 Le Retrait(NF P15 433)	26
I.4.5 Chaleur d'hydratation (EN 196 – 9)	27
I.4.6 Résistance à la compression (EN 196-1).....	28

2^{ème} Partie : Les ajouts minéraux

1.5.1 L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans le génie civil	29
1.5.2 Les ajouts minéraux	30
1.5.2.1 La pouzzolane	30
1.5.2.2 Laitiers de hauts fourneaux	31
1.5.2.3 Les cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (W)	31
1.5.2.4 Les Calcaires	32
1.5.2.5 Les schistes calcinés (T)	32
1.5.2.6 Les sulfates de calcium	33
1.5.2.7 Les fumées de silice (D)	33
1.5.3 L'utilisation des ajouts en Algérie	33
I.6 Normalisation des ciment	36

3^{ème} Partie Hydratation du ciment Portland

I.7 Hydratation du ciment portland	38
I .7.1 Mécanisme d'hydratation du ciment portland.....	38
I.7.1.1 Hydratation des silicates	39
7.1.1.1 Hydratation du silicate tri calcique C ₃ S.....	39
7.1.1.2 Hydratation du silicate bicalcique C ₂ S	41
I.7.1.2 L'hydratation des aluminates	41
I .7.1.2.1 Hydratation de aluminat tricalcique C ₃ A.....	41
I .7.1.2.2 Hydratation de l'alumino ferritetétracalcique C ₄ AF	43
I.8 Produit hydratation	43

4^{ème} Partie A avancement hydratation

I.9- Avancement hydratation	44
I.9.1 Evolution de l'hydratation le degré d'hydratation.....	44

I.9.2 Technique d'analyse d'avancement	48
Conclusion	50

DEUXIEME CHAPITRE

LE GYPSE

INTRODUCTION	51
II.1 Minéralogique caractéristique physique et chimique	52
II.2 Différentes formes de sulfates	54
II.3 Le rôle des sulfates dans l'hydratation du ciment	54
II.4 Rôle l'ajout de sulfate de calcium sur l'hydratation du C₃S	56
II.5 Effet des sulfates sur l'hydratation du ciment	56
II.5.1- Effet des sulfates sur l'hydratation des aluminates	58
II.5.2- Effet des sulfates sur d'hydratation des C ₃ S.....	58
II.6 Etat de connaissance sur l'optimum de sulfatage	59
II.7 Les facteurs influençant l'optimum de sulfatage	61
II.8- Conclusion sur l'état des connaissances	62

TROISIEME CHAPITRE

ETUDE EXPERIMENTALE

Introduction	63
III-1.Elaboration d'un ciment Portland compose CEM II	63
III.1.1Le clinker	63
III.1.1.1 Procédure de mesure de Broyabilité Clinker	63
III.1.1.2 Composition minéralogique du clinker.....	64
III.1.1.1.3 Modules caractéristiques du clinker.....	65
III.1.2 Le Calcaire	65
III.1.3 Le gypse	66
III.2. Formulation des ciments	66
III.3 Essai sur ciment anhydre	67
III.3.1. Analyse chimique par fluorescence X (FRX) NF P 15-467	67
III.3.2 Masse volumique absolue et densité de ciments	69
III.3.3. Mesure la surface spécifique de Blaine SSB des ciments (EN 196-6)	69
III.3.4. Analyse granulométrique (Méthode alpine)	71

III.4 Essaiurpâtes de ciment	73
III.4.1 Essai De Consistance (Norme EN 196-3)	75
III.4.2 Essai de Prise (EN 196-3).....	75
III.4.3 Essai de stabilité ou l'expansion des Chatelier.....	76
III.5 Essais sur mortiers normalisés	79
III.5.1 Confection des mortiers normalisés EN 196-1	79
III.5.1.1 Mortier normalisé	80
III.5.2 Résistance à la flexion (EN 196-1).....	82
III.5.3 Résistance à la compression (EN 196-1).....	83
III.5.4 Retrait et gonflement (NF 15 – 433).....	84
III.5.5 Chaleur d’hydratation (Méthode semi-adiabatique NF EN 196-9)	86
Conclusion	89

Chapitre IV

RésultatsExpérimentaux et Interprétation

Introduction	90
IV.1 Essai sur ciment anhydre	90
IV.1.1 Analyses chimiques des différents ciments préparés	90
IV.1.2 Influence du Taux de gypse sur les Teneurs en Oxydes	91
IV.1.3 Influence du Taux de gypse Sur le Poids Spécifique du Ciment (densité)	93
IV.1.4 Influence du Taux de gypse Sur la Surface Spécifique (SSB) du Ciment	94
IV.1.5 Granulométrie à Méthode Alpine :.....	95
IV.2 Influence du Taux de gypse Sur la Pâte de Ciment	95
IV.2.1 Influence du taux de gypse Sur la Consistance Normale	95
IV.2.2 Influence du Taux d'gypse sur le Temps de Prise	96
IV.2.3 Influence du Taux de gypse Sur la Stabilité du Ciment	97
IV .3 - Influence du Taux d'gypse Sur Le Mortier à base de sable Normalisé	98
IV.3.1 Résistance à la Compression :	98
IV.3.2 Effet du Taux de gypse (effet chimique) Sur Le Retrait et Le Gonflement	99
IV.3.3 Effet du Taux de gypse (effet chimique) Sur La Chaleur d'hydratation	101
IV.3.4 Effet du Chaleur d'hydratation Sur le Temps de Prise (début de prise)	102

IV.3.5 Effet du Chaleur d'hydratation Sur le Temps de prise (fin de prise):.....	102
IV.4 La Relation entre la surface spécifique et les analyses granulométriques	103
IV.5 Comparaison	104
Conclusion Générale	106
Bibliographie	109
Annexe	

INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES

1- Index des Tableaux :

N° Tableau	Intitulé	N° Page
	PREMIER CHAPITRE	
Tableau I-1	Composition chimique du clinker	16
Tableau I-2	Composition potentielle d'après les formules Empiriques de BOGUE	19
Tableau I. 3	Compositions minéralogiques moyennes des clinkers	20
Tableau I.4	Microstructure élémentaire des quatre minéraux	20
Tableau I.5	Le Comportement et le dégagement de chaleur des constituants du clinker	28
Tableau I.6	Composition chimique de la pouzzolane naturelle	31
Tableau I.7	Caractéristiques chimiques du laitier	31
Tableau I.8	Caractéristiques chimiques du calcaire	32
Tableau I.9	Caractéristiques chimiques de gypse	33
Tableau I.10	Caractéristiques chimiques de la fumée de silice	33
Tableau I.11	Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes	35
Tableau I.12	Principales catégories de ciment	36
Tableau I.13	Classes de résistance des ciment	37
Tableau I.14	phases du ciment anhydres	43
Tableau I.15	phases du cimentaire hydratées	44
Tableau I.16	Chaleurs massique d'hydratation des différentes phases du ciment	45
Tableau I.17	Quantité d'eau théorique nécessaire à l'hydratation complète du liant	46
Tableau 1.18	Quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation complète du ciment	46
	DEUXIEME CHAPITRE	
Tableau II.1	les différentes phases du système $\text{CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ et leurs caractéristiques physico – chimique	53
Tableau II.2	Récapitulatif de l'hypothèse microstructurale émise par Hawkins	61
	TROISIEME CHAPITRE	
Tableau III.1	Caractéristiques physiques du clinker	64
Tableau III.2	Composition chimique du clinker	64
Tableau III.3	Composition minéralogique du clinker	65
Tableau III.4	Modules caractéristiques du clinker	65
Tableau III.5	Composition chimique de calcaire	66
Tableau III.6	Caractéristiques physique de calcaire	66

Tableau III.7	Composition chimique du gypse	66
Tableau III.8	Caractéristiques physique gypse	66
Tableau III.9	Compositions pondérales des (10) ciments préparés	67
Tableau III.10	Malaxage du mortier	80
QUATRIEME CHAPITRE		
Tableau IV -1	Analyses chimiques par XRF des ciments préparés (les oxydes)	90
Tableau IV -2	Comparaison (CEM 05 (5.5% de gypse) Vs CPJ Lafarge Holcim (M'sila)	96
Tableau IV -3	Comparaison (CEM II /05 (SO ₃ = 2.8)) Vs formules ont été proposées SO ₃	105

2- Index des Figures :

Nº Tableau	Intitulé	Nº Page
PREMIER CHAPITRE		
Figure I .1	Le processus de fabrication du ciment Portland	04
Figure I.2.3	Carrière d'extraction calcaire et de d'argile	05
Figure I.4.5	Transport par tapis et par camions	06
Figure I. 6	Concassage des matières premières au niveau de la carrière	06
Figures I .7	Hall de pré-homogénéisation	06
Figure I.8	Broyeur cru	06
Figure I.9	Méthode fabrication du ciment	11
Figure I.10	Préchauffeur	12
Figure I.11	Four rotatif	12
Figure I.12	Le refroidisseur	13
Figure I.13	Nodules de clinker	13
Figure I.14	Broyeur à boulet	14
Figure I.15	Silos de stockage de ciment	15
Figure I.16	Expédition	15
Figure I.17	Image de clinker en microscope optique (section polie)	19
Figure I.18	Evolution du temps de prise en fonction de la température	22
Figure I.19	Influence de la température sur la prise des ciments	22
Figure I.20	Influence du E/C sur le temps de prise	22
Figure I.21	Le développement des résistances dans le temps	23

Figure I.22	Réactions chimique importantes	24
Figure 1.23	L'évolution physico-chimique de la pâte de ciment	25
Figure I.24	Influence de la surface spécifique sur la résistance compression.....	26
Figure 1.25	Influence du E/C sur le retrait des mortier	27
Figure 1.26	Chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment	28
Figure1.27	Flux d'hydratation du ciment portland	38
Figure I.28	Microscopie Electronique a Balayage de C-S-H et portlandite	40
Figure 1. 29	Image de clinker en microscope optique(section polie)	41
Figure I.30	Aiguilles l'ettringite (MEB 10000x)	42
Figure I.31	cristaux hexagonaux de Monosulfo aluminates	42
Figure I.32	cristaux de C ₄ AH13	43
DEUXIEME CHAPITRE		
Figure II.1	Exploitation à ciel ouvert	52
Figure II.2	Exploitation souterraine	52
Figure II.3	Produits d'hydratation au Microscope Electronique à Balayage (MEB)	56
Figure II.4	Evolution du flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sous sulfatage , le pic d'hydratation de C ₃ A en AFm intervient ici avant l'accélération de l'hydratation de l'alite	59
Figure II.5	Evolution du flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sulfatage provoquant la quasi simultanité de l'hydratation de C ₃ A en AFm et l'accélération de l'hydratation de l'alite	60
Figure II.6	: Evolution de flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sur sulfatage ,le pic d'hydratation de C ₃ A ben AFm intervient ici après pic d'accélération de l'hydratation de l'alite	60
TROISIEME CHAPITRE		
Figure III.1	(BB10) Broyeur à Boulet	64
Figure III.2	Analyse de pastilles avec l L'appareil FRX	68
Figure III.3	Flasque Le Chatelier	69
Figure III.4	Le Densimètre Manuel (Blainemètre)	70
Figure III.5	Balance d'analyse précision de 0,001 g	70
Figure III.6	balance est les tamis de 90 μ et de 45 μ.	72
Figure III.7	Tamiseuse Alpine	72
Figure III.8	Appareil de Vicat Manuel	73
Figure III.9	L' appareil de Vicat	75
Figure III.10	Appareil de Vicat Automatique pour la détermination des temps de prise	75

Figure III.11	Détermination du temps de début de prise	76
Figure III.12	Détermination du temps de fin de prise	76
Figure III.13	les Aiguilles de chatelier	78
Figure III.14	Le bouilloire de Chatelier	78
Figure III.15	sable normalisé	79
Figure III.16	Malaxeur semi –automatique	81
Figure III.17	Eprouvette Prismatique (4x4x16) cm ³	81
Figure III.18	Table à Choc	81
Figure III.19	Eprouvette Prismatique de mortier (4x4x16) cm ³	81
Figure III.20	La Chambre d'humidité	82
Figure III.21	éprouvette dans Bains d'eau	82
Figure III.22	Machine de Compression	83
Figure III.23	Appareil de Retrait	84
Figure III.24	éprouvette 4x4x16	85
Figure III.25	éprouvette mortier 4x4x16 cm ³	85
Figure III.26	Comparateur de Retrait	85
Figure III.28	Calorimètre Langavant	88
Figure III.29	Calcule de la chaleur d'hydratation avec programme Excel	89
	QUATRIEME CHAPITRE	
Figure IV -1	Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse (CaO-SiO ₂)	91
Figure IV -2	Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse (MgO-SO ₃ -K ₂ O)	92
Figure IV -3	Variation de la perte au feu en fonction du taux de gypse (PAF)	92
Figure IV -5	Variation de la surface spécifique de ciment en fonction de taux du gypse	94
Figure IV - 6	Analyse granulométriques de ciment préparé (ALPINE)	95
Figure IV -7	Variation du Rapport E/C (Consistance normale) en fonction du taux de gypse	96
Figure IV -8	Variation des Temps de prises en fonction de taux du gypse	97
Figure IV -9	Effet du taux de gypse sur l'expansion du ciment	98
Figure IV -10	Effet du Taux d'ajout gypse sur la Résistance à la Compression	98
Figure IV -11	Evolution du Retrait du mortier en fonction du taux de gypse	99
Figure IV -12	Evolution du gonflement du mortier en fonction du taux de gypse	100
Figure IV -13	Effet du taux de gypse sur la chaleur d'hydratation	101

Figure IV -14	Effet chaleur d'hydratation en fonction du temps de prise (début de prise)	102
Figure IV -15	Effet chaleur d'hydratation en fonction du temps de prise (fin de prise)	103
Figure IV -16	Effet de surface spécifique sur l'analyse granulométriques de ciment (ALPINE)	103

Résumé :

Les ajouts cimentaires font actuellement partie des développements les plus récents dans la production du ciment, car leurs utilisations apportent une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires (mortier).

D'autre part leurs utilisations ont pour objectifs de réduire la consommation de clinker, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes liés à l'environnement.

Ce travail expérimental étudie les avantages et la possibilité de substitution partielle du clinker par l'ajout gypse (augmentation de taux de gypse) dans le ciment pour voir un optimum de sulfatage a donné des bonnes caractéristique physico-chimique et mécanique des ciments préparer CEM II.

Cette étude expérimentale consiste à préparer un ciment avec addition de gypse en remplaçant un certain pourcentage de clinker par l'ajout de gypse: (0,5%, 2%, 3%, 5%, 5,5%, 6%, 6,5%, 7,5%, 8,3% et 9%) .

Dans cette étude, nous avons fait varier le pourcentage de gypse et calcaire de pourcentage constante (22%) dans le ciment par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par le gypse) afin d'étudier son effet sur les propriétés physico-chimiques du ciment confectionné avec le gypse et le comportement mécanique du mortier pour choisir un taux de gypse optimal(SO_3)

Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et l'état hydraté (composition chimique, poids spécifique, finesse, consistance des pâtes de ciment ,chaleur d'hydratation 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 ont été étudiées.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la quantité du gypse et la composition chimique du ciment confectionné sont les principaux paramètres qui influent sur la variation des résistances mécaniques (compression) des mortiers testés.

Mot clé

Optimum sulfatage , gypse , sulfate de calcium , ajout minéraux , hydratation , avancement d'hydratation , propriété mécaniques .

المخلص

إن تدعيم استعمال الإضافات الإسمنتية هي حاليا جزء من التطورات الأخيرة في إنتاج الاسمنت ، مما أدى إلي تحسن كبير للخصائص الميكانيكية للمواد الإسمنتية (المونة والخرسانة) .

و علاوة علي ذلك إن استعمالها يؤدي إلي انخفاض في استهلاك مادة الكلنكر و يساهم في حل المشاكل البيئية بطريقة بسيطة و اقتصادية.

الغرض من هذا العمل التجريبي هو دراسة مزايا و إمكانية طريقة الاستبدال الجزئي لمادة الكلنكر بإضافة الجبس (زيادة معدل الجبس) في الاسمنت من اجل ملاحظة القيمة المثلي للكريتات مع إعطاء ميزة أو خصائص فيزيائية و كيميائية و ميكانيكية في الاسمنت ذو إضافات .

تهتم هذه الدراسة التجريبية إلي تحضير اسمنت ذو إضافات باستبدال نسبة مئوية معينة من مادة الكلنكر بمادة الجبس (0.5% ، 2% ، 3% ، 5% ، 5.5% ، 6% ، 6.5% ، 7.5% ، 8.3% ، 9%).

لقد قمنا في هذه الدراسة بتغيير نسبة مادة الجبس في الاسمنت باستعمال طريقة الاستبدال (التغيير الجزئي لمادة الكلنكر بمادة الجبس) مع نسبة مئوية ثابتة (22%) من الكالكير وهذا لدراسة تأثير الجبس علي الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للاسمنت المحضر وكذلك المقاومة الميكانيكية المونة من اجل تحديد نسبة الجبس المثلي الكريتات.

إن الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للاسمنت المحضر بالمادة المضافة في الحالة الجافة و المبللة (التركيب الكيميائي ، الوزن النوعي ، النعومة ، القوام القياسي للعجينة الإسمنتية ، و حرارة التفاعل ، و زمن الشك) و كذلك الميزات المونة في الحالة الصلدة منها التقلص و الانتفاخ أو المقاومة الميكانيكية مقاومة الضغط ، تم تحديدهم خلال هذا العمل التجريبي .

وفقا لنتائج التجارب التي حصل عليها يتبين لنا إن كمية مادة الجبس و التركيب الكيميائي للاسمنت المصنع هي العوامل الرئيسية التي تآثر علي تغيير المقاومة الميكانيكية مقاومة الضغط و زمن الشك علي المونة المختبرة.

كلمة مفتاح :

القيمة المثلي للكريتات ، الجبس ، كبريتات الكالسيوم ، إضافات معدنية ، تفاعل ، زيادة التفاعل ، خصائص ميكانيكية .

Abstract

The supplementary cementitious materials are currently part of the latest developments in the production of cement, resulting in a significant improvement to the mechanical performances of cementitious materials (mortar and concrete).

For ther more, to the existed that it leads to a reduction in cement consumption, the use of additions contributes to solving environmental problems in a simple and economic manner.

This experimental work exploring the benefits and the possibility of partial substitution of clinker by adding gypsum (increase of gypsum rates) in cement to see optimum sulphate gave good physicochemical characteristic and mechanical cement prepare CEM II.

This experimental study consists to make the cement with mineral admixture while replacing a certain percentage of clinker by limestone admixture :
[0.5% , 2% , 3%,5% ,5.5%, 6% ,6.5% , 7.5% ,8.3% , 9% ,].

In this study, we varied the percentage of gypsum and limestone constant percentage (22%) in cement by the substitution method (partial replacement of clinker gypsum) to study its effect on physico-chemical properties crafted from cement with the gypsum and the mechanical behavior of mortar to choose optimum gypsum rates (SO₃)

The physico-chemical properties of cement at anhydrous state and the hydrated state (chemical composition, grinding time, specific weight, fineness, particle size distribution, consistency of the cement paste, setting times, shrinkage and expansion), thus the characteristics of the mortars made at their bases, such as, the mechanical behavior (compressive strengths) for the mortar were studied.

According to the experimental results obtained, it comes that the quantity gypsum and the chemical composition of cement manufactured are the principal parameters who influence on the variation of the mechanical strengths (compressive) of the mortars tested.

Keyword

Optimum sulphate , gypsum, calcium sulphate , adding minéraux , hydration , hydration advancement

INTRODUCTION :

L'utilisation des ajouts minéraux dans la production des ciments Portlands composés (C.P.J-C.E.M II) a résolu en grande partie de la baisse du coût énergétique. En faisant varier les pourcentages d'ajouts, on pourrait obtenir en fonction des domaines d'utilisation, différents types de ciments aux ajouts minéraux avec les propriétés physico-mécaniques demandées.

Les ajouts minéraux sont largement utilisés dans la fabrication des ciments avec additions minérales dans le monde. Du point de vue économique, ils présentent un facteur très important dans la production du ciment Portland composé (C.P.J-C.E.M II), du moment que la consommation en clinker baisse en fonction du taux d'ajout utilisé.

Le ciment portland composé (C.P.J-C.E.M II) avec ajout minéral se distingue par un durcissement ralenti à sa période initiale en comparaison avec un ciment Portland ordinaire sans ajout, c'est-à-dire sans constituant secondaire (C.P.A-C.E.M I).

Cette propriété latente du ciment avec ajout minéral (C.P.J-C.E.M II), nécessite l'emploi d'un bon activant, chimique (utilisation des solutions alcalines qui modifient la prise et le durcissement), mécanique (broyage poussée du liant hydraulique) ou thermique (accélération des réactions chimiques par l'élévation de la température). La contribution des additions minérales à l'activité liante du ciment résulte essentiellement de deux effets : physico-chimique et mécanique.

La contribution d'addition minérales gypse à l'activité liante du ciment résulte essentiellement un effets: physico-chimique et mécanique. Le gypse sont susceptible de modifier le processus d'hydratation du ciment ainsi que la structuration des produits hydratés

Cet effet agissent simultanément et de manière complémentaire sur les performances finales des matériaux durcis. L'utilisation de gypse avec un taux optimum étudié expérimentalement dans la fabrication du ciment avec ajout minérale calcaire (CPJ) présente les avantages suivants :

- Amélioration les caractéristiques physico-chimique et mécanique de ciment CPJ .
- Amélioration des propriétés des matériaux cimentaires (mortier et béton).

2. Objectifs de l'étude :

L'objectif de notre étude est d'évaluer expérimentalement l'influence de taux d'ajout gypse (0.5%, 2%, 3%, 5%, 5.5%, 6%, 6.5%, 7.5%, 8.3% , 9%) sur les propriétés physico-chimiques et mécanique de mortier et du béton préparé par ciment avec ajout calcaire.

Ce travail est une contribution à l'amélioration des propriétés des mortiers et des bétons par activation mécanique de ciment (C.P.J-C.E.M II) de cimenterie Lafarge Holcim M'sila Hammam Dalâa (Ciments fabriqués avec ajouts minéraux : calcaire).

L'objectif de cette étude est basée sur l'étude des effets de l'addition de gypse (augmentation taux de gypse sur ciment CPJ (clinker avec calcaire plus gypse)) sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques du ciment CPJ afin de pouvoir les améliorer pour obtenir un ciment CPJ au optimum de gypse (SO_3) avec des propriétés physico-chimiques et mécaniques semblables.

L'objectif de notre étude est d'évaluer expérimentalement l'influence de taux d'adition gypse (0,5%, 2%, 3%, 5%, 5,5%, 6%, 6,5%, 7,5%, 8,3% et 9%) sur les propriétés physico-chimiques et mécanique de mortier a base de ciment calcaire.

L'étude de recherche dans ce mémoire vise à atteindre les objectifs principaux suivants :

- 1- Etude des effets de l'incorporation d'ajouts gypse sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques et la durabilité des mortiers confectionnés à base de ciments calcaire (CPJ).
- 2- Sélection le dosage optimum de gypse sur les ciments Portlands compose (CPJ).

Ce travail est une contribution à l'amélioration des propriétés des mortiers par activation mécanique de ciment (C.P.J-C.E.M II) de cimenterie Lafarge Holcim M'sila Hammam Dalaa.

3. Méthodologie du travail :

première chapitre :

Le première chapitre de ce travail, une synthèse bibliographique des connaissances sur la fabrication du ciment Portland, sur les principales familles des ajouts minéraux et leurs utilisations ainsi que leurs effets bénéfiques sur l'amélioration des propriétés des ciment.

deuxième chapitre :

Le deuxième chapitre on présente les caractéristiques (propriété physique et chimique) des gypse (sulfate de calcium), permis les rôle et facteurs d'optimisation l'ajout gypse destiné a réguler la réactivité ,en quantité et en qualité dans le ciment.

troisième chapitre :

Le troisième chapitre ,on présente les caractéristiques (propriété physique et chimique) des matériaux étudiés et des techniques expérimentales utilisé(description des modes opératoire employés) dans la confection des différents types de pate et mortier : à base de ciment (CPJ CEM II/B 42.5), à base de ciment et calcaire en premier cas et ont deuxième cas à base de gypse avec une variation des pourcentages.

quatrième chapitre :

La quatrième chapitre, nous présentons les résultats des essais chimiques et physiques et mécaniques (Surface Spécifique la consistance , prise,, résistance par flexion et compression, retrait , gonflement....).

Conclusion :

Présente les résultats expérimentaux obtenus et les discussions tirées lors de cette étude. Enfin dans la conclusion générale est enfin proposée pour faire le point sur les résultats obtenus à l'aide des résultats issus des expériences de laboratoire.

Chapitre I : Le ciment

1^{ère} Partie :Le Ciment

INTRODUCTION :

Les Romains furent probablement les premiers à fabriquer des liants hydrauliques. En effet, ils mélangeaient de la chaux et des cendres volcaniques de la région de Pozzuoli au pied du Vésuve donnant naissance au ciment « Pouzzolanique » ; matériau capable de fixer la chaux en présence d'eau. Cependant, ce n'est qu'au XVIII^{ème} siècle que fut inventé le ciment artificiel. En 1817, les travaux du Français Louis Vicat ont permis de déterminer les proportions de calcaire et de silice nécessaire pour constituer le mélange qui après cuisson à la température adéquate et broyage, donnera un véritable liant hydraulique fabriqué industriellement . Quelques années plus tard, en 1824, l'Ecossais Aspdin dépose un brevet pour la fabrication d'une chaux hydraulique à prise rapide qu'il appelle commercialement le ciment « Portland » (car la couleur de son produit ressemble aux célèbres pierres de la péninsule de Portland située dans la Manche [1].

A la fin du XIX^e siècle, en France. Le Chatelier étudia la composition chimique des divers constituants des ciments ; son oeuvre fut perfectionnée et achevée par l'américain Bogue au XX^e siècle. En **1890**, on comprit l'intérêt du laitier granulé ajouté au ciment, et après 1945, celui des cendres volantes . Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente : le ciment alumineux fut découvert par J-Bied, en 1908 [2] .

I.1. Définition ciment EN 197 – 1 :

Les ciments encore appelés liant hydraulique, c'est-à-dire un matériau minéral finement moulu qui, gâché avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et de processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [3].

I.2. fabrication du ciment Portland :

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

- Extraction et la préparation de la matière première
- Le séchage et broyage.
- Cuisson ou calcination.
- Broyage de clinker et addition.

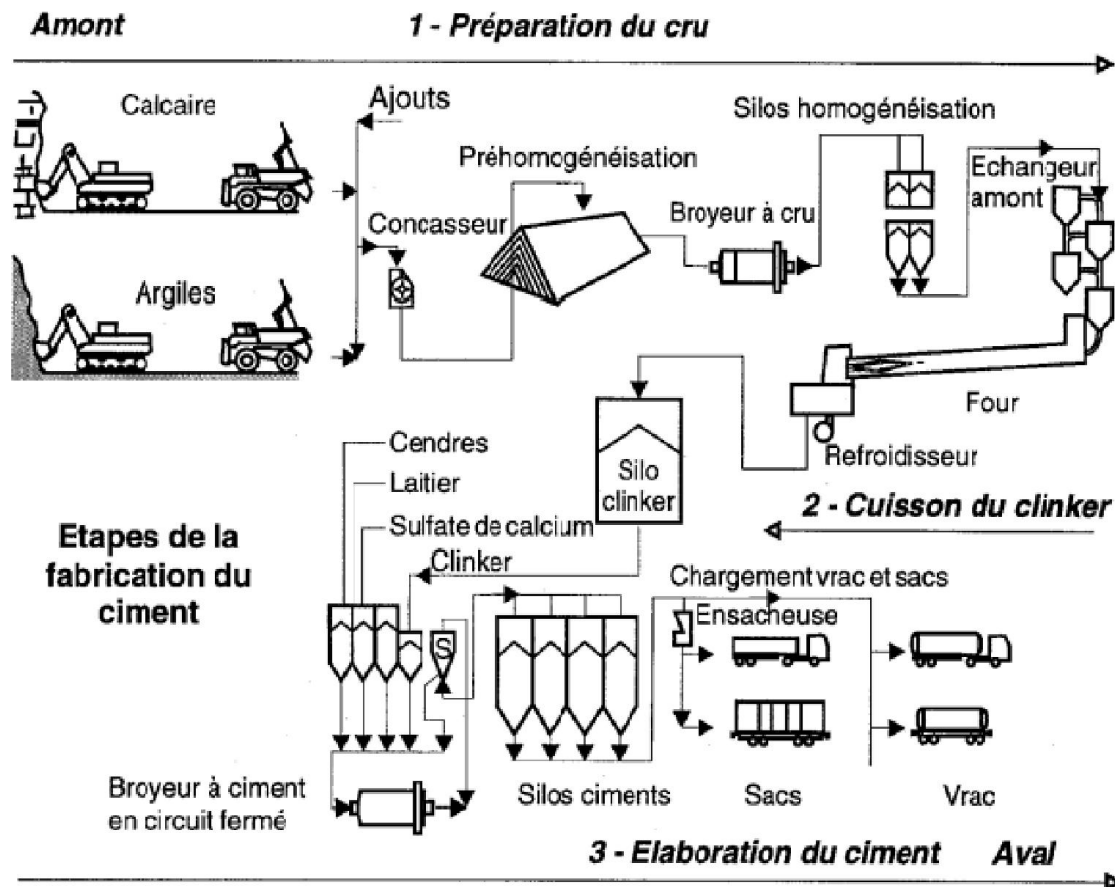


Figure I.1 : Le processus de fabrication du ciment Portland.

I.2.1. Extraction et préparation des matières premières

I.2.1.1. Extraction :

Les matières premières sont extraites de carrières. Dans la plupart des cas, l'usine est implantée près de la carrière essentielle de calcaire plus au moins marneux, vu l'importance de ce dernier dans la production du ciment.

Pour l'extraction de calcaire dur on utilise des explosifs, et pour le calcaire tendre on utilise des engins comme le bulldozer, scrapeur.....etc. Et pour l'argile on utilise l'excavateur ou pelle mécanique.



Figure I.2.3 : Carrière d'extraction calcaire et de d'argile

I.2.1.2. Concassage :

Les matériaux sont réduits par le concasseur à une taille maximum de 80 mm; La roche est ensuite échantillonnée en continu pour déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine, silice) et arriver ainsi à la composition chimique idéale.

Le transport de ces matières à l'usine est assuré le plus souvent par des grands camions où à l'aide de convoyeurs à bandes. L'ensemble des matières premières après leurs concassages, sont stockées . dans des réserves ; est ensuite stocké dans un hall de pré homogénéisation [1] .

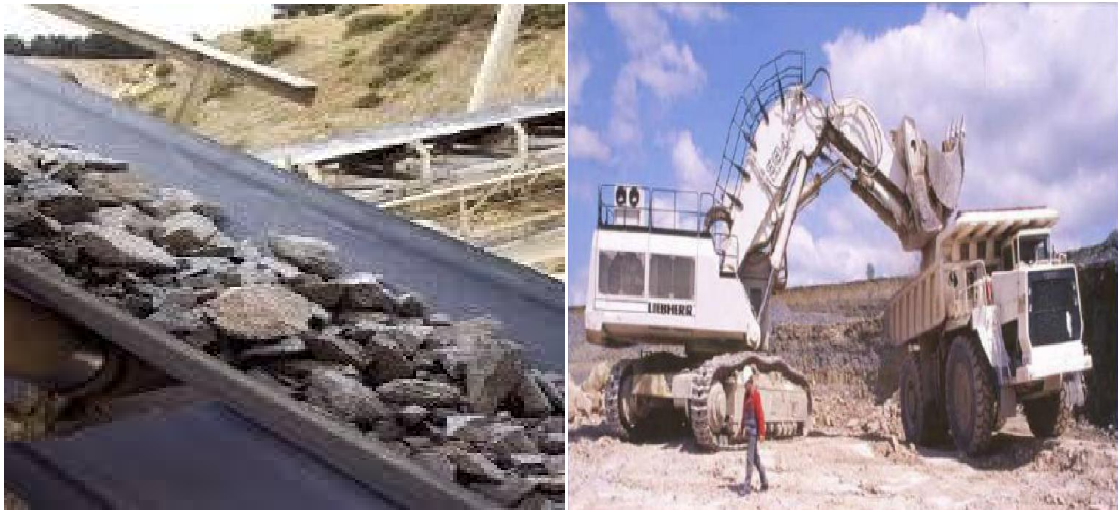
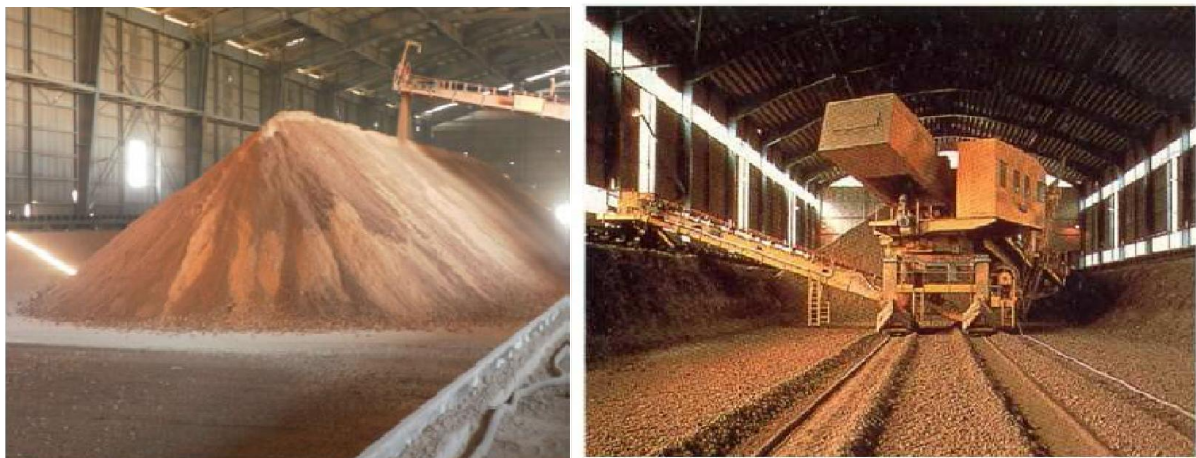


Figure I.4.5: Transport par tapis et par camions



Figure I. 6: Concassage des matières premières au niveau de la carrière.



Figures I .7: Hall de pré-homogénéisation

I.2.1.3. Matériaux de correction :

Des correcteurs, minerai de fer qui apporte Fe_2O_3 , bauxite pour Al_2O_3 , calcaire pour CaO , sable pour SiO_2 sont ajoutés pour atteindre la composition souhaitée du cru .

I.2.1.3.1. Minerai de fer (Fe_2O_3) :

Le minerai de fer est une roche contenant du fer, généralement sous la forme d'oxydes, comme la bauxite ; les minerais de fer ont une teneur en fer variable selon le minéral ferrifère, sachant également que l'isomorphisme, presque toujours présent dans les minéraux naturels.

I.2.1.3.2. La bauxite :

Est une roche latéritique blanche, rouge ou grise, caractérisée par sa forte teneur en alumine Al_2O_3 et en oxydes de fer. Cette roche constitue le principal minerai permettant la production d'aluminium. Elle se forme par altération continentale en climat chaud et humide. De structure variée, elle contient dans des proportions variables des hydrates d'alumine, de la kaolinite, de la silice et des oxydes de fer qui lui confèrent souvent une coloration rouge.

I.2.1.3.3. Le calcaire sableux :

Les calcaires sableux sont d'origine détritique. Leur composition est forte variable en fonction des roches dont elles sont issues. Ils contiennent beaucoup de silices.

I.2.1.3.4. Sable :

Le sable est fait de grains minéraux tous petits (pas plus de deux millimètres). C'est de la roche effritée par l'érosion [4].

I.2.2. Le broyage et le séchage :

Les matières premières sont ensuite séchées et broyées très finement. On obtient la farine. Celle-ci sera plus tard introduite dans le four sous forme pulvérulente ou préalablement transformée en granules [1].



Figure I.8 : Broyeur cru

I.2.2.1. Principe de fabrication ciment portland :

- Fabrication du ciment par voie humide (la plus ancienne).
- Fabrication du ciment par voie semi-humide (en partant de la voie humide).
- Fabrication du ciment par voie sèche (la plus utilisée).
- Fabrication du ciment par voie semi-sèche (en partant de la voie sèche).

On distingue deux types la plupart utilisé :

I.3.2.1.1 - Fabrication par voie humide :

Cette voie est utilisée depuis long temps. C'est le procédé le plus ancien, le plus simple mais qui demande le plus l'énergie; Dans ce procédé le calcaire et l'argile sont mélangés et broyés finement avec l'eau de façon, à constituer une pâte assez liquide (28 à 42% d'eau). On brasse énergiquement cette pâte dans de grands bassins de 8 à 10 m de diamètre, dans lesquels tourne un manège de herses.

La pâte est ensuite stockée dans de grands bassins de plusieurs milliers de mètres cubes, où elle est continuellement malaxée et donc homogénéisée. Ce mélange est appelé le cru.

Les analyses chimiques permettent de contrôler la composition de cette pâte, et d'apporter les corrections nécessaires avant sa cuisson.

La pâte est ensuite envoyée à l'entrée d'un four tournant, chauffé à son extrémité par une flamme intérieure. Un four rotatif légèrement incliné est constitué d'un cylindre d'acier dont la

longueur peut atteindre 200 mètres. On distingue à l'intérieure du four plusieurs zones, dont les 3 zones principales sont :

- Zone de séchage
- Zone de décarbonatation.
- Zone de clinkerisation.

Les parois de la partie supérieure du four (zone de séchage - environ 20% de la longueur du four) sont garnies de chaînes marines afin d'augmenter les échanges caloriques entre la pâte et les parties chaudes du four.

Le clinker à la sortie du four, passe dans des refroidisseurs (trempe du clinker) dont il existe plusieurs types (refroidisseur à grille, à ballonnets). La vitesse de trempe a une influence sur les propriétés du clinker (phase vitreuse).

De toutes façons, quelque soit la méthode de fabrication, à la sortie du four, on a un même clinker qui est encore chaud de environ 600-1200 °C. Il faut broyer celui-ci très finement et très régulièrement avec environ 5% de gypse CaSO_4 afin de «régulariser» la prise. Le broyage est une opération délicate et coûteuse, non seulement parce que le clinker est un matériau dur, mais aussi parce que même les meilleurs broyeurs ont des rendements énergétiques déplorables.

Les broyeurs à boulets sont de grands cylindres disposés presque horizontalement, remplis à moitié de boulets d'acier et que l'on fait tourner rapidement autour de leur axe (20 t/mn) et le ciment atteint une température élevée (160°C), ce qui nécessite l'arrosage extérieur des broyeurs. On introduit le clinker avec un certain pourcentage de gypse en partie haute et on récupère la poudre en partie basse.

Dans le broyage à circuit ouvert, le clinker ne passe qu'une fois dans le broyage. Dans le broyage en circuit fermé, le clinker passe rapidement dans le broyeur puis à la sortie, est trié dans un cyclone. Le broyage a pour but, d'une part de réduire les grains du clinker en poudre, d'autre part de procéder à l'ajout du gypse (environ 4%) pour réguler quelques propriétés du ciment portland (le temps de prise et de durcissement).

A la sortie du broyeur, le ciment a une température environ de 160 °C et avant d'être transporter vers des silos de stockages, il doit passer au refroidisseur à force centrifuge pour que la température de ciment reste à environ 65 °C.

I.3.2.1.2- Fabrication par Voie sèche :

Broyé, la poudre est transportée depuis le silo homogénéisateur jusqu'au four, soit par pompe, soit Les ciments usuels sont fabriqués à partir d'un mélange de calcaire (CaCO_3) environ de 80% et d'argile ($\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$) environ de 20%. Selon l'origine des matières premières, ce mélange peut être corrigé par apport de bauxite, oxyde de fer ou autres matériaux fournissant le complément d'alumine et de silice requis. Après avoir finement par aérogليسeur.

Les fours sont constitués de deux parties :

- Un four vertical fixe, préchauffeur (cyclones échangeurs de chaleur).
- Un four rotatif.

Les gaz réchauffent la poudre crue qui circule dans les cyclones en sens inverse, par gravité. La poudre s'échauffe ainsi jusqu'à 800 °C environ et perd donc son gaz carbonique (CO_2) et son eau. La poudre pénètre ensuite dans un four rotatif analogue à celui utilisé dans la voie humide, mais beaucoup plus court.

La méthode de fabrication par voie sèche pose aux fabricants d'importants problèmes techniques :

- a) La ségrégation possible entre argile et calcaire dans les préchauffeurs. En effet, le Systems utilisé semble être néfaste et en fait, est utilisé ailleurs, pour trier des particules. Dans le cas de la fabrication des ciments, il n'en est rien. La poudre reste homogène et ceci peut s'expliquer par le fait que l'argile et le calcaire ont la même densité ($2,70 \text{ g/cm}^3$). De plus, le matériel a été conçu dans cet esprit et toutes les précautions ont été prises.
- b) Le problème des poussières. Ce problème est rendu d'autant plus aigu, que les pouvoirs publics, très sensibilisés par les problèmes de nuisance, imposent des conditions draconiennes. Ceci oblige les fabricants à installer des dépoussiéreurs, ce qui augmente considérablement les investissements de la cimenterie.

Les dépoussiéreurs sont constitués de grilles de fils métalliques portés à haute tension et sur lesquels viennent se fixer des grains de poussière ionisée. Ces grains de

poussières s'agglomèrent et sous l'action de vibreurs qui agitent les fils retombent au fond du dépoussiéreur où ils sont récupérés et renvoyés dans le four. En dehors des panes, ces appareils ont des rendements de l'ordre de 99%, mais absorbent une part importante du capital d'équipement de la cimenterie [5].

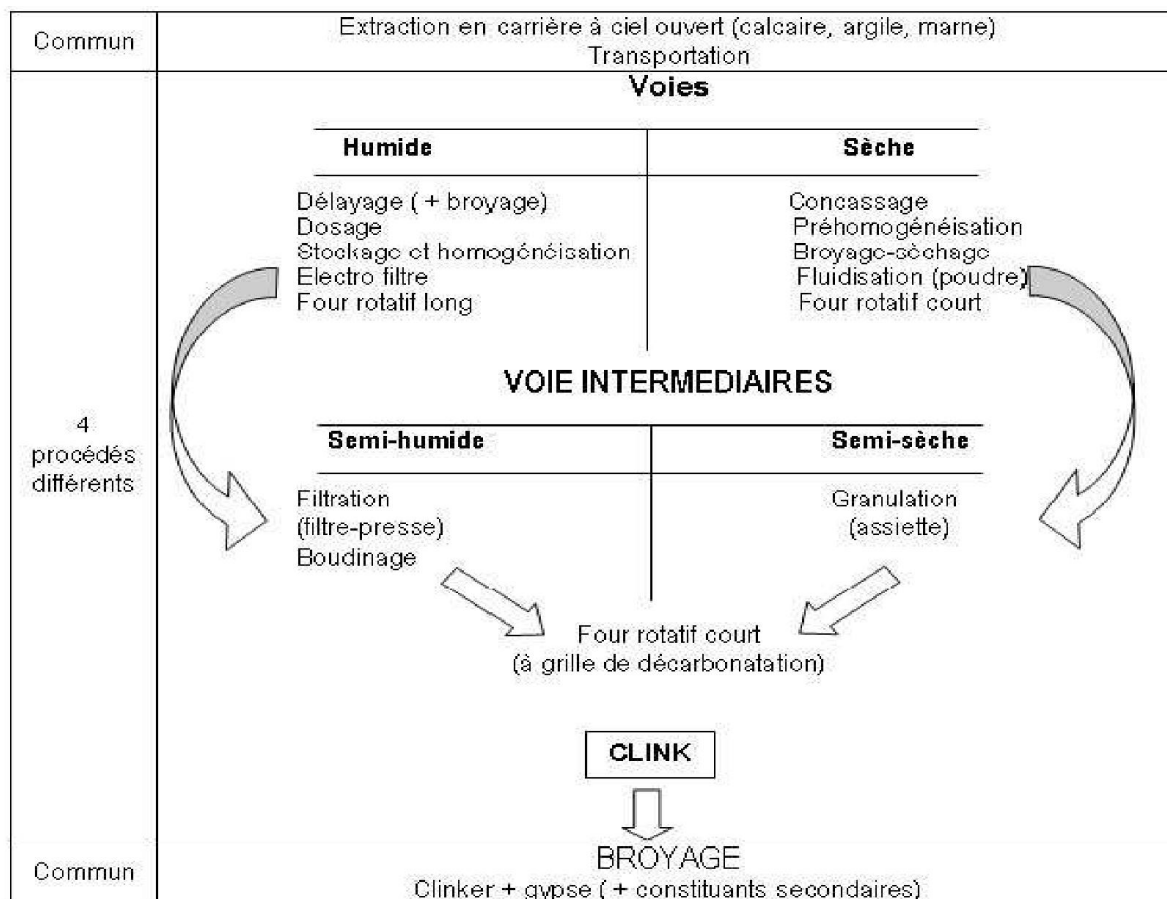


Figure I.9 : Méthode fabrication du ciment

I.2.3. Cuisson :

Le préchauffage Avant introduction dans le four, la farine est chauffée à environ 800°C dans un préchauffeur à grille ou à cyclones ; les installations de cuisson sont similaires et il existe Cinq zones comme suivant :

- 1 -La zone de préchauffage.
- 2 - La zone de cuisson.
- 3- La décarbonatation.
- 4 - La zone de clinkerisation.
- 5- La zone de refroidissement [1].

I.2.3.1 - Préchauffeur :

Les gaz réchauffent la poudre crue qui circule dans les cyclones en sens inverse, par gravité. La poudre s'échauffe ainsi jusqu'à 800 °C environ et perd donc son gaz carbonique (CO₂) et son eau ; C'est un échangeur à contre courant destiné à préchauffer la farine avant son entrée dans le four, En récupérant la chaleur des gaz sortant du four environ à 100°C, par le fait que l'argile et le calcaire ont la même densité (2.70 g/cm³), un exhausteur monté sur les cyclones aspire les gaz de combustions et la farine, faisant une tornade qui garantie que tous les grains du cru subissent la chaleur de gaz.

I.2.3.2 - Four rotatif :

Le four constitué par une virole cylindrique de 90 m de long et de 5.6 m de diamètre protégée par de la brique réfractaire, incliné selon un angle de 1 à 4 degrés par rapport à l'horizontale. Le mélange cru est chargé à l'extrémité supérieure, le combustible et l'air comburant étant brûlé à l'extrémité inférieure [2].

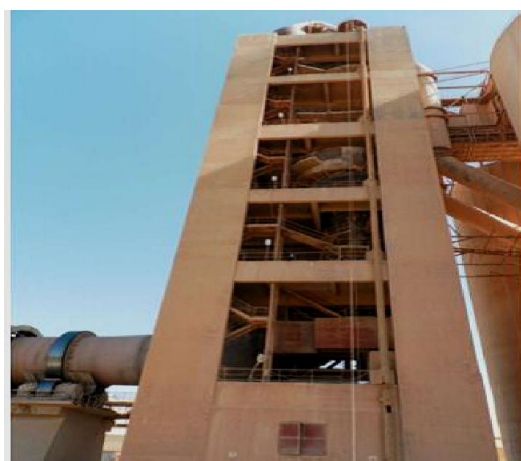


Figure I.10: Préchauffeur

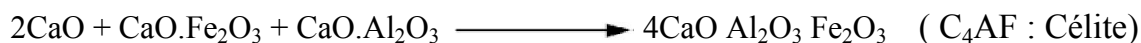


Figure I.11: Four rotatif

* Les phénomènes physico-chimiques au cour de la cuisson :

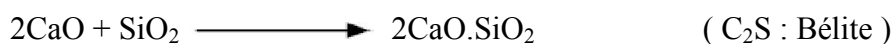
- ✓ A 100°C : évaporation de l'eau mécanique ou eau libre.
- ✓ Entre 450 et 550°C : Evaporation de l'eau de constitution(chimique) ou cristalline.
- ✓ A partir de 650°C : Formation des aluminates et ferrites de calcium.





✓ A partir de **700°C** : Décomposition du calcaire. $\text{CaCO}_3 \longrightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$

✓ Vers **800°C** : Formation du silicate bicalcique ($2\text{CaO}, \text{SiO}_2$) 'Bélite'.



✓ A partir de **1250°C** : le silicate tricalcique appelé 'alite' commence à apparaître à partir de la chaux et de la Bélite. $\text{CaO} + 2\text{CaO}.\text{SiO}_2 \longrightarrow 3\text{CaO}.\text{SiO}_2 \quad (\text{C}_3\text{S} : \text{Alite})$

✓ Entre **1260 et 1450°C** : apparition du premier liquide

La cuisson est une opération forte consommatrice d'énergie. La source de chaleur est apportée par une tuyère qui peut brûler différents combustibles : (gaz naturel, fuel, charbon ,coke de pétrole.

I.2.3.3 - Refroidissement du clinker :

A la fin de la cuisson en aval du four, le clinker obtenu sort à une température comprise entre 1200 et 1450°C et tombe dans le refroidisseur Ce refroidissement jusqu' à 80-100°C donne le clinker [1] .



Figure I.12: Le refroidisseur

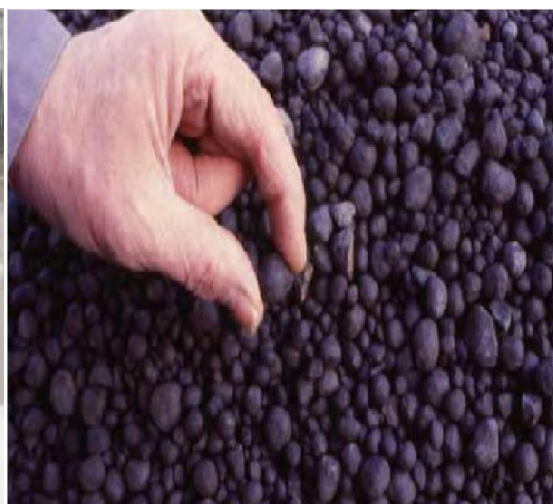


Figure I.13 : Nodules de clinker

I.2.4 - Broyage de clinker :

Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives , le clinker doit être à son tour broyé très finement ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulet . Les corp broyant

sont constitués de boulets d'acier qui par choc font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns.

A la sortie du broyeur, un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont revoyés à l'entrée. C'est également lors du broyage que l'on ajoute au clinker le gypse (3 à 5 %) indispensable à la régulation de prise du ciment on obtient alors le ciment "portland". Les ciments avec "ajouts" sont obtenus par l'addition au clinker, lors de son broyage, des éléments minéraux supplémentaires contenus par exemple dans les laitiers de hauts fourneaux, les cendres de centrales thermiques, les fillers calcaires, les pouzzolanes naturelles. Ainsi sont obtenues les différentes catégories de ciment qui permettront la réalisation d'ouvrages allant du plus courant au plus exigeant.



Figure I.14 : broyeurs à boulet

I.2.5- Le stockage et l'expédition des ciment :

Après le broyage le ciment est sous sa forme définitive, tel que nous le connaissons sur les chantiers. Il est alors stocké dans des silos verticaux qu'il faut entretenir régulièrement. En effet, au bout d'un certain temps, le ciment sèche dans les silos et s'agglomère. Il faut donc qu'il se renouvelle régulièrement dans les silos afin qu'il n'y stagne pas.

Pour ce faire, on installe des injections d'air dont la pression est plus forte vers l'extérieur et moins forte vers le centre du silo. En tête du silo un aspirateur d'air est également mis en place pour gonfler le silo.

Par ce procédé , le ciment acquière les propriétés d'un fluide et ne se bloque plus , économisant des pertes qui peuvent être conséquentes . Le ciment est ensuite extrait de ces silos par un bec verseur . Ensuite les ciment quittent l'usine en sacs ou en vrac [5] .



Figure I.15: Silos de stockage de ciment



Figure I.16: Expédition

I.3- Les Constituants principaux de ciment

I.3.1- Composition chimique de clinker :

Le clinker Portland est obtenu par cuisson, au moins jusqu'à fusion partielle, d'un mélange fixé avec précision de matières premières (farine crue) contenant du CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , et des petites quantités d'autres matières. La farine crue la pâte ou la suspension doivent être finement divisées, intimement mélangées et être homogènes.

Elément	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
Fourchette(%)	62 à 68	18 à 24	4 à 8	2 à 5	0 à 5	0 à 5	0 à 2	0 à 2	0 à 2
Moyenne (%)	66,6	21,9	6,3	2,5	1	0,8	0,2	0,2	0,2

Tableau 1-1: Composition chimique du clinker

I.3.1.1- Qualité du clinker :

Dans la fabrication du ciment, une bonne préparation (mélange) est calculée pour avoir un rapport (rapport de saturation en chaux) m proche de 1:

$$m = \text{CaO} / (2.8 \text{ SiO}_2 + 1.18 \text{ Al}_2\text{O}_3 + 0.65 \text{ Fe}_2\text{O}_3).$$

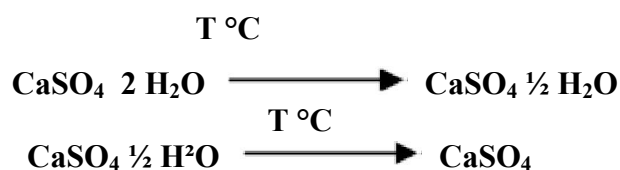
Si $m=1$ toute la chaux est consommée .L'art du cimentier consiste à se rapprocher au maximum de cette valeur. Mais en réalité on prend une quantité de quelques pourcents inférieures à ces valeurs.

I.3.2- Le sulfate de calcium :

Le sulfate de calcium (gypse: CaSO₄.2H₂O) est un régulateur de prise ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication de 3 à 5% de la masse du ciment .La teneur en SO₃ ne doit pas dépasser 3.5% dans le ciment .Pour chaque nature de clinker, il existe un pourcentage optimal de gypse qui donne à la fois les meilleurs résistances et le retrait minimal. Par application de la formule de LERCH, on obtient la valeur optimale du taux du Gypse dans le ciment: [6]

$$\text{SO}_3\text{opt} = 0.093.C_3A + 1.71. \text{Na}_2\text{O} + 0.94.K_2\text{O} + 1.23$$

Pendant le broyage sous l'effet de la température atteinte pendant le broyage et le stockage. Le gypse va se déshydrater en plâtre, éventuellement en anhydrite et modifier le comportement rhéologique du ciment.



I.3.4 -Performance des ciments :

Pour contrôler la qualité et la régularité de la fabrication du clinker à partir des oxydes dans les cimenteries .Certains modules ou indice chimiques sont nécessaires à calculer. [6]

Module hydraulique de Michaelis (Mh) compris entre (1.7 et 2.3):

$$Mh = CaO / (SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3)$$

Module silicique de Kühl compris entre (1.5 et 5) :

$$Ms = SiO_2 / (Al_2O_3 + Fe_2O_3)$$

Modules alumino -ferrique (Maf) de Kühl compris entre (1.5 et 2.5) :

$$Maf = Al_2O_3 / Fe_2O_3$$

Indice de saturation en chaux de Kühl compris entre (0.85 et 1) :

$$LSI = CaO / (2,8 X SiO_2 + 1,1 X Al_2O_3 + 0,7 X Fe_2O_3)$$

Facteur de saturation de Lea Parker compris entre (0.85 et 1):

$$Msat (LSF) = CaO / (2,8 X SiO_2 + 1,18 X Al_2O_3 + 0,65 X Fe_2O_3)$$

C'est le rapport de la chaux (CaO) totale dans le mélange à la chaux susceptible de se combiner avec les autres oxydes (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃) plus le Msat est élevé plus les résistances les ont aussi .

I.3.5- Composition minéralogique :

Les compositions minéralogiques des ciments Portlands est fonction du mélange (clinker + (3-5%) de gypse) mais aussi de la température de cuisson du clinker et des conditions de refroidissement (trempe à l'air) . Il contient quatre principaux composants :

- ✓ Le silicate tricalcique : 3CaO, SiO₂ : C₃S (alite).
- ✓ Le silicate bi calcique : 2CaO, SiO₂ : C₂S (bélite).
- ✓ L'aluminate tricalcique : 3CaO, Al₂O₃ : C₃A (célite).
- ✓ L'alumino-ferrite tétra calcique : 4CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃ : C₄AF (célite).

I.3.5.1 - La chaux CaO :

Elle est cristallisée dans le système cubique, sa densité est de 3.18 sa présence dans le ciment est proscrite ($\leq 2\%$) notant cependant les problèmes posés par son hydratation.



Extinction de la chaux provoque un gonflement important ce qui conduit à des désordres en cas d'hydratation tardive de CaO.

I.3.5.2 - Le silicate tricalcique (Alite) C₃S :

- Se forme vers 1400 à 1450 °C, sa densité $d = 3.15 \text{ g/cm}^3$.
- Il contient, en solution, des impuretés MgO . Al₂O₃ et Fe₂O₃.
- Se présente en gros cristaux pseudo hexagonaux jointifs ou maclés, la taille varie suivant la cuisson de 10 à 50 μm .

Les réactions d'hydratation du C₃S sont plus rapides que celle de C₂S, et libérant une quantité de chaleur proche du double de celle libérée par C₂S, ce qui donne au ciment une résistance initiale rapide et élevée.

I.3.5.3 - Le silicate bi calcique (bélite) C₂S :

Il existe plusieurs formes allotropiques, la forme la plus active se trouve dans le ciment portland est la forme β qui possède des propriétés hydrauliques .

Se forme entre 1200 à 1300 °C, sa densité $d = 3.28 \text{ g/cm}^3$; Il contient en suspension solide, des impuretés P₂O₅ (anhydre phosphorique) et BaO (oxyde de baryum) Les cristaux ont souvent des formes arrondies de taille de 30 μm en moyenne suivant la cuisson.

I.3.5.4 - Les aluminates tricalciques (C₃A) :

- Le C₃A à une densité proche de 3.04 g/cm^3 .
- Il existe plusieurs aluminates parmi lesquels, on peut citer 3 composés présentant des propriétés hydrauliques.
- CA et C₁₂A₁₇ que l'on trouve dans les ciments alumineux.
- L'hydratation des C₃A est très rapide et exothermique (l'ajout du gypse au clinker à

pour effet de contrôler sa cinétique d'hydratation)

- Le C₃A contribue à la prise du ciment par contre, il contribue assez peu à la résistance finale. Le C₃A contient des impuretés (Na₂O) et se présente sous plusieurs formes allotropiques dont la réactivité vis-à-vis de l'eau est variable.

I.3.5.5 - L'alumino -ferrite tétra calcique :

Il forme un solide de C₂A et C₂F (C₄AF, C₆A₂F), leurs réactions d'hydratation sont voisines de celles du C₃A.

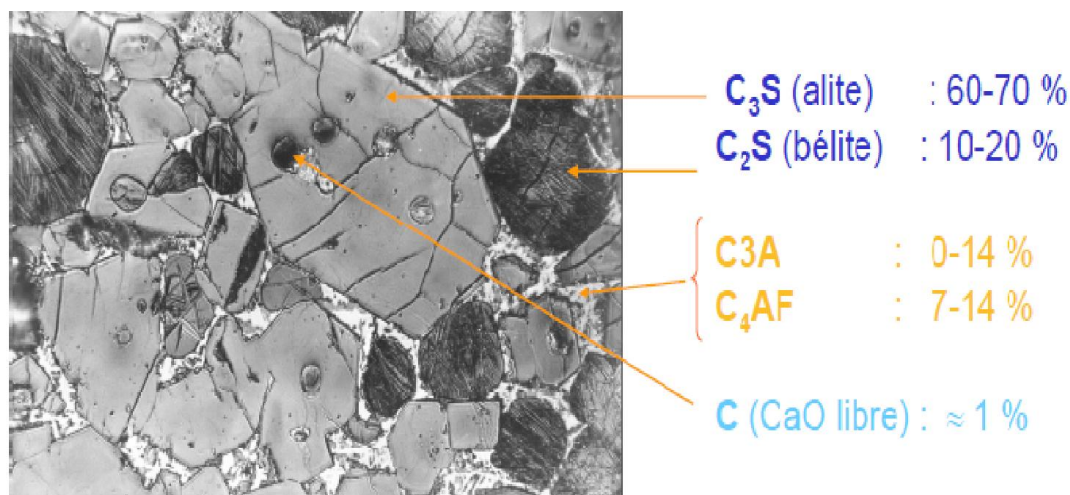


Figure I.17: Image de clinker en microscope optique (section polie)

I.3.5.6 - Fiabilité de la composition potentielle (équation de bogue) :

Les Tableaux (1-2, 3 et 4) illustrent les compositions minéralogiques de clinker. [7].

Le clinker	
Formules chimiques	Formule Bogue
Le silicate tricalcique (3CaO .SiO ₂):C ₃ S	4.07.CaO-7.6.SiO ₂ -1.43.Fe ₂ O ₃ -6.72.Al ₂ O ₃
Le silicate bicalcique (2CaO.SiO ₂) : C ₂ S	2.87.SiO ₂ -0.75.C ₃ S
L'aluminate tricalcique (3CaO.Al ₂ O ₃):C ₃ A	2.65.Al ₂ O ₃ -1.69.Fe ₂ O ₃
L'alumino -ferrite tétracalcique (4CaO.Al ₂ O ₃) : C ₄ AF	3.04.Fe ₂ O ₃

Tableau 1-2 : Composition potentielle d'après les formules Empiriques de BOGUE .

Constituants	Alite	Bélite	Célite	Célite
Notations cimentières simplifiée	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Notations cimentières détaillée	3CaO,SiO ₂	2CaO,SiO ₂	3CaO,Al ₂ O ₃	4CaO,Al ₂ O ₃ ,Fe ₂ O ₃
Teneurs (%)	50-75	07-30	0-16	04-20

Tableau 1. 3 Compositions minéralogiques moyennes des clinkers

Il est à souligner que la méthode empirique de Bogue qui se base sur la composition chimique peut conduire aux mêmes résultats de quelques pour-cent près comparativement aux méthodes modernes telles que la DRX par exemple.

La séquence des réactions et les formules sont exprimées comme suit:

- Le C₄AF se forme en premier
- Le C₃A se forme ensuite
- La chaux (CaO) restante et SiO₂ se combinent pour former C₂S et C₃S.

1.3.5.7 - Composition chimique des minéraux :

Le Tableau (1- 4) montre la microstructure élémentaire des quatre minéraux selon une analyse par microsonde électronique de casting : analyse élémentaire ponctuelle (les résultats sont donnés sous forme d'oxyde) [7].

Oxyde	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
CaO	74.2 ± 0.5	64.2 ± 0.6	57 ± 2.0	50.7 ± 0.5
SiO ₂	24.5 ± 0.3	30.8 ± 0.8	4.4 ± 0.1	3.8 ± 0.2
Al ₂ O ₃	1.6 ± 0.2	2.2 ± 0.4	25.2 ± 0.9	17.4 ± 0.6
Fe ₂ O ₃	0.57 ± 0.07	0.63 ± 0.06	6.9 ± 0.6	18.5 ± 0.7

Tableau 1.4 : Microstructure élémentaire des quatre minéraux [7].

I.4- Les caractéristiques du ciment portland (Propriété physique)

I.4.1 - La prise (NF EN 196-3) :

Le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence et les propriétés de la pâte ainsi obtenue sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée. Mais au bout d'un certain temps, les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange a changé de viscosité et se raidit, on dit qu'il se fait priser.

Le début de prise correspond au moment où l'on observe une augmentation de la viscosité, ou raidissement de la pâte, ce qui, dans la pratique, se mesure au moyen de l'aiguille normalisée (appareil de Vicat) et correspond au temps écoulé depuis le gâchage de la pâte jusqu'au moment où l'aiguille s'arrête à une distance ($d = 6 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$) du fond de l'anneau de 40 mm de hauteur remplie de pâte pure de ciment. De même, la fin de prise correspond au moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans l'anneau.

-Le phénomène de prise du ciment est lié à de nombreux paramètres tels que:

La nature du ciment, la finesse de mouture du ciment; plus son broyage a été poussé, plus le temps de prise est court, la température; alors qu'à zéro degré la prise est stoppée, plus la température ambiante est élevée plus la prise est rapide, pour un ciment donné le début de prise sera de 18 heures à 2 °C, de 5 heures à 10 °C, de 3h 30 à 20 °C et de 30 min à 35 °C (figure 1- 18), la présence de matières organiques dans l'eau ou dans l'un des autres constituants du mortier ou béton qui ralentit la prise, l'excès d'eau de gâchage qui a, entre autres inconvénients, une action retardatrice sur la prise (figure 1- 20) .

En fonction de leur classe de résistance, les normes spécifient un temps de prise minimum qui est, à la température de 20 °C, de:

- 1 h 30 pour les ciments de classes 35 et 45.
- 1 h pour les ciments des classes 55 et HP.

Il est à noter que pratiquement tous les ciments ont des temps de prise largement supérieurs à ces valeurs minimales, l'ordre de grandeur étant de 2 h 30 à 3 h pour la majorité des ciments.

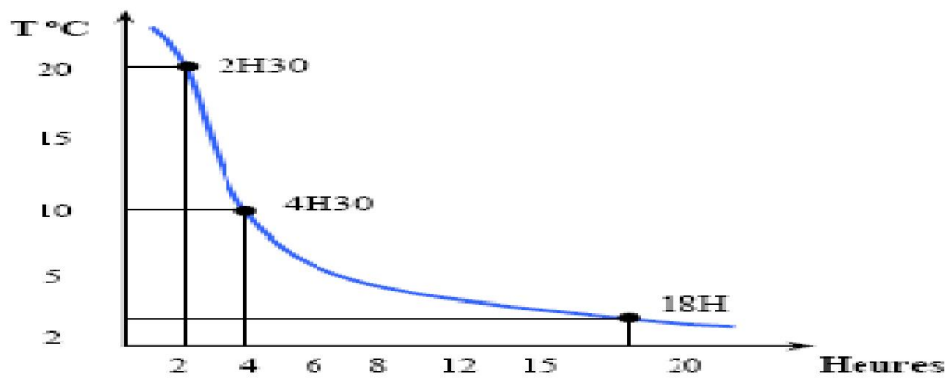


Figure I.18: Evolution du temps de prise en fonction de la température

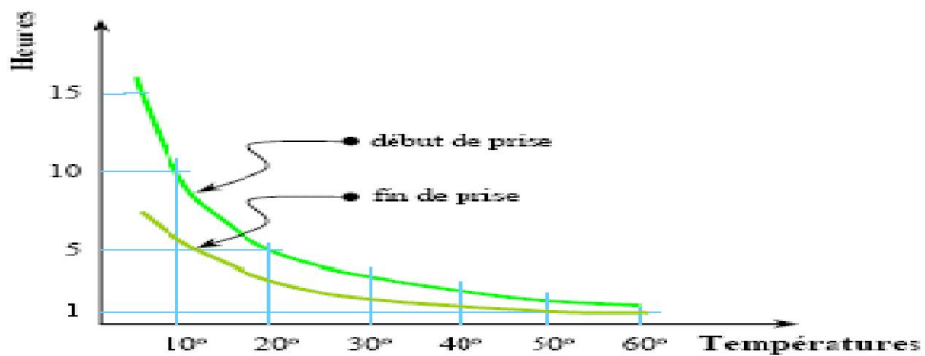


Figure I.19 : Influence de la température sur la prise des ciments.

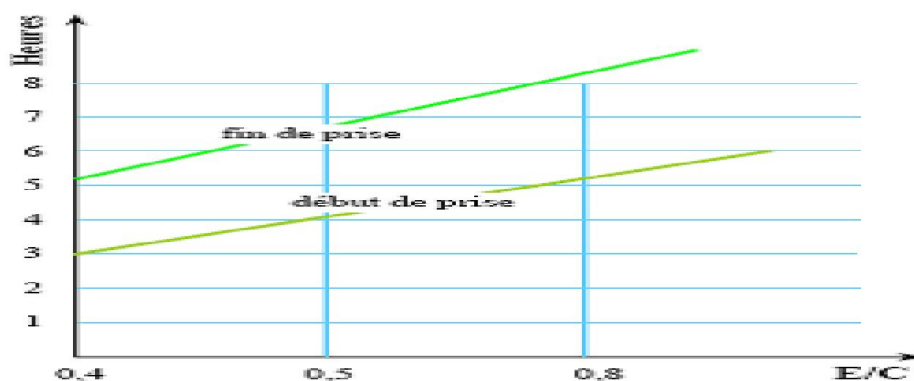


Figure I.20: Influence du E/C sur le temps de prise.

I.4.2. Le durcissement :

C'est la période qui suit la prise et pendant laquelle se poursuit l'hydratation du ciment, sa durée se prolonge pendant des mois au cours desquels les résistances mécaniques continuent à augmenter ; comme le phénomène de prise, le durcissement est sensible à la température, ce qui conduit notamment en préfabrication, à chauffer les pièces pour lesquelles on désire avoir des résistances élevées au bout de quelques heures.

La prise et durcissement des constituants du clinker :

Pour mieux comprendre les propriétés des ciments portland, il est intéressant d'étudier comment réagit en présence d'eau chacun des constituants anhydres du ciment pris isolément.

Le graphique ci-dessous montre le développement des résistances dans le temps des constituants purs du ciment portland.

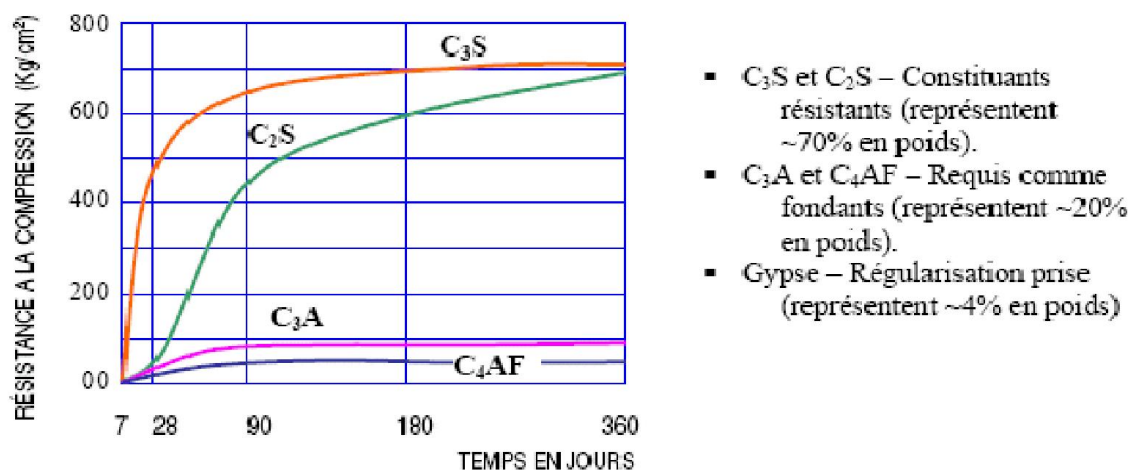


Figure I.21 : Le développement des résistances dans le temps .

Dans une poudre de ciment portland en contact avec l'eau, l'aluminate tricalcique (C₃A) réagit en premier, se dissout et se recristallise. Vient ensuite la réaction d'hydrolyse, de l'alite Silicate tricalcique (C₃S) forme autour des grains une pellicule de gel et met en même temps des ions Ca₂⁺ en solution. L'hydrolyse et la recristallisation de (C₃A) sont rapides.

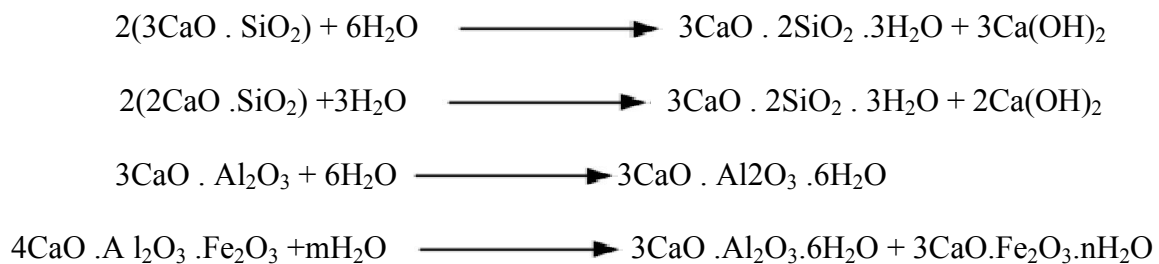
En gâchant le ciment avec l'eau, on obtient une pâte dans laquelle l'eau entoure chaque grain de ciment en formant un réseau capillaire ; les composés anhydres du ciment sont alors attaqués en surface par l'eau pour produire des composés hydratés.

Dans le cas des silicates de calcium C₃S et C₂S, la chaux hydratée se dissout et il se dépose des cristaux de Ca(OH)₂ en plaquettes hexagones alors que les silicates de calcium hydratés forment un gel composé de fines aiguilles à la surface du ciment. Ces aiguilles se développent en dimension et en nombre tout en réduisant les interstices capillaires entre les grains.

Quand les aiguilles entre les grains de ciment se rapprochent, la pâte devient plus raide. Cette rigidité est au début faible et peut encore être facilement détruite mécaniquement. C'est le début de la prise. Après quelques heures, les interstices capillaires sont partiellement comblés par le gel.

La pâte de ciment acquiert une certaine résistance. C'est le durcissement qui commence. La résistance continue à croître à mesure que le gel devient plus compact, d'une part, parce qu'il y a un accroissement de la cohésion entre les aiguilles et accroissement du feutrage des aiguilles, d'autre part parce qu'il se formerait des joints de soudure entre les aiguilles de tobermolite des divers grains de ciment.

Dans les pâtes de ciment durcies, il reste de ce fait toujours des grains de ciment non hydratés. L'hydratation des grains de ciment continue non seulement des mois, mais des années durant, pour autant que le gel soit entouré d'eau, car le gel de tobermolite ne peut se former qu'en présence d'eau.



Gypse

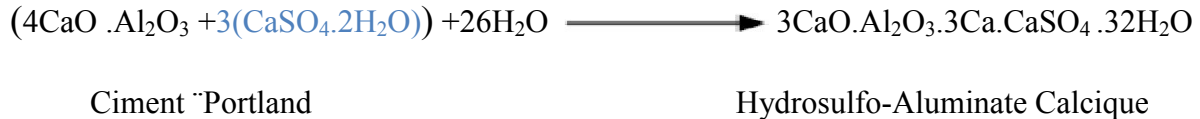


Figure I.22: Réactions chimiques importantes

Les réactions d'hydratation du ciment Portland sont très complexes. Nous ne considérons que les quelques-unes utiles à connaître pour mieux comprendre les propriétés des ciments portlands.

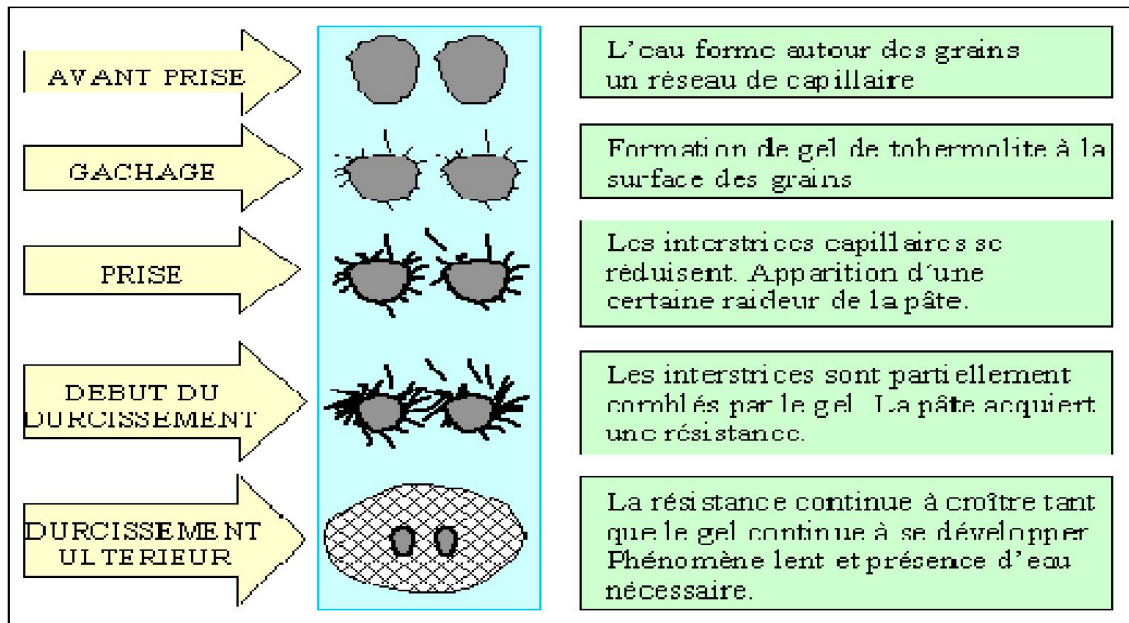


Figure 1.23: L'évolution physico-chimique de la pâte de ciment.

I.4.3 : La Finesse de Mouture ((Norme NF P 15 - 442 ; EN 196 – 6) :

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en (cm^2/g). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500 cm^2/g . Plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ces résistances mécaniques à un âge jeune sont grandes (voir figure 24). En outre, la finesse de mouture influence la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et de ressuage.

La surface massique de ciment étudié n'est pas mesurée directement, mais par comparaison avec un ciment de référence dont la surface massique est connue. Il s'agit de faire passer un volume d'air connu au travers d'une poudre de ciment. Toutes choses étant égales par ailleurs, plus la surface massique de cette poudre est importante et plus le temps t mis par l'air pour traverser la poudre est longue. Dans les conditions normalisées décrites, la surface est proportionnelle à \sqrt{t} .

L'appareil utilisé pour déterminer la finesse de mouture de ciment est appelé «Perméabilimètre de Blaine». Il se compose pour l'essentiel d'une cellule dans laquelle est placé le ciment à tester et d'un manomètre constitué d'un tube en verre en forme de U rempli, jusqu'à son repère inférieur d'une huile légère. La cellule est équipée d'une grille en sa partie inférieure. Un piston sert à tasser le ciment dans la cellule sous un volume V défini.

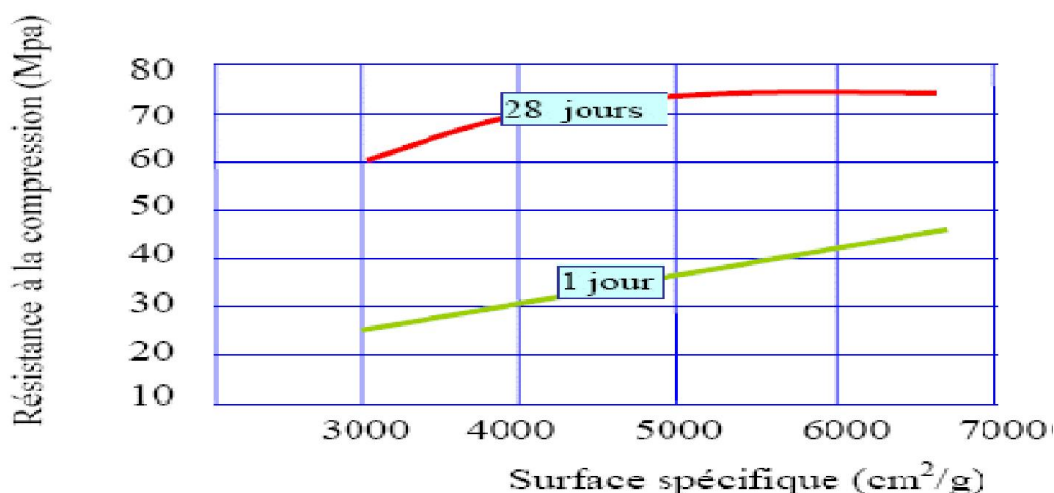


Figure I.24 : Influence de la surface spécifique sur la résistance à la compression

I.4.4 Le Retrait (NF P15 433) :

La pâte de ciment se rétracte dans l'air sec (alors qu'au contraire elle gonfle dans l'eau), ce phénomène se poursuivant dans le temps et ceci pendant des durées d'autant plus longues que les pièces sont massives.

C'est le retrait qui est cause des fissures que l'on observe dans des pièces en mortier. En fait il existe plusieurs types de retrait :

- ❖ Le retrait avant prise dû essentiellement à la perte prématurée d'une partie de l'eau de gâchage par évaporation et dont l'amplitude est dix fois celle du retrait hydraulique classique. Ce retrait qui provoque des contraintes de traction supérieures à la résistance du béton à la traction, qui est alors pratiquement nulle, se traduit par l'apparition, à la surface du béton encore plastique, de grosses crevasses peu profondes, pouvant être refermées par talochage.
- ❖ Le retrait hydraulique, qui découle d'une part de la contraction Le Chatelier (le volume des hydrates est inférieur au volume des constituants de départ) et d'autre part du retrait de dessiccation (contraction au séchage), est de l'ordre de 0,2 à 0,4 mm/m pour les mortier. Dans le cas de béton à faible rapport E/C, la dessiccation d'origine "endogène" (consommation de l'eau de gâchage pour hydratation) peut être prépondérante sur la dessiccation par échange avec le milieu externe.

❖ Le retrait thermique, qui est dû à la contraction du béton lors de son refroidissement.

L'importance du retrait hydraulique en dehors du facteur de temps, est fonction de nombreux paramètres parmi lesquels:

- la nature du ciment .
- le dosage en eau (figure 1.25)
- la propriétés des sables.
- la forme et la dimension des granulats.

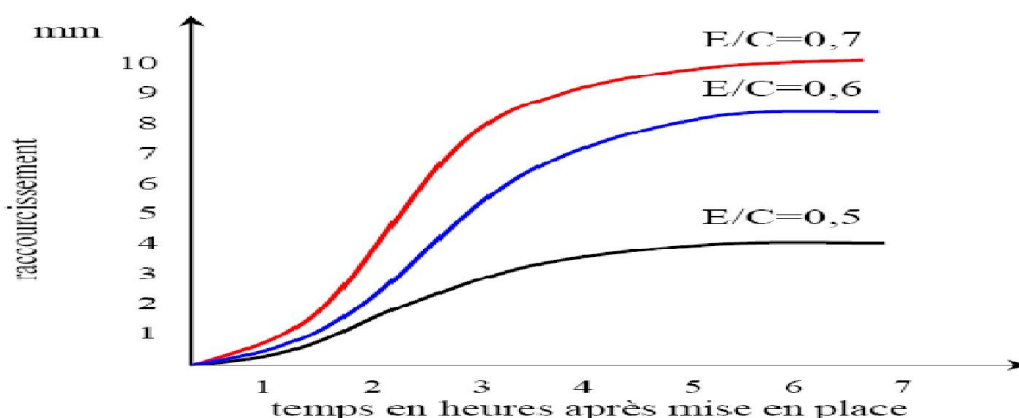


Figure 1.25: Influence du E/C sur le retrait des mortier

I.4.5 Chaleur d'hydratation (EN 196 – 9) :

La présente Norme européenne décrit une méthode de mesure de la chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi-adiabatique, dite méthode de Langavant. L'essai a pour but de mesurer en continu la chaleur d'hydratation du ciment au cours des tout premiers jours. La chaleur d'hydratation est exprimée en joules par gramme (J/g) de ciment.

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 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_3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte la température extérieure (voir tableau 5).

N°	Constituants	Comportement des constituants purs	Chaleur dégagée
1	C ₃ S	- Fait prise et durcit rapidement. - Haute résistance atteinte à court terme	502.415 j / gr
2	C ₂ S	- Réagit lentement . - Haute résistance atteinte à long terme	259.581 j / gr
3	C ₃ A	- Prise de façon très désordonnée et rapide . - Faible résistance . (pour régulariser la prise du C ₃ A , il faut ajouter du gypse)	866.667 j / gr
4	C ₄ AF	- Faible résistance.	418.679 j / gr

Tableau 1.5 : Le Comportement et le dégagement de chaleur des constituants du clinker.

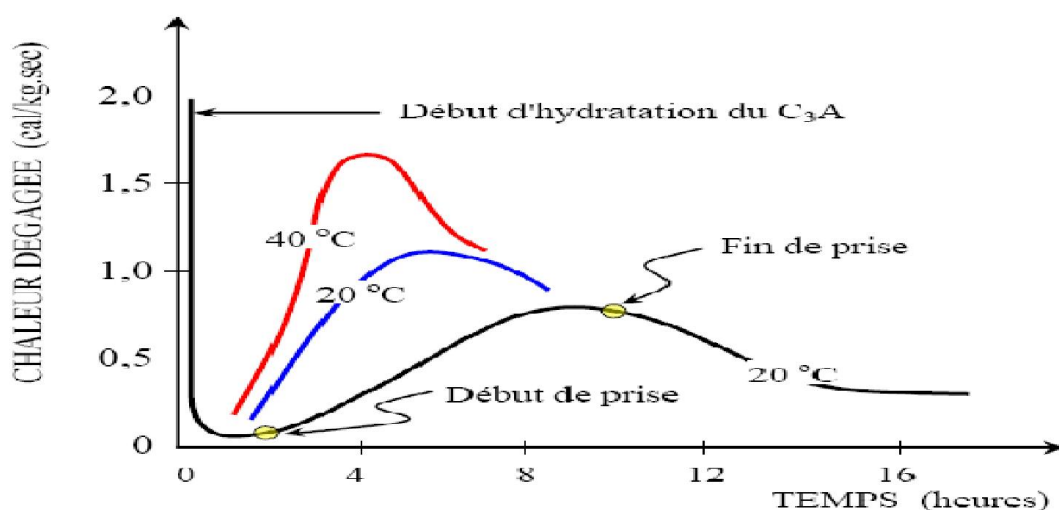


Figure 1.26 : Chaleur dégagée lors de l'hydratation du ciment .

I.4.6 Résistance à la compression (EN 196-1) :

Les résistances mécaniques des ciments sont déterminées par les essais sur mortier dit "normal", à 28 jours d'âges en traction et en compression des éprouvettes (4 x 4 x 16)cm³.

La résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment. Elle dépend de la classe de ciment et est exprimée en MPa .

Le mortier utilisé est réalisé conformément à la Norme EN 196-1 .

Le sable utilisé est un sable appelé "sable normaliser CEN EN 196-1".

Pour chaque type de ciment, il existe effectivement plusieurs classes de résistances pour lesquelles les fabricants garantissent des valeurs minimales et maximales [8] .

2^{ème} Partie :Les ajouts minéraux

Les ajouts cimentaires sont des minéraux que l'on mélange au ciment Portland afin d'améliorer les propriétés du mortier ou du béton. L'utilisation d'ajout cimentaire dans les industries du ciment et du béton l'intérêt écologiques et économiques et techniques .

1.5.1- L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans le génie civil

1.5.1.1-L'intérêt écologiques :

La production d'une tonne de ciment Portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique (CO₂). De fait, le remplacement du ciment Portland par des ajouts cimentaires réduit d'autant les émissions de CO₂. En général l'utilisation de calcaire comme ajouts cimentaires ne demande pas un traitement à forte intensité l'énergie.

1.5.1.2- Intérêt du point de vue économique :

L'introduction des ajouts dans la fabrication du ciment présente un facteur bénéfique car la consommation en clinker baisse en fonction des taux d'ajouts. En effet, le clinker étant obtenu par transformation du crue (argile + calcaire) nécessite une dépense d'énergie très importante pouvant être réduite par l'introduction de cet ajout .La réaction Pouzzolanique étant à base de produits de faible coût et la durabilité est garantie puisque les romains utilisaient déjà ce mécanisme chimique dans leurs ciments pour la réalisation d'ouvrages qui ont fait leur preuve depuis de nombreux siècles.

Des sous produits industriels tels que les cendres volantes et fumées de silice condensées sont de plus en plus utilisées dans les pays industrialisés parce qu'ils sont des déchets d'usine . Contrairement aux pouzzolanes naturelles, il n'est pas nécessaire de les pulvériser ou de les soumettre à un traitement thermique avant de s'en servir.

Plusieurs pays comme la Chine, la Grèce , l'Italie , l'inde et le Mexique , utilisent encore des millions de tonnes de pouzzolanes naturelles pour fabriquer des ciments Portland composés .

Pour des raisons d'épargne d'énergie, il y a tout lieu de croire que l'utilisation de ces matériaux se poursuivra et se développera de plus en plus.

1.5.1.3 - Intérêt du point de vue technique :

L'intérêt technique des ajouts réside en premier lieu dans le fait qu'ils permettent l'obtention d'un ciment dont les performances sont aussi bonnes que celles d'un ciment Portland de même classe de résistance. Parfois la chute de résistance à court terme limite leur utilisation en préfabrication. En second lieu, les ciments composés présentent souvent l'avantage sur le ciment portland, d'une meilleure résistance aux agressions chimiques.

Le remplissage des vides est lui même aussi responsable de la durabilité du mortier ou béton obtenu. En effet les actions chimiques sont réduites quand la portlandite est moins abondante soit qu'elle est diluée (ciment au laitier) , soit qu'elle est consommée (ciment au cendre ou à la pouzzolane naturelle) . La réduction de la teneur en clinker s'accompagne par ailleurs d'une réduction proportionnelle du taux de C_3A du mélange et par conséquent du risque de dégradation sulfatiques .

Les ciments composés seront toujours recommandés chaque fois que les bétons seront exposés aux agents agressifs (ouvrages à la mer ou bien exposés aux produits chimiques). Certains avantages techniques que présente l'utilisation des pouzzolanes dans le béton ne peuvent pas être atteints lorsqu'un ciment portland est utilisé seul . Parmi ces avantages , mentionnons une plus grande ouvrabilité , une maniabilité accrue, une meilleure étanchéité à l'eau (l'ajout rend le béton plus compact) , une réduction de la chaleur d'hydratation et des risques de fissuration sous l'effet de l'action thermique et une plus grande durabilité au milieu sulfaté ou acide .

1.5.2- Les ajouts minéraux

1.5.2.1- La pouzzolane :

Les pouzzolanes sont des matériaux, naturels ou artificiels, capables de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des composés nouveaux, stables, peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes . Les normes françaises donnent les définitions suivantes des pouzzolanes entrant dans la fabrication des ciments :

A) pouzzolane naturelle :

Est un produit d'origine volcanique essentiellement composé de silice , d'alumine et d'oxyde de fer ayant naturellement des propriétés pouzzolaniques. Elle peut être d'origine volcanique: verre volcanique, ponce, rhyolite, tufs, zéolite ou d'origine sédimentaire: terre à diatomées, diatomites.

B) Pouzzolane artificielle :

C'est une matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques . Les roches traitées thermiquement: argiles, schistes, latérite, bauxite et moler [9] .

CaO%	SiO ₂ %	AlO ₃ %	FeO ₃ %	SO ₃ %	K ₂ O%	Na ₂ O%	MgO%	Cl%	CaCO ₃ %
12.36	42.95	16.32	9.49	0.01	1.39	3.00	4.20	0.00	10.75

Tableau I.6 : Composition chimique de la pouzzolane naturelle .

I.5.2.2 - Laitiers de hauts fourneaux :

Ce sont des sous-produits de fabrication de la fonte. Ils sont formés de constituants non ferreux, de fondants et de cendres de coke. Ils peuvent être utilisés comme granulats dans le béton. Leur composition en oxydes et leur structure vitreuse obtenue par trempe à l'eau leur confèrent des propriétés hydrauliques latentes, ce qui permet d'envisager leur utilisation en tant qu'addition cimentaires

SiO ₂ %	CaO%	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	MgO%	MnO%	Na ₂ O%	K ₂ O%	TiO ₂ %	P ₂ O ₅ %	Paf %
35.85	37.22	5.08	7.77	3.55	2.02	0.12	0.27	0.17	0.09	1.74

Tableau I.7 : Caractéristiques chimiques du laitier .

I.5.2.3 - Les cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (W) :

Elles sont recueillies dans les centrales thermiques fonctionnant au charbon et sont généralement utilisées pour la finesse de leurs particules, ce qui accroît leur réactivité. Pour qu'une variété de cendres volantes à faible teneur en calcium puisse avoir des propriétés liantes optimales, elle doit avoir un pourcentage de matière non liante inférieure à 5%, une teneur en Fe₂O₃ inférieur ou égale à 10 % et celle en Cao qui doit être très faible.

La teneur en aluminosilicate doit être comprise entre 40-90 % de particules d'un diamètre équivalent inférieur à 45µm. Il existe trois types de classe de cendres volantes : les cendres volantes de classe C (proviennent de la lignite et sont riches en CaO), les cendres volantes de classes F (pauvres en CaO, proviennent de la combustion de la houille et sont les plus utilisées pour l'élaboration des géo-polymères à cause de leur faible teneur en CaO). et les cendres volantes de classe N qui sont des aluminosilicates naturels ou synthétiques dont la somme des oxydes de silicium, aluminium et de fer est supérieure à 70 % et le taux de SO₃ est inférieur à 4%.

I.5.2.4 - Les Calcaires :

Sont obtenus après un broyage fin de roches naturelles présentant une teneur en carbonate de calcium (CaCO₃) supérieure à 75%. Ces additions ne participent pas à la création de résistances mécaniques du ciment durci [2].

Element	CaO	SiO2	Al2O3	Fe2O3	MgO	SO3	K2O	Na2O	H2O	Paf
Calcaire	48.97	5.97	2.15	1.45	0.33	0.71	0.21	0,01	1.85	39.7518

Tableau I.8 : Caractéristiques chimiques du calcaire .

- ❖ Le filler calcaire en général conduit à une augmentation de la vitesse d'hydratation du ciment et par conséquence :
 - À une diminution du début de prise.
 - À une augmentation des résistances initiales.
 - La finesse du filler contrôle ce mécanisme.
 - Le filler calcaire va réagir avec les produits d'hydratation du ciment, en se formant des carboaluminates de calcium au lieu de monosulfoaluminate, ce qui permet d'avoir d'ettringite à long terme [7] .

I.5.2.5 - Les schistes calcinés (T) :

Acquièrent des propriétés hydrauliques et Pouzzolanique lorsqu'ils sont activés thermiquement. C'est notamment le cas des schistes houillers brûlés dans les chaudières à une température d'environ 800°C. Les schistes calcinés contiennent principalement du silicate bi

calciq (C₂S) et de l'aluminate mono calciq (CA) ainsi que des petites quantités de chaux libre (CaOL), de sulfate de calcium et de silice. Ces ajouts finement broyés ont de fortes propriétés hydrauliques couplées à des propriétés Pouzzolanique

I.5.2.6- Les sulfates de calcium :

Sont incorporés au ciment principalement sous forme de gypse. Ils doivent être ajoutés en faibles quantités aux constituants du ciment en vue de réguler la prise lors de son hydratation. Ils sont introduits à hauteur de 5% sous forme de gypse (CaSO₄, 2H₂O), de l'hemihydrate (CaSO₄, ½ H₂O) ou de l'anhydrite (sulfate de calcium anhydre CaSO₄) ou tout mélange de ceux-ci.

Eléments(%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	H ₂ O	PAF
Gypse de Biskra	3.37	0.82	0.32	32.19	4.20	37.52	0.15	0	2.34	26.86

Tableau I.9 : Caractéristiques chimiques de gypse .

I.5.2.7 Les fumées de silice (D) :

C'est un sous-produit de la fabrication du silicium récupéré dans le système de dépoussiérage des fumées. D'un point de vue chimique, la fumée de silice est composée essentiellement de silice, sa teneur varie selon le type d'alliage produit. Les particules de la fumée de silice se présentent sous forme sphérique avec des diamètres allant de 0.1µm à 1 ou 2µm, de telle sorte qu'une particule de fumée de silice est 100 fois plus petite qu'un grain de ciment [2].

% SiO ₂	% CaO	% Al ₂ O ₃	% FeO ₃	% MgO	% Na ₂ O	% K ₂ O	% PAF
87.3	0.4	1.0	4.4	0.3	0.2	0.6	0.6

Tableau I.10 : Caractéristiques chimiques de la fumée de silice.

I.5.3- L'utilisation des ajouts en Algérie :

L'industrie cimentaire est d'importance primordiale pour l'Algérie comme tous pays en voie de développement. Cependant, parmi les moyens efficaces qui existent pour augmenter la production du ciment est celui d'utiliser des ajouts qui sont très peu coûteux et disponibles en grandes quantités en Algérie, comme le laitier d'El – Hadjar , le calcaire et la pouzzolane naturelle de Béni – Saf [9] .

I.5.3.1- Le Groupe industriel des ciments d'Algérie (GICA) : a consacré un investissement de 154 milliards de DA pour porter sa capacité de production annuelle de ciment à 18,5 millions de tonnes à l'horizon 2017, contre 11,5 millions de tonnes aujourd'hui.

La vision stratégique du Groupe **GICA** est basée essentiellement sur :

1. L'augmentation de sa part de marché,
2. La diversification de sa gamme de produits,
3. La création d'emplois et la formation,
4. Un positionnement sur le marché international.

I.5.3.2- LAFARGE est un groupe Partenariat Suisse **Français** de matériaux de construction, leader mondial dans son secteur. Il produit et vend principalement du ciment, des granulats et du béton prêt à l'emploi dans le monde entier. Lafarge a développé des ciments spéciaux et des bétons innovants de renommée internationale.

Lafarge, C'est un leader dans la fabrication du ciment, elle utilise un système de travail bien déterminé ; elle impose un ensemble de droit et d'obligation entre l'administration et les travailleurs pour assurer un bon climat de travail.

Les ouvriers sont embauchés à LAFARGE après un entretien d'embauche et le contrat est effectué pour des durées bien déterminées, l'entrepreneuse ou les sociétés d'entretien, qui engage à leurs tours les ouvriers [10]

Entreprise	Wilaya (Localité)	Domaine	Les Ajouts	Capacité	Etat du projet
Lafarge Holcim	M'sila (Hammam Dhalaa)	Privé Etranger	Calcaire Laitier	5300000	Existant
Lafarge	Mascara (Oggaz)	Privé Etranger		3900000	Existant
SCHS (GICA+ BUZZI Unicem)	Skikda (Hadjar – Soud)	Public+ Privé Etranger	Laitier	950000	Existant
SCIMAT (GICA)	Batna (Ain Touat)	Public	Pouzzolane	1000000	Existant
SCIS (GICA)	Saida (Elhassasna)	Public	Pouzzolane	500000	Existant
SCAL (GICA)	Alger (Rais Hamidou)	Public		450000	Existant
SCT (GICA)	Tébassa (Elma Labiod)	Public		500000	Existant
SCHB (GICA)	Constantine (Hamma Bouziane)	Public	Pouzzolane	1000000	Existant
ECDE (GICA)	Chlef(Oued Sly)	Public	Calcaire	4000000	Encours D'extension
SCAEK (GICA)	Sétif (Ain Kebira)	Public	Pouzzolane	3000000	Encours D'extension
HCC (SASACE+ PCC)	M'sila (Maghra)	Privé DZ + Privé Etranger		2200000	En travaux 2015-2017
Biskra ciment	Biskra (Branis)	Privé DZ		1000000	En travaux
SCIZ (GICA+ASEC)	Mascara (Zahana)	Public + Privé Etranger	Pouzzolane	1200000	Extension Prévue
SCMI (GICA+ LAFARGE)	Blida (Meftah)	Public + Privé Etranger	Tuf - Calcaire	1200000	Extension Prévue
SCSEG (GICA+BUZZI Unicem)	Bouira (Sour Egozlan)	Public + Privé Etranger	Tuf - Calcaire	1000000	Extension Prévue
SCBS (GICA+Pharaon)	Ain T'émouchent (Bani Saf)	Public + Privé Etranger	Pouzzolane	1200000	Extension Prévue
SCS (LAFARGE+SAGR EMAC)	Oum EL Bouaghi (Sigus)	Privé DZ + Privé Etranger		2000000	Projet
GICA	Béchar (Beni Zireg)	Public		1000000	Projet
GICA	Tamanrasset (Insalah)	Public		500000	Projet
GICA	Relizane (Gellel)	Public		2000000	Projet
GICA	Elboyadh (L.S.Cheikh)	Public		500000	Projet
GICA	Illizi (Illizi)	Public		250000	Projet
Biskra (Djemourah)	Privé DZ + Privé Etranger			2700000	Projet 2014-2016
CTIEC +..	Adrar (Adrar)	Privé Etranger+..		1500000	Projet
Groupe ETRHB	Relizane (Yellel)	Privé DZ		6000000	Projet 2016
Cerital	Constantine (Elkhroub)	Privé DZ		8000000	Projet

Tableau I.11 : Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes [10]

I.6 : Normalisation des ciment :

La normalisation est un outil majeur d'ouverture des marchés et un mode de preuve de conformité privilégié aux services des économies national et international.

Présentation des nouvelles normes

NF EN 197 – 1 NA 442

6.1:Type des ciment :

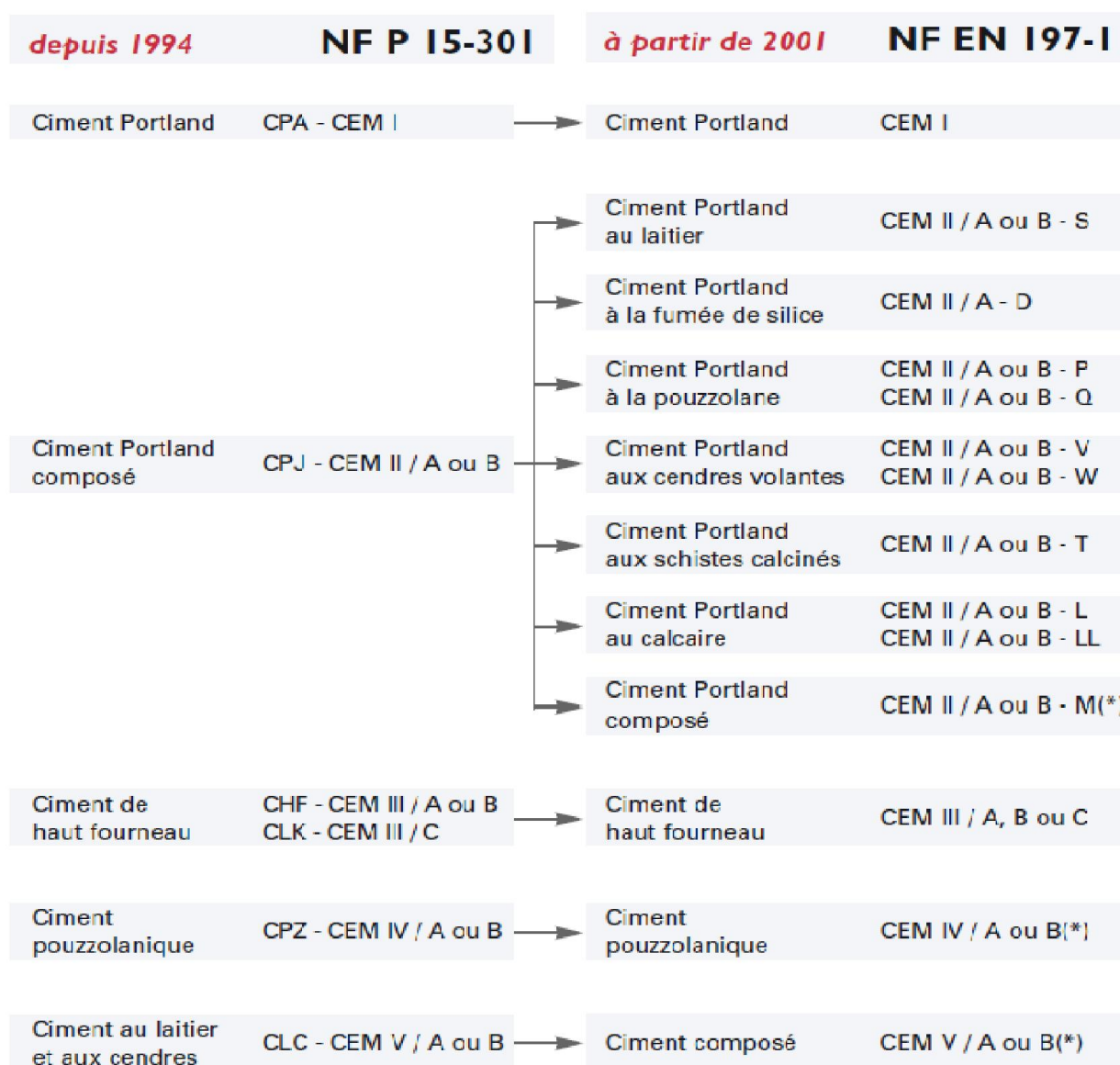


Tableau I.12 : Principales catégories de ciment

avec:

L : calcaire T 0°C <0.50 % en masse.

LL : calcaire T 0°C <0.20 % en masse.

S : laitier granulé de haut fourneau.

W : cendre volante calcique.

V : cendre volante calcique.

T : schiste calciné.

Q : pouzzolane naturelle calcinée.

P : pouzzolane naturelle .

D :fumée de silice.

- Caractéristiques complémentaires NF – liants hydrauliques :

PM : ciment pour travaux à la mer Norme NF P 15 -317 .

ES : ciments pour travaux en eaux à haute teneur en sulfates Norme XP P 15 - 319 .

CP 1 ou **CP2** : ciment à teneur en sulfates limitée pour béton précontrainte
Norme NF P 15 – 318 .

Classe de résistance à court terme (2 ou 7 jours) :

N : résistance à court terme ordinaire .

R : résistance à court terme élevée [11] .

CLASSES DE RÉSISTANCE DES CIMENTS							
Classes	Résistance à la compression en MPa						
	Résistance au jeune âge		Résistance courante		Valeurs minimales garanties		
	2 jours	7 jours	28 jours		2 jours	7 jours	28 jours
32,5 N	.	≥ 16	≥ 32,5	≤ 52,5	.	14	30
32,5 R	≥ 10	.	≥ 32,5	≤ 52,5	8	.	30
42,5 N	≥ 10	.	≥ 42,5	≤ 62,5	8	.	40
42,5 R	≥ 20	.	≥ 42,5	≤ 62,5	18	.	40
52,5 N	≥ 20	.	≥ 52,5	.	18	.	50
52,5 R	≥ 30	.	≥ 52,5	.	28	.	50

Tbleaux I.13 : Classes de résistance des ciment

3^{ème} Partie Hydratation du ciment Portland

Comme le ciment portland est un mélange hétérogène de plusieurs composés, son processus d'hydratation est un ensemble de réactions simultanées des substances anhydres avec l'eau ; Tous les composés ne réagissent pas de la même manière: les aluminates sont réputés pour réagir plus rapidement que les silicates . C'est pourquoi la rigidité (perte de consistance) et la prise caractéristiques à la pâte de ciment portland sont généralement attribuées aux réactions des aluminates, alors que les silicates, constituant près de 75% du ciment ordinaire, jouent un rôle prépondérant dans le durcissement initial (taux de développement de résistance) du matériau .

I.7.1 : Mécanisme d'hydratation du ciment portland :

Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau , une réaction exothermique instantanée se produit avec un fort dégagement de chaleur(figure 1.27) ; cette période de "pré-induction" est de courte durée . Elle est suivie d'une période de relative inactivité appelée "période dormante" au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible mais jamais nul ; La durée de cette période varie entre 2 et 8 heures .

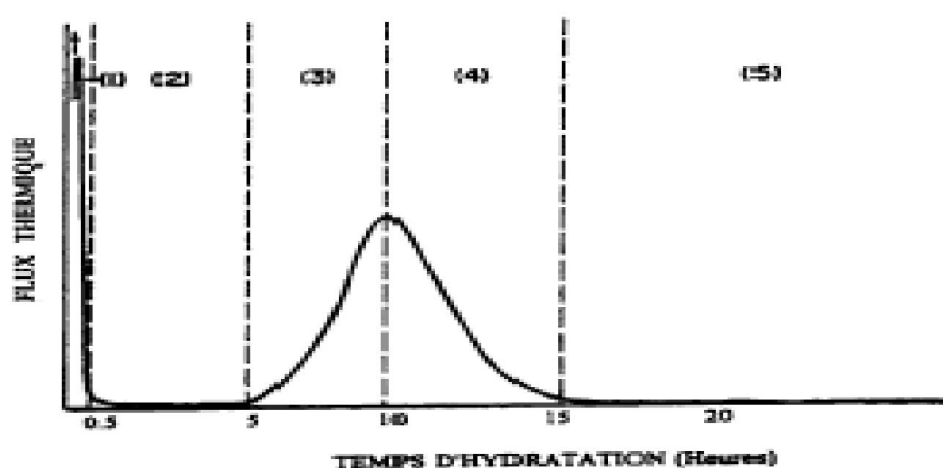


Figure1.27 : Flux d'hydratation du ciment portland

La période dormante est très importante quant à l'ouvrabilité (maniabilité) des bétons et mortiers car à la fin de cette période s'amorce la prise du ciment . Une forte libération de chaleur

(2ème pic) suit la fin de la période dormante et correspond à la "période d'accélération" associée au début de prise et de durcissement du ciment . Certains ciments montrent un (3ème pic) après 20 heures d'hydratation . La plupart des chercheurs sont d'accord sur la période de pré-induction, mais les échanges réactionnels qui s'effectuent pendant la période dormante, de même que la cause de la fin de cette période sont toujours sujet à controverses .

La durée de la période dormante est influencée par une variété de facteurs dont la température, les imperfections cristallines des minéraux, la taille des grains et le rapport E/C.

I.7.1.1: Hydratation des silicates :

L'hydratation des silicates tricalcique C_3S et bicalcique C_2S produit une famille d'hydrates de structure semblable mais de rapport C/S très variable; il en est de même pour la teneur en eau combinée. La stœchiométrie de ces composés est mal connue, leur structure varie avec la température, les proportions du mélange initial rapport E/C et l'âge d'hydratation [12] .

7.1.1.1 -Hydratation du silicate tri calcique C_3S :

L'hydratation des silicate produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de calcium ;la réaction du C_3S avec de l'eau est la suivante :

Les réactions d'hydratation complètes des pâtes de C_3S et C_2S seraient:



Où CSH représente le $3CaO.2SiO_2.3H_2O$ (le silicate de calcium hydraté) et CH représente le $Ca(OH)_2$ portlandite.

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C_3S sont :

- les silicate de calcium hydratés 4CSH qui occupent entre 60 et 70 % du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée ., ils ont une structure en feuillets formés de cristaux très petits et mal cristallisés .la surface spécifique est très élevée (100 – 700 m²/g) .
- L'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est l'hydroxyde de calcium CH (ou portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée .

la portlandite a une morphologie hexagonale prismatique ; elle participe peu au développement de la résistance . En fait , la présence de la portlandite peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfaté [5] .

Quand le C3S est mélangé à l'eau, à la température ambiante, la réaction se complète en plus d'un an selon sa finesse. Il est maintenant admis que deux types de réactions se produisent

- 1/ Une réaction en solution où les réactifs se dissolvent pour donner des ions en solution, qui vont se combiner pour former par précipitation de nouveaux produits.
- 2/ Une réaction topo chimique qui se produit à la surface du solide anhydre sans passage en solution des réactifs.

* Le mécanisme d'hydratation du C₃S se subdivise en 4 principales étapes:

- 1/ Une dissolution des grains de C₃S; Dès son contact avec l'eau Ca²⁺ passe en solution.
- 2/ Une période dormante de relative inactivité.
- 3/ Une période d'accélération correspond à un dépôt de C-S-H dans les espaces intergranulaires et une cristallisation de Ca(OH)₂.
- 4/ Une période de décélération consécutive à l'entassement des produits d'hydratation qui diminue la porosité du système [12] .

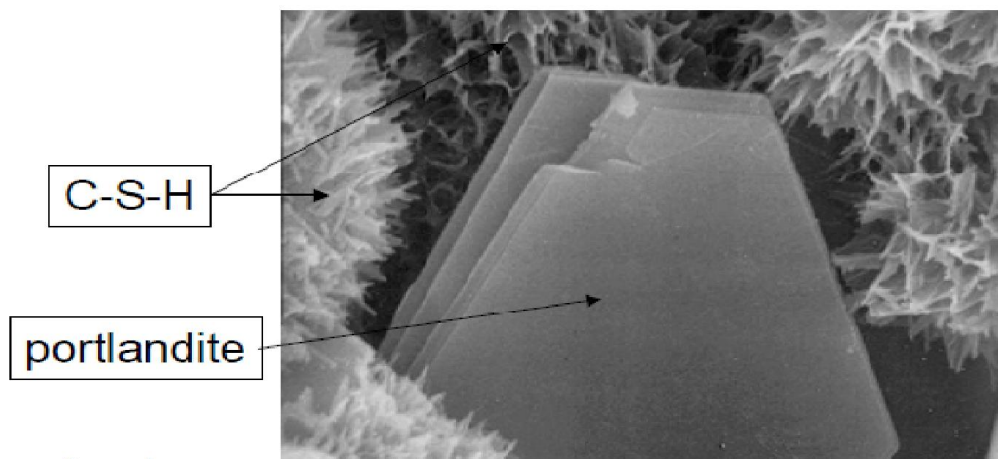


Figure I.28 : Microscopie Electronique a Balayage de C-S-H et portlandite

7.1.1.2 - Hydratation du silicate bicalcique C_2S :

Une fois hydraté C_2S donne aussi des CSH la réaction est donnée par :



Les études calorimétriques ont montré des résultats semblables à ceux de l'hydratation de C_3S mais avec moins de libération de la chaleur. Selon des calculs de stœchiométrie ; l'hydratation de C_3S produirait 61% de gel de CSH et 39 % de CH alors que l'hydratation de C_2S produirait 82% de gel de CSH et seulement 18 % de CH, donc une quantité plus élevée de C_2S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C_3S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée [5]

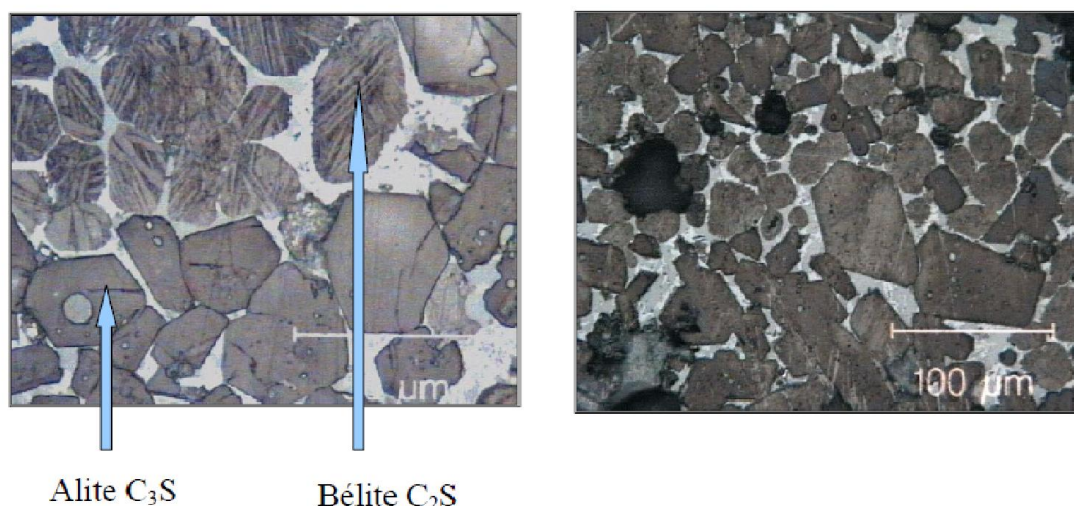
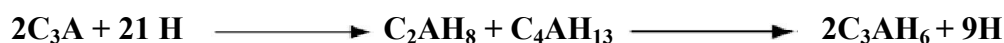


Figure 1. 29 :Image de clinker en microscope optique(section polie) .

I.7.1.2 : L'hydratation des aluminates

I.7.1.2.1- Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A :

Les aluminates réagissent immédiatement avec l'eau. Les hydrates cristallins tels que le C_4AH_{13} et C_2AH_8 sont formés rapidement avec libération d'une grande quantité de chaleur. Leur formation génère un raidissement de la pâte, si cette réaction n'est pas freinée, le ciment ne serait pas utilisable pour la plupart des travaux de construction. C'est pourquoi on utilise le gypse (comme source de sulfate) qu'on ajoute lors du broyage, pour inhiber l'hydratation des aluminates. En absence de gypse les aluminates réagissent avec l'eau comme suit:

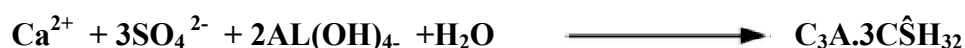


À température ambiante, les deux hydrates hexagonaux C_2AH_8 et C_4AH_{13} subsistent pendant 24 heures ou plus. Avant de se transformer en C_3AH_6 cubique. En présence de la chaux, seul le C_4AH_{13} est formé et reste stable à température ambiante :



C'est cette réaction qui est la principale cause de la prise éclair des pâtes de ciment portland quand il y a peu ou pas de gypse. En présence de gypse et de chaux, comme c'est le cas dans les pâtes de ciment, l'eau dissout une certaine quantité de $CaSO_4$ et de chaux pour former une solution alcaline de sulfate de calcium.

Une réaction entre le sulfate de calcium en solution et les ions aluminates résultant de la dissolution du C_3A se produit pour former l'ettringite ($C_3A \cdot 3C\hat{S}H_{32}$) selon la réaction :



Une fois tout le gypse consommé, ou s'il n'en reste pas assez pour former de l'ettringite, il y a beaucoup d'hydroxyde de calcium provenant du CaO libre et des phases silicates qui réagit avec ettringite pour produire le mono sulfate selon la réaction:



Tant qu'il y a encore du C_3A anhydre, le C_4AH_{13} continue à se former et le produit final de l'hydratation du C_3A du ciment est le mono sulfate [12].

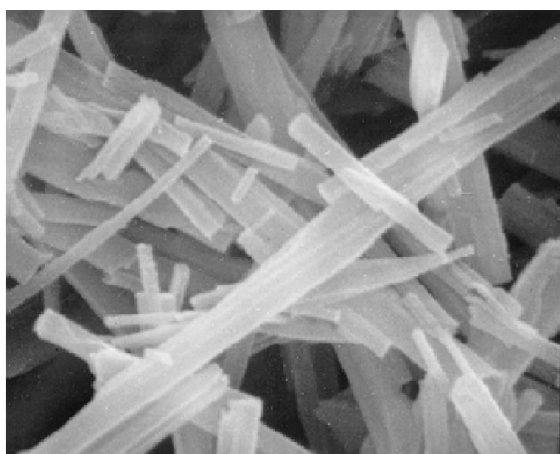


Figure I.30: Aiguilles d'ettringite (MEB 10000x)

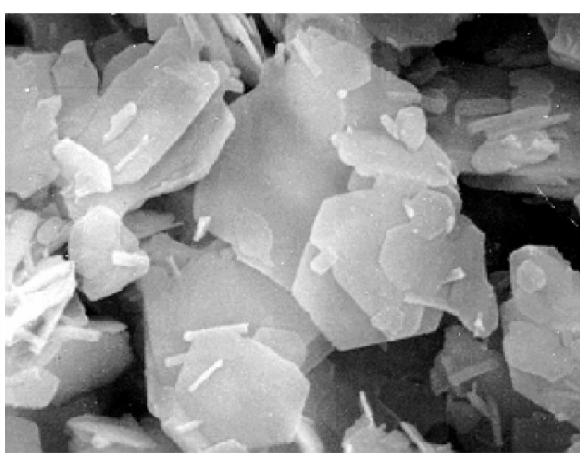
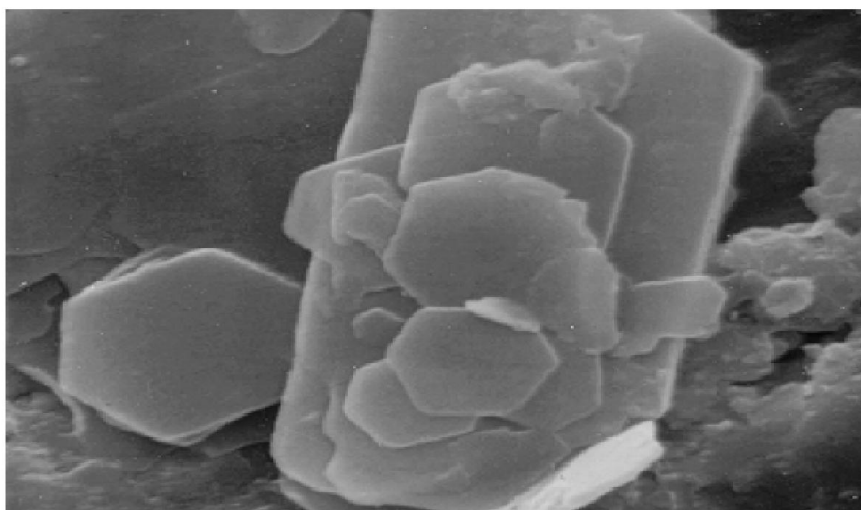


Figure I.31: cristaux hexagonaux de Monosulfo aluminates

Figure I.32: cristaux de C₄AH₁₃

I.7.1.2.2 - Hydratation de l'alumino ferritetétracalcique C₄AF :

Le C₄AF réagit avec le gypse avec un mode semblable que celui de C₃A , mais dans ce cas la réaction est beaucoup plus lente , dans la première étape de la réaction ,le C₄AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec excès de C₄AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate .

Ces sulfoaluminate occupent environ 15 – 20% du volume de solides dans la pate ; la réaction du C₄AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance . l'hydratation des aluminate est de grande importance pratique parce qu'il affectent les propriétés de prise du ciment [5] .

I.8 : Produit hydratation [18] :

Nom	Composition	Formule
Silicate tricalcique	(CaO)3SiO ₂	C ₃ S
Silicate bicalcique	(CaO)2SiO ₂	C ₂ S
Aluminate tricalcique	(CaO)3Al ₂ O ₃	C ₃ A
Aluminoferriite tétracalcique	(CaO)4Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	C ₄ AF
Gypse	CaSO ₄ (H ₂ O) ₂	CS H ₂

Tableaux I.14 : phases du ciment anhydres [13]

Nom	Composition	Formule
Portlandite ou hydroxyde de calcium	Ca(OH)_2	CH
Silicate de calcium hydraté	$(\text{CaO})_x\text{SiO}_2(\text{H}_2\text{O})_y$	CSH
TSA ou ettringite	$[\text{Ca}_3\text{Al(OH)}_6]_2, 3\text{SO}_4, 26\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_3\text{A}(\text{CS})_3\text{H}_{32}$
MSA	$[\text{Ca}_2\text{Al(OH)}_6]_2, \text{SO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_3\text{ACS}\text{H}_{12}$
Aluinate bicalcique hydraté	$(\text{CaO})_2\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_8$	C_2AH_8
Hydrogrenat	$(\text{CaO})_3\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_6$	C_3AH_6
Aluminae tétracalcique hydraté	$(\text{CaO})_4\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_{13}$	C_4AH_{13}

Tableaux I.15: phases du cimentaire hydratées [13]

4^{eme} Partie A avancement hydratation

L'avancement de l'hydratation se traduit par une évolution progressive de la structuration de la pâte de ciment. L'évolution physique est essentiellement due à la variation de la taille et de la fraction volumique des pores, tandis que l'évolution chimique est caractérisée par l'évolution des phases en présence (consommation progressive du clinker et formation des hydrates).

I.9.1 : Evolution de l'hydratation : le degré d'hydratation :

Le degré d'hydratation caractérise l'évolution de la réaction d'hydratation et l'évolution du matériau dans le temps (de la phase fluide vers une phase solide). Il peut être défini comme le rapport entre la masse de ciment ayant réagi à l'instant t et la masse de ciment anhydre à l'origine. La quantification des anhydres à l'instant t permet d'obtenir expérimentalement cette évolution.

Néanmoins le calcul de la quantité d'hydrates formés se révèle rapidement fastidieux et complexe.

Des méthodes de mesures indirectes basées sur l'exploitation des conséquences principales de l'hydratation à savoir le dégagement de chaleur, la consommation d'eau et l'évolution des propriétés mécaniques (essentiellement à partir de la résistance en compression), ont donc été développées (d'autres techniques existent comme l'évolution du retrait chimique, la quantité de

cristaux de portlandite formés, l'évolution de la surface spécifique mais sont utilisées moins couramment). Ces méthodes sont basées sur la détermination de l'évolution du degré d'avancement de la réaction d'hydratation pondérée par le degré d'hydratation final.

a. Evolution du degré d'avancement à partir de la chaleur dégagée :

En considérant l'hydratation comme une réaction globale, l'évolution du degré d'avancement de la réaction d'hydratation peut être définie comme le rapport entre la quantité de chaleur dégagée à l'instant t ($Q(t)$) et la chaleur totale dégagée en fin de réaction ($Q(t=\infty)$):

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q(t = \infty)}$$

Les essais calorimétriques de type adiabatique (à défaut semi-adiabatique) ou isotherme permettent la mesure de la quantité de la chaleur dégagée au cours du temps.

La chaleur massique totale peut également être estimée à partir des chaleurs massiques de chacune de ses phases.

Phase du ciment	Chaleur massique d'hydratation q_i (J/g)
C ₃ S	510
C ₂ S	260
C ₃ A	1100
C ₄ AF	410

Tableau I.16 : Chaleurs massique d'hydratation des différentes phases du ciment

b. Evolution du degré d'avancement à partir de la quantité d'eau liée chimiquement

D'après Powers et Brownyard, quel que soit le stade d'avancement de la réaction, la quantité d'eau liée chimiquement dans une matrice cimentaire est proportionnelle à la quantité des hydrates formés. Ainsi, on peut définir le degré d'avancement de la réaction d'hydratation comme le rapport entre la quantité d'eau liée chimiquement à l'instant t ($W_{eau}(t)$) et la quantité d'eau liée en fin de réaction ($W_{eau}(t=\infty)$).

$$\alpha(t) = \frac{W_{eau}(t)}{W_{eau}(t = \infty)}$$

La teneur en eau liée au cours du temps est généralement calculée par la différence des masses d'échantillons soumis à des séchages à 105°C (évaporation des eaux libres et adsorbées) puis à 550°C (évaporation de l'eau liée).

Comme pour la quantité de chaleur totale dégagée, la quantité d'eau chimiquement liée peut être déterminée à partir de la quantité d'eau nécessaire à la réaction de chacune des phases minérales du ciment. Molina [31] a proposé des valeurs de quantité d'eau requise à l'hydratation des anhydres.

A partir de ces quantités, il est donc possible pour chaque type de ciment de proposer une quantité d'eau moyenne nécessaire à l'hydratation complète du liant. Toute fois, ces valeurs nécessite d'être utilisé avec précaution aux vues des grandes variations des quantités d'anhydre au sein d'un même type de ciment [14] .

Type de ciment	CEM I ou CEM II	CEM III/ A	CEM III/ B	CEM III / C	CEM V
Quantité d'eau nécessaire (d'eau / ciment) %	23.5	24	24.5	25	24

Tableau I.17: Quantité d'eau théorique nécessaire à l'hydratation complète du liant [14] .

Les pourcentages ainsi calculés sont ensuite multiplié par la quantité d'eau (en grammes) nécessaire pour l'hydratation d'un gramme de constituant (tableau 1.18) .Au final, nous pouvons calculer la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation complète du ciment notée W_{el} [15] .

Composition de bogue du ciment		Masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète de chaque composant en g	
Phase du ciment	Masse %	Par gramme de composant	Par gramme de ciment Anhydre
C ₃ S	59.76	0.24	0.14
C ₂ S	14.72	0.21	0.03
C ₃ A	7.06	0.40	0.03
C ₄ AF	10.56	0.37	0.04
W_{el}			0.2416

Tbleau 1.18 : Quantité d'eau néssaire pour l'hydratation complète du ciment [15].

C. Evolution du degré d'avancement à partir de la résistance en compression

Les résultats de Byfors [32] et Mindess [33] et montre une relation linéaire entre le degré d'hydratation et la résistance en compression du béton en considérant un seuil de percolation mécanique en deçà duquel la résistance est nulle.

$$\alpha(t) - \alpha_0 = \frac{f_c(t)}{f_c(t = \infty)(1 - \alpha_0)}$$

Où f_c est la résistance en compression et α_0 est la valeur du degré d'avancement pour lequel un chemin d'hydrates est formé conférant ainsi au béton un début de rigidité (seuil de transition liquide solide).

d. Le degré d'hydratation final :

Selon Powers et Brownyard [34] l'hydratation consomme 0,43g d'eau par gramme de ciment (0,22g d'eau chimiquement liée et 0,21g d'eau adsorbée non disponible pour le reste de l'hydratation). Les variations de teneur en eau au sein du matériau vont donc influencer les cinétiques de réactions, pouvant même conduire à l'arrêt des réactions d'hydratation par manque d'eau.

Pour un temps théorique infini et pour des rapports E/C (E étant la masse d'eau et C la masse de ciment de la composition pour 1m³ de béton) supérieur à 0,43, le degré d'hydratation final devrait être égal à 1. Cependant, en raison d'une densification progressive de la couche d'hydrates autour des grains anhydres, l'hydratation n'est jamais complète. Mills [35] propose une équation phénoménologique pour le calcul du degré d'hydratation final:

(e/c : rapport(eau / ciment))

$$\varepsilon_{\infty} = \frac{1.031 \times e/c}{0.194 + e/c}$$

Néanmoins, en comparant ses résultats expérimentaux aux modèles de Powers et Mills, Waller [24] a mis en évidence le fait qu'aucun des deux modèles n'apporte une précision suffisante pour le calcul du degré d'hydratation final (la loi de Powers surestime le degré d'hydratation final alors que celle de Mills le sous-estime). Il a donc proposé une nouvelle fonction relation empirique [14] :

$$\varepsilon_{\infty} = 1 - e^{(-3.3e/c)}$$

I.9.2- Technique d'analyse d'avancement

I.9.2.1- Analyse thermique par thermogravimétre :

La thermogravimétrie consiste à déterminer les changements de masse que subit un échantillon au cours de son chauffage . La technique d'analyse thermique par thermogravimétrie est celle qui décrit la variation de la masse de l'échantillon en fonction de la température lors que celui – ci est chauffé ou refroidi à taux constant dans un environnement donné .

D'une manière générale , pour qu'un système soit justifiable de la thermogravimétrie, il faut que les substances soumises à la pesée continue subissent une variation de masse traduisant l'évolution de ces système .

Lors d'une analyse thermogravimétrique dynamique , l'élévation de température (10°C/min) imposée aux échantillons soumis à la pesée continue , peut par fois atteindre plusieurs centaines de degrés Celsius . Il est alors indispensable que les substances ainsi échauffées ne se volatilisent pas de façon appréciable. Généralement la diminution de la masse d'un échantillon chauffé est due au départ de son eau et à l'émission de CO₂.

I.9.2.2- Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X constitue une bonne technique d'analyse des phases majeures et des hydrates qui se forment lors de l'hydratation du ciment .

Avant d'effectue une diffraction des rayons X des ciments , il faut s'assurer que le matériau est suffisamment broyé en poudre fine de grosseur comprise entre 10 et 30 micromètres ,puis placé dans un porte échantillon ou il offre une face plane au rayonnement .

Chaque cristal ayant des distances de plans réticulaires et des intensités diffusées caractéristiques , elles pourront être utilisées pour son identification . L'interprétation des spectres de diffraction des rayons X est souvent difficile et complexe à cause du chevauchement des pics . En outre , les pics ont par fois subi une translations à la suite de substitution au niveau des réseaux cristallins et de la formation de solutions solides

I.9.2.3- Microscopie électronique à balayage (MEB):

Le microscope électronique à balayage (MEB) , utilise les informations provenant des électrons secondaires et des électrons rétrodiffusés , il comprend quatre parties essentielles à savoir , une colonne ayant un canon à électron , une chambre de l'échantillon , un système de pompage qui permet d'éviter la dispersion et l'absorption des électrons et une unité électronique de contrôle . Son principe est basé sur l'interaction rayonnement matière qui consiste à bombarder un faisceau d'électrons sur une cible (matière) .

Suite à cette interaction , plusieurs types de signaux et d'électrons sont émis par l'échantillon :

- **Les électrons secondaires** : Ils permettent de sélectionner facilement des grossissements allant de 20 X à 10000 X , pour observer des fractures ou des sections polies de clinker avec une profondeur de champ beaucoup plus grande que celle du microscope optique , créant ainsi un effet tridimensionnel .
- **Les électrons rétrodiffusés** : La technique de l'image en électrons rétrodiffusés utilise un autre type d'électrons émis par l'échantillon proportionnellement à son numéro atomique Z. Dans le domaine des ciments, l'image en électrons rétrodiffusés sert surtout à l'étude de la matrice interstitielle.
- **Rayon X** : La microanalyse X est un moyen d'analyse microstructurale très utile, en utilisant cette technique conjointement avec le microscope optique, on peut identifier aussi bien des phases majeures que les composés mineurs du clinker ou du coulis de ciment.

I.9.2.4- Calorimétrie :

(E/C) , la taille particules et la composition , l'intensité de chaleur libérée varie en fonction du temps. L'hydratation du ciment portland est un processus exothermique .Selon la température , le rapport eau / ciment mps .

L'analyse calorimétrique est utilisée pour déterminer la chaleur d'hydratation d'un matériau hydraulique plus l'intensité de la réaction chimique sera élevée , plus la chaleur dégagée sera importante c'est ainsi que le degré d'hydratation pourra indirectement être déterminé en mesurant la variation de température causée par la chaleur libérée .

La mesure du flux thermique renseigne sur la vitesse d'hydratation, il permet d'estimer la cinétique d'hydratation ce qui nous aide à prédire les principales actions chimiques lors qu'on l'utilise conjointement avec d'autres techniques expérimentales [12].

Conclusion :

Le ciment est un produit moulu du refroidissement du clinker qui contient un mélange de silicates et d'aluminates de calcium porté à 1450 °C, température de fusion. L'utilisation des ajouts cimentaires fait actuellement partie des développements les plus récents dans la production du ciment, car leurs utilisations apportent une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires (mortier).

D'autre part leurs utilisations ont pour objectifs de réduire la consommation de clinker, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes liés à l'environnement.

Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau et par ce que cette hydratation transforme la pâte liante, qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau.

La réaction d'hydratation du ciment combine les réactions d'hydratation des principaux composants du clinker et, éventuellement celles de ses composants secondaires.

Cependant les réactions sont plus complexes du fait des interactions chimiques et thermiques qui se produisent au cours du processus d'hydratation et du fait des impuretés présents dans la solution solide qui influencent beaucoup l'hydratation de chaque phase. L'avancement de l'hydratation du ciment peut être déterminé par différentes mesures : la quantité Ca(OH) dans la pâte, la chaleur dégagée par l'hydratation, la densité de la pâte, la quantité d'eau combinée chimiquement, la quantité de ciment non hydraté présent (en utilisant l'analyse quantitative par rayons X) et, d'une manière indirecte, à partir de la résistance de la pâte ciment hydratée, les techniques de thermogravimétrie et de balayage par diffraction continue de rayon X sur des pâtes humides des en cours d'hydratation peuvent être utilisées pour l'étude de toutes les réactions.

Chapitre II : Le gypse

INTRODUCTION :

Lors de l'étude de la réaction d'hydratation des matériaux cimentaires, on fait référence à de nombreux processus chimiques et physiques, faisant intervenir tous les composés du ciment. Le clinker en est le composé majoritaire lorsqu'on s'intéresse à un ciment Portland; mais, du gypse est également introduit lors de sa fabrication afin de réguler la prise.

Le gypse ou sulfate de calcium dihydraté de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, et l'anhydrite forme anhydre CaSO_4 sont des minéraux fréquents dans certaines formations géologiques.

Le gypse et l'anhydrite forment des couches parfois très épaisses stratiformes et régulières ou lenticulaires. Présentes dans la plupart des grands bassins sédimentaires des cinq continents ces couches sont généralement très déformées par la tectonique quand elles sont en bordure des chaînes de montagnes ou intégrées dans celles-ci.

Exploité depuis l'antiquité sur le pourtour méditerranéen pour la construction ou l'art et la décoration, ces produits minéraux naturels ont actuellement de nombreuses utilisations industrielles dans le monde entier.

L'exploitation du gypse se fait généralement par gradins en carrières à ciel ouvert, après décapage des terrains de recouvrement, plus rarement en galeries quand les contraintes géologiques ou environnementales ne permettent pas l'ouverture de carrière.

L'anhydrite est exploitée en galeries, car on ne la trouve qu'à partir d'une certaine profondeur.

Le gypse peut être utilisé cru, sous forme broyée plus ou moins finement, comme adjuvant aux ciments, en agriculture pour l'amendement, et quand il est pur comme charge minérale et comme matière première pour la chimie.

Ces secteurs représentent environ 20% de la consommation totale.

Le gypse est acheminé vers un concasseur qui le réduit en blocs. Ceux-ci sont généralement transportés jusqu'à l'usine par un convoyeur à bande ou par fois par camion.

Les blocs de gypse extraits des carrières sont fragmentés en morceaux de plus en plus petits par des passages dans divers concasseurs à mâchoires, à cylindres ou à percussions. Pour réduire ensuite le grain des pierres obtenu par concassage, on procède à un broyage primaire à l'aide de broyeurs à percussion ou à marteaux oscillants.

Le concassage-Broyage est suivi d'un classement des grains selon leur grosseur, qui s'effectue à l'aide de cribles ; Le produit du concassage est stocké dans de grands hangars ou cellule en attendant de traitement . Le gypse peut être utilisé cru , sous forme broyage plus ou moins finement , comme ajout aux ciment [16] .



Figure II.1: Exploitation à ciel ouvert



Figure II.2 : Exploitation souterraine

II.1- Minéralogique caractéristique physique et chimique :

Le gypse et l'anhydrite sont des sulfates de calcium de formule chimique à l'état pur :

- Gypse (sulfate de calcium dihydraté) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: (CaO : 32.6% ; SO_3 : 46.5% ; H_2O : 20.9%) .
- Anhydrite CaSO_4 : (CaO : 42.2% ; SO_3 : 58.8%) .

Ces minéraux , fréquemment associées ,sont communs dans la nature surtout dans les formation géologiques sédimentaires .ils ont des presentation de forme de structure de cristallisation et de couleurs très variables selon leurs condition de genés et les impureté qu'ils contiennent .

Connus des l'antiquite dans le bassin méditerranéen l'anhydrite et surtout le gypse ont été exploités par l'homme pour la fabrication de plâtre à des fins decorative et pour la construction

dont celle des pyramides en Egypte et de temples en Grèce. L'albatre forme microcristalline de gypse a été également employé pour sculpter des objets d'art et des statues.

En France le gypse a été utilisé dès l'époque romaine, puis assez constamment par la suite, parfois pour des usages très spéciaux, comme par exemple le moulage en série de sarcophages au temps des Mérovingiens.

Le gypse est un minéral tendre dans l'échelle de Mohs de dureté de 1.5 à 2 (selon la face cristalline) sur les 10 degrés que comporte cette échelle. Il est soluble dans l'eau (1.75 g/L à 0°C; 2.1 g/L à 38 °C ; et 1.69 g/L à 100°C); avec augmentation de solubilité dans l'eau salée.

Sa couleur est très variable, blanc, beige, gris, jaune, rouge...etc...selon les impuretés [16].

Phase	CaSO ₄ , 2H ₂ O	CaSO ₄ , 1/2 H ₂ O	CaSO ₄ 1/2H ₂	CaSO ₄ III	CaSO ₄ II
Désignation	Sulfate de Calcium dihydraté, gypse	Sulfate de calcium semi-hydrate plâtre	Semi-hydrate plâtre	Sulfate de calcium anhydrite soluble, Anhydrite III	Anhydrite naturelle, Anhydrite II
Teneur en eau %	20.92	6.2	6.2	0	0
Masse Volumique g/cm³	2.31	2.67	2.62 à 2.64	2.58	2.93 à 2.79
Volume moléculaire	74.5	52.4	55.2	52.8	42.4 à 45.8
Système cristallin	Mono-clinique	Rhom-boédrique	Rhom-boédrique	Hexagonal	Rhom-boédrique
Stabilité	Stable	métastable	métastable	métastable	Stable
Préparation			Voie humide	Voie sèche	

Tableau II.1 : les différentes phases du système CaSO₄- H₂O et leurs caractéristiques physico-chimiques [16]

L'hydratation du ciment est un phénomène complexe accompagné des réactions chimiques. L'influence de la minéralogie des phases du ciment a été étudiée dans le chapitre précédent, l'effet de l'incorporation du gypse sera abordé dans ce chapitre.

L'étude des sulfates de calcium ajoutés se trouvent à différentes formes (anhydrite, hemihydrate ou gypse), et d'atteindre une quantité optimale de SO_3 pour contrôler la prise du ciment sans créer une expansion.

L'influence des sulfates sur la rhéologie de pâte de ciment ne dépend pas uniquement sur les quantités présentes dans le clinker, mais de la forme des sulfates présents.

D'autre part, les quantités d'alcalins provenant des formes des sulfates alcalins influencent l'hydratation initiale du ciment. Leur effet diffère de celui des alcalis incorporés dans les phases silicates et aluminates du ciment;

II.2- Différentes formes de sulfates :

Deux principaux groupes sont à distinguer

Les sulfates de calcium :

- Gypse de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- Hemihydrate de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.
- Anhydrite soluble de formule CaSO_4 .

Les sulfates alcalins :

- Le sulfate double de potassium et de calcium: La langbeinite de calcium de formule $2\text{CaSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$.
- Le sulfate double de potassium et de sodium: L'aphtitalite de formule $3\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Na}_2\text{SO}_4$.
- La syngénite de formule $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. [12].
- Arcanite K_2SO_4 .

II.3- Le rôle des sulfates dans l'hydratation du ciment :

Le ciment portland majoritairement composé des phases silicates (silicate tricalcique C_3S et bicalcique C_2S) et de phases aluminates (aluminate tricalcique C_3A et alumino ferrite tétracalcique C_4AF), qui forment le clinker au quel on ajoute de sulfate de calcium sous forme de sulfates de calcium dihydratés ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), ce mélange de phases finement broyé et mis au contact de l'eau permet d'obtenir un matériau qui fait prise et développe des résistances mécaniques au cours du temps.

Le choix de l'optimum de sulfate est un compromis pour de bonnes propriétés mécaniques de 1 à 28 jours .

Ajout de sulfate de calcium au clinker , destiné à réguler la réactivité de l'aluminate tricalcique C₃A , en quantité et en qualité , est un paramètre majeur [17] .

Pour remédier à ce phénomène de fausse prise, les cimentiers incorporent une source de sulfates par l'intermédiaire du gypse. Si cette quantité est bien dosée, ce gypse réagit avec les aluminates pour former des hydrates de sulfoaluminate de calcium : le trisulfoaluminate de calcium, aussi connu sous le nom d'ettringite et le monosulfoaluminate de calcium .

La précipitation d'ettringite, plus tardive dans le processus d'hydratation, se fait au détriment des hydrates C₄AH_n, et permet donc aux silicates de s'hydrater "librement".

Réaction d'hydratation du C₃A en l'absence de gypse :



L'équation bilan de l'hydratation de l'aluminate tricalcique C₃A en présence de gypse donne :



Après un moment , cette ettringite formée se dissout partiellement pour former du monosulfoaluminate de calcium.



La réaction d'hydratation du C₄AF en l'absence de gypse donne le même produit :



la réaction d'hydratation du C₄AF en présence de gypse donne aussi les mêmes produits : [18].



II.4- Rôle l'ajout de sulfate de calcium sur l'hydratation du C₃S :

Le gypse ne donne pas lieu à une accélération précoce de l'hydratation du C₃S mais augmente la quantité d'hydrate formée pendant la période d'accélération de l'hydratation .

Ce qui concerne les propriétés mécaniques , en présence de sulfate de calcium l'augmentation du degré d'hydratation à un temps donné a comme conséquence l'augmentation des résistance en compression [17] .

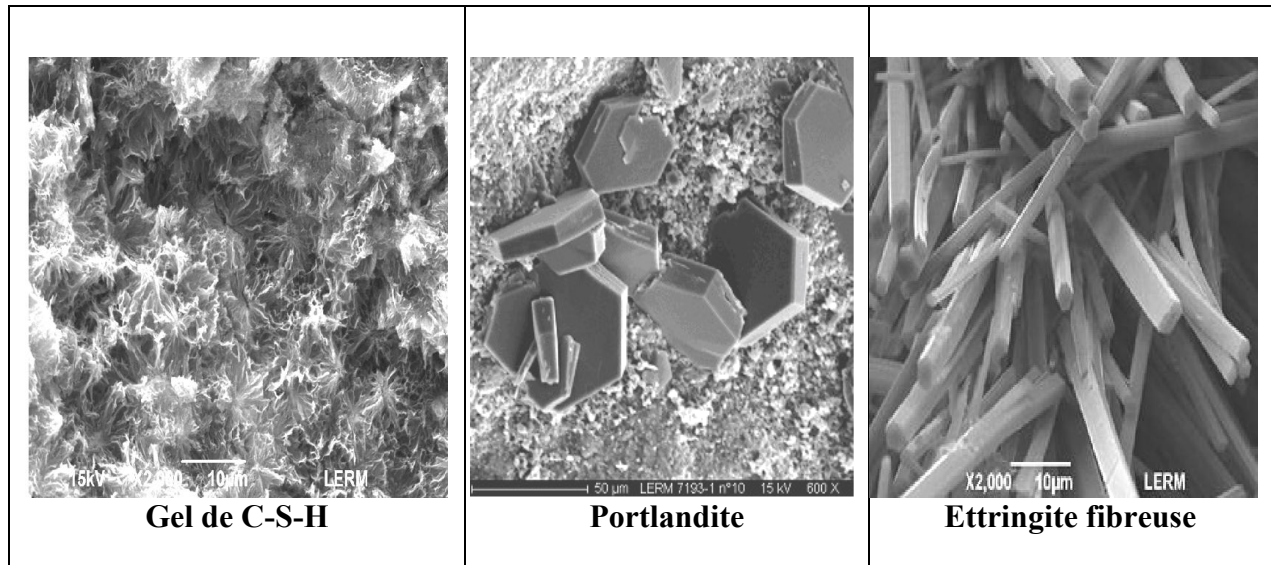


Figure II.3: Produits d'hydratation au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

II.5- Effet des sulfates sur l'hydratation du ciment :

En général les sulfates jouent un rôle important comme régulateur de prise et d'hydratation du ciment ; Leur présence a un effet sur la cinétique et la thermodynamique de l'hydratation du ciment ; Les sulfates réagissent avec les aluminates pour donner de l'ettringite ; Si la quantité d'ions SO_4^{2-} en solution n'est pas suffisante, le C₃A va alors s'hydrater et donner lieu à une prise rapide, tandis que si la concentration en ions sulfates est trop élevée, le gypse va précipiter et donner lieu à la fausse prise.

L'influence des sulfates sur le comportement rhéologique des pâtes de ciment ne dépend pas uniquement des quantités présentes mais de la forme des sulfates présents et surtout de la vitesse de passage des ions SO_4^{2-} en solution dans l'eau de gâchage.

Selon Pierre-Claude Aitcin (1990) [19] les facteurs susceptibles d'influencer la concentration en ions SO_4^{2-} dans la solution interstitielle sont :

- 1/ Le taux de gypse.
- 2/ La finesse de mouture de gypse.
- 3/ L'état final du sulfate de calcium.
- 4/ La solubilité des sulfates apportés par le ciment.

Une partie des sulfates nécessaires aux réactions initiales est souvent dans le clinker sous forme de sulfates alcalins qui passent rapidement en solution. L'autre partie provient du sulfate de calcium ajouté lors du broyage, mais sa dissolution dépend de la forme sous laquelle il est ajouté au clinker.

Lors d'une étude sur la teneur en sulfates dans les ciments, Jelenic et coll. (1977) [20] ont remarqué qu'en fonction du temps d'hydratation, les résistances à la compression se déplacent vers des teneurs plus élevées en SO_3 dans le cas des ciments riches en alcalis, par rapport aux ciments faibles en alcalis; il est prouvé qu'il existe une teneur optimale en SO_3 qui donne un maximum de résistance à la compression à 28 jours sans provoquer une expansion due à un excès de sulfates dans la matrice cimentaire.

Cette quantité optimale dépend de plusieurs facteurs comme la finesse et les quantités d'alcalis et de C_3A du ciment.

* Plusieurs formules ont été proposées pour le calcul du SO_3 optimal: [12]

* **Lerch (1946) a proposé l'équation** [21]

$$\text{SO}_3 \text{ Opt} = 0,093 \cdot \text{C}_3\text{A} + 1,71 \cdot \text{Na}_2\text{O} + 0,94 \cdot \text{K}_2\text{O} + 1,23$$

***Haskell (1959) a obtenu la régression suivante** [22]

$$\text{SO}_{3\text{opt}} = 0.095 (\text{C}_3\text{A}) + 1.6364 (\text{Na}_2\text{O}) + 1.841$$

***Une corrélation similaire a été obtenue par Meissner (1950) [23]**

$$\text{SO}_{3\text{opt}} = 0.1149 (\text{C}_3\text{A}) + 1.872 (\text{Na}_2\text{O}) + 0.789$$

II.5.1- Effet des sulfates sur l'hydratation des aluminates :

Skalny et Young [25] ont montré qu'une faible teneur en sulfate retarde l'hydratation des aluminates sans précipiter l'ettringite. Bien que la formation d'ettringite soit le premier étape de l'hydratation du C₃A ils suggèrent que l'adsorption des sulfates sur la surface du C₃A est un facteur important.

Jawed et coll [26] ont reporté que l'hydratation du C₃A et du C₄AF dans une solution saturée en gypse est retardé Le ferroaluminate est très fortement affecté, l'ettringite se forme initialement sur la surface du C₄AF, une chute de concentration des sulfates dans la solution engendre la formation de monosulfoaluminate et l'hydratation accélérée de la ferrite.

Récemment **J. Havlica et D. Roztockà (1993)** [27] ont étudié la cinétique d'hydratation dans le système C₃A-CaSO₄-Ca(OH)₂-H₂O et CaO. Al₂O₃-CaSO₄-Ca(OH)₂-H₂O il ont trouvé que l'augmentation des ions calcium dans la structure des aluminates cause une augmentation du pH et diminue la dissolution de cette phase, ce qui influence le degré d'hydratation des aluminates.

Après une étude microstructural de sur l'hydratation des aluminates en présence de gypse et d'hydroxyde de sodium, **E.Y. Ghorab et coll** [28] ont reporté que de larges cristaux de portlandite sont presque les seuls hydrates spontanément produits et que la période d'accélération de la courbe calorimétrique correspond à la formation d'ettringite .

II.5.2- Effet des sulfates sur d'hydratation des C₃S :

Des études sur l'hydratation des alites en présence de gypse ont montré que le sulfate de calcium accélère l'hydratation du C₃S, **Copeland et Kantro** [29] reportent que l'hydratation à 1 jour est indépendante du degré de "gypsage", mais, à long terme 1 à 1,5% de SO₃ donne le degré d'hydratation maximum. **Bentur** [30] lui aussi a reporté que la résistance à la compression et le degré d'hydratation des C₃S jusqu'à 48 heures sont indépendants du pourcentage de gypse introduit.

Jawed et Skalny ont fait des études sur l'hydratation initiale des C₃S en présence de gypse, ils ont fini par conclure que la présence de SO₃ favorise la dissolution des C₃S durant la première étape d'hydratation. le C-S-H peut inclure des ions sulfates [12] .

II.6- Etat de connaissance sur l'optimum de sulfatage :

Un sulfate optimum est généralement réalisé pour chaque ciment , il correspond à une échéance donnée à la variation des résistances en compression avec le taux de sulfate qui passe par un maximum , ce maximum de résistance se décale vers les plus hautes teneurs en SO_3 avec le temps d'hydratation ; le choix de l'optimum de sulfatage est un compromis pour de bonnes propriétés mécanique à 1 et a 28 jours . diverses études on été réalisées pour tenter de déterminer les origines de l'optimum de sulfatage .

Deux hypothèse ressortent l'optimum de sulfatage de à un effet cinétique (lerch) et ou à un effet microstructural (Hawkins) .

L'hypothèse cinétique suppose que l'optimum de sulfatage s'observe lorsqu'il y a simultanément entre le pic d'accélération d'hydratation des silicates et le pic de dissolution des aluminates précipitation des AFm , consécutive à la fin de consommation des sulfates .

Compte tenu de la fort exothermicité de l'hydratation du C3A en AFm , la simultanité de ces phénomènes serait susceptible de thermo-activer l'hydratation des phases silicates et d'améliorer les résistances mécaniques du fait de l'augmentation du degré d'hydratation à une échéance donnée. Dans le cas ou la quantité de sulfate introduite dans le système est inférieure à la quantité optimale , on dit que de calcium intervient avant le pic d'accélération de l'hydratation de l'alite (figure 4) , la pâte se raidit et n'est plus malléable , l'ajout de sulfate de calcium permet de rendre la pate malléable .

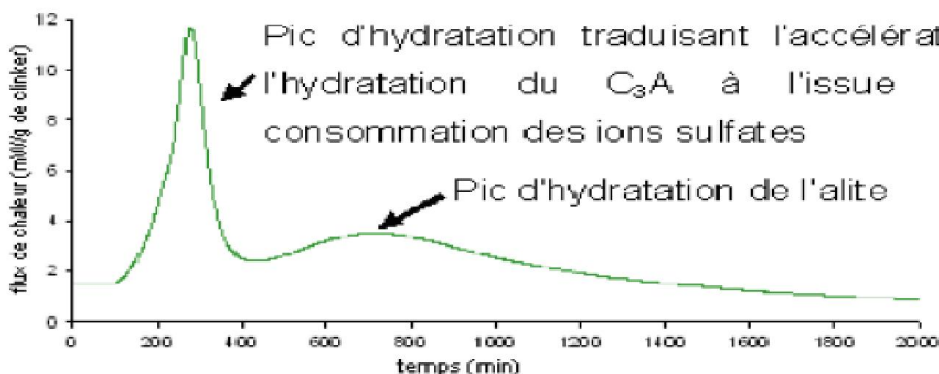


Figure II.4 : Evolution du flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sous sulfatage , le pic d'hydratation de C_3A en AFm intervient ici avant l'accélération de l'hydratation de l'alite .

Dans le cas où le pic d'hydratation du C_3A en présence de sulfate de calcium et le pic d'accélération de hydratation du C_3S sont simultanés (figure 5), la chaleur dégagée par l'hydratation du C_3A thermes activerait l'hydratation du C_3S et ainsi améliorerait les résistances mécanique .

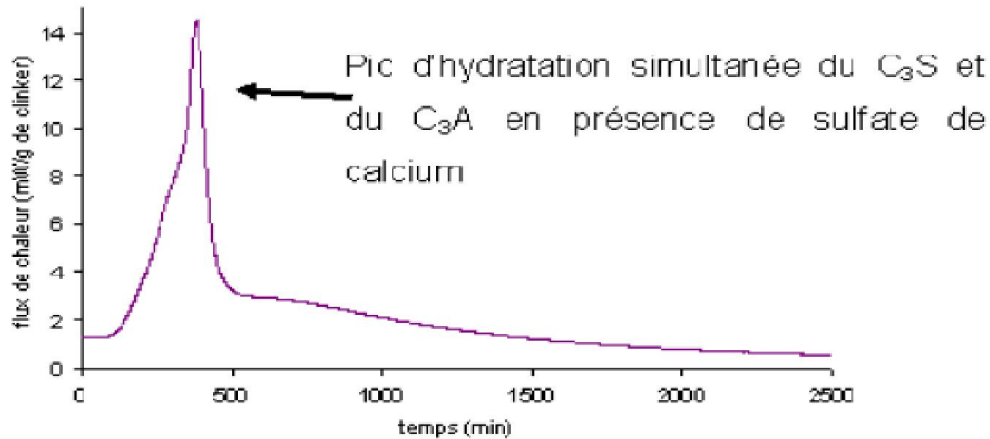


Figure II.5 : Evolution du flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sulfatage provoquant la quasi simultanéité de l'hydratation de C_3A en AFm et l'accélération de l'hydratation de l'alite

Dans le cas où la quantité de sulfate introduite dans le système est supérieure à la quantité optimale, on dit que le système est sursulfaté, la fin de consommation des sulfate intervient après le pic d'accélération de l'hydratation des silicate (figure 6), le système ne bénéficiant pas de la thermo-activation due à la simultanéité des phénomènes décrit plus haut, se retrouverait avec un avancement plus faible et par conséquent une quantité hydratés précipitée moindre et des résistance plus faible .

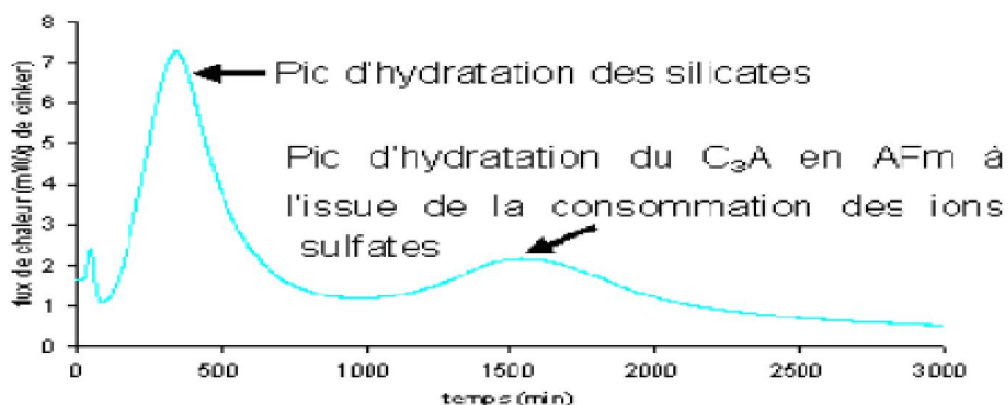


Figure II.6 Evolution de flux thermique d'un ciment dans le cas d'un sur sulfatage, le pic d'hydratation de C_3A ben AFm intervient ici après pic d'accélération de l'hydratation de l'alite.

L'hypothèse microstructure quand à elle suppose que l'optimum de sulfate à une échéance donnée coïncide à la teneur en sulfate nécessaire pour former la quantité ettringite correspondant exactement à l'espace poreux laissé par les C-S-H une quantité inférieure laisserait une plus grande porosité donc une résistance mécanique moindre ,une plus grande quantité provoquerait une fissuration due à la croissance de ettringite dans une espace confiné le tableau (2) résumé ces phénomènes à une échéance donnée , pour même quantité de C-S-H formés :

SO₃ < Optimum	SO₃ = Optimum	SO₃ > Optimum
Vettringite < Vporeux C-S-H	Vettringite = Vporeux C-S-H Formé à une échéance	Vettringite > Vporeux C-S-H Formé à une échéance
Espaces vides diminuent les résistance mécaniques	Les résistances mécaniques sont maximales	Les microfissures altèrent les résistance

Tableau II.2 Récapitulatif de l'hypothèse microstructurale émise par Hawkins

II.7- Les facteurs influençant l'optimum de sulfatage :

Les facteurs d'influence de l'optimum de sulfatage s'articulent autour de deux axes : les paramètres liés davantage à la physique du système on trouve les notions de finesse et de broyabilité respectives du clinker et du gypse ainsi que le procédé d'ajout du système de sulfatage en mélange ou par Co- broyage . Les paramètre lies davantage à la chimie du système , le sulfatage du système et les teneurs en phase aluminates (C₃A et C₄AF) .

Les références bibliographiques concernant l'optimum de sulfatage montrent que les sulfates alcalins du clinker accélèrent les réactions d'hydratation de alite et de l'aluminate , ils augmentent les résistance mécanique du ciment au jeune âge (1 jour) , mais diminuent les résistance du ciment à long terme (28 jours) ; la diminution des résistance des mécaniques à long terme peut être compensée en ajoutant davantage de gypse au clinker .

Cela signifie que le taux de sulfate de calcium pour le quelles résistances sont maximales est décalé vers les forts taux de sulfate avec le temps pour compenser la présence de sulfates alcalins ; des lors il faut trouver un compromis entre les optima de sulfatage pour de bonnes propriétés mécaniques à 1 et a 28 jours.

D'autres paramètres influencent l'optimum de sulfatage tels que la température et les sels inorganiques (principalement les sels de calcium le plus connu est le chlorure de calcium) utilisés dans le domaine de la formulation de béton afin de décroître leurs qualités d'usage.

II.8- Conclusion sur l'état des connaissances :

Le sulfate de calcium a un rôle important dans la régulation de la réactivité du C_3A qui évite le raidissement de la pâte de ciment il a été observé que le sulfate de calcium influence l'hydratation et la prise du C_3S seul. Les travaux de Benture réalisés sur le système C_3S / gypse à long terme ont montré un optimum de résistance dans les conditions de ces expériences.

Les travaux de Sauvagnet [36] au jeune âge, ont montré que la cohésion de la pâte de C_3S hydratée augmente en fonction du taux de gypse [17].

TROISIEME CHAPITRE ETUDE EXPERIMENTALE

Introduction :

Cette partie décrit la campagne expérimentale effectuée à l'occasion de ce travail. L'investigation sur l'optimum du taux de sulfatage a concernée à la fois, les propriétés chimiques, physiques et mécaniques du ciment Portland étudié. Dans cette partie nous exposons également les résultats obtenus pour la caractérisation des matériaux utilisés dans la fabrication des différents ciments et mortiers.

Nous avons effectué une série d'essais chimiques, physiques et mécaniques sur les matériaux d'étude et sur les mortiers élaborés à partir de ces derniers. Ces essais ont été effectués dans le laboratoire de contrôle qualité de Lafarge Holcim M'sila (Hammam Dalâa) dans les conditions normalisées suivantes :

Une salle maintenue à une température de $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 %.

III-1. Elaboration d'un ciment Portland compose CEM II :

Afin de fabriquer un ciment Portland composé CEM II, les principaux composants : clinker, calcaire et gypse, fournis par la cimenterie de Lafarge Holcim de M'sila (Hammam Dalâa) a, ont été ramenés au laboratoire, caractérisés, broyés et homogénéisés.

Les caractéristiques physico-chimiques de ces matériaux sont les suivantes :

III.1.1. Le clinker :

Le clinker résultant de la cuisson d'un mélange composé de 80 % de calcaire et 20 % d'argile. La matière brusquement refroidie se présente sous forme de granules, son broyage donne naissance au ciment.

III.1.1.1- Procédure de mesure de Broyabilité Clinker :

Cette méthode est utilisable pour la broyabilité des clinkers en provenance de toutes les usines de production.

BB10 : Broyeur à Boulets de 10 kg (utilisable pour 1 kg de matière à broyer uniquement).

description de l'essai:

- La charge de boulets dans le broyeur BB10 doit être au moins 10 kg.
 - Introduire l'échantillon(clinker forme granulaire) dans le broyeur BB10.
 - Programmer le BB10 à 750 tours de rotation.
 - Prendre un échantillon (g) pour mesurer sa finesse SSB, et reprendre le broyage si nécessaire.
 - Conserver l'échantillon final dans un sac.
- 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.1).



Figure III.1 (BB10) Broyeur à Boulets

Masse volumique absolue	3.10 (g/cm³)
Masse volumique apparent	1.20 (g/cm³)
Surface spécifiques de Blaine	3900 (cm² /g)

Tableau III.1: caractéristiques physiques du clinker.

Éléments (%)	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	SO₃	K₂O	Na₂O	CL	FL	PAF
Clinker	21.5	4.89	3.97	65.92	1.59	0.73	0.69	0.10	0.016	1.17	0.03

Tableau III.2 : Composition chimique du clinker

III.1.1.2- Composition minéralogique du clinker :

La composition minéralogique approximative du clinker a été déterminée à partir des **formules de BOGUE** [7].

- Le silicate tricalcique (3CaO, SiO₂) : $C_3S = 4.07. CaO - 7.6.SiO_2 - 1.43.Fe_2O_3 - 6.72.Al_2O_3$.
- Le silicate bicalcique (2CaO, SiO₂) : $C_2S = 2.87.SiO_2 - 0.75.C_3S$.
- L'aluminate tricalcique (3CaO, Al₂O₃) : $C_3A = 2.65.Al_2O_3 - 1.69.Fe_2O_3$
- L'alumino-ferrite tétracalcique(4CaO, Al₂O₃,Fe₂O₃) : $C_4AF = 3.04.Fe_2O_3$

Éléments (%)	Chaux libre	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Clinker	1.08	59.18	16.99	6.94	11.58

Tableau III.3 : Composition minéralogique du clinker

1.1.1.3. Modules caractéristiques du clinker :

Dans le but de contrôler la qualité et la régularité de la fabrication du clinker ainsi que les performances des ciments à obtenir, certains modules et indices chimiques sont nécessaires à calculer à partir des teneurs de clinker en oxydes [7] . Les valeurs de ces modules pour le clinker de la cimenterie de Lafarge M'sila sont les suivantes :

- **Module silicique de Kühl** compris entre **(1.5 et 5)**

$$M_s = SiO_2 / (Al_2O_3 + Fe_2O_3)$$

- **Modules alumino -ferrique (Maf) de Kühl** compris entre **(1.5 et 2.5)**

$$AF = Al_2O_3 / Fe_2O_3$$

- **Facteur de saturation de Lea Parker** compris entre **(0.85 et 1)**

$$M_{sat} (LSF) = CaO / (2,8 \times SiO_2 + 1,18 \times Al_2O_3 + 0,65 \times Fe_2O_3)$$

Modules caractéristiques	M _s	AF	LSF
Clinker Lafarge Hammam Dalâa	2,42	1,23	0,963

Tableau III.4 : Modules caractéristiques du clinker .

Le clinker Portland est un matériau hydraulique qui doit être constitué d'au moins deux tiers en masse de silicates de calcium ($3 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$ et $2 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$), la partie restante étant constituée de phases contenant de l'aluminium et du fer, ainsi que d'autres composants, et l'oxyde de magnésium (MgO) ne doit pas dépasser 5,0 % en masse.

III.1.2. Le Calcaire :

Le calcaire, utilisé dans le cadre de cette étude comme ajout au clinker, est récolté du Djebel Chouf Ammar à Hammam Dalâa près de M'sila. Sa composition chimique et ses caractéristiques physiques sont présentées dans les tableaux III.5 et III.6 respectivement.

Element	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	H ₂ O	Paf
Calcaire	48.97	5.97	2.15	1.45	0.33	0.71	0.21	0,01	1.85	39.75

Tableau III.6 : caractéristiques physique de calcaire

Masse volumique absolue	2.73 (g/cm³)
Masse volumique apparent	1.1 (g/cm³)
Surface spécifiques de Blaine	7200 (cm²/g)

Tableau III.5 : Composition chimique de calcaire

III.1.3. Le gypse :

Le gypse, utilisé dans le cadre de cette étude comme ajout au clinker provient de Biskra. Le sulfate de calcium dihydraté $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ est la matière première utilisée dans la fabrication du ciment en tant que régulateur de prise. Sa composition chimique et ses caractéristiques physiques sont présentées dans les tableaux III.7 et III.8 respectivement.

Eléments(%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	H ₂ O	PAF
Gypse de Biskra	3.37	0.82	0.32	32.19	4.20	37.52	0.15	0	2.34	26.86

Tableau III.7 : Composition chimique du gypse.

Masse volumique abs	2.65 (g/cm³)
Masse volumique app	1.53 (g/cm³)
Surface spécifique de Blaine	5400 (cm²/g)

Tableau III.8 Caractéristiques physique

III.2. Formulation des ciments

III.2.1 Composition pondérale des différentes variantes de ciment :

Les ciments utilisés dans tous les essais ont été préparés au niveau du laboratoire de la cimenterie de Lafarge M'sila (Hammam Dalâa). Leurs composants (clinker, calcaire et gypse) ont été broyés séparément (de l'ordre de micron) dans un broyeur à boulets. Ces matériaux ont été misés dans des sacs puis mélangés, selon des proportions bien définies, afin d'obtenir des produits plus ou moins homogènes. Les différentes variantes de ciment sont résumées dans le tableau III.9.

Dans cette étude, l'ajout calcaire est substitué à un pourcentage constant (22%). La quantité initiale du clinker a été 78 %. Dans le but d'étudier l'influence de la teneur en gypse, plusieurs pourcentages ont été choisis (tab9). Pour avoir une idée approfondie sur cette influence du taux de sulfatage, l'étude concernera les ciments anhydres, les pâtes de ciment ainsi que les mortiers.

Types de ciment	CPJ CEM II/ B 42.5			SO ₃ (%)
	Clinker (%)	Calcaire (%)	Gypse (%)	
CEM II 01	77.5	22	0.5	1
CEM II 02	76	22	2	1.5
CEM II 03	75	22	3	2
CEM II 04	73	22	5	2.5
CEM II 05	72.5	22	5.5	2.8
CEM II 06	72	22	6	3
CEM II 07	71.5	22	6.5	3.2
CEM II 08	70.5	22	7.5	3.5
CEM II 09	69.7	22	8.3	3.8
CEM II 10	69	22	9	4

Tableau III.9: Compositions pondérales des (10) ciments préparés

III.3 Essai sur ciment anhydre

III.3.1. Analyse chimique par fluorescence X (FRX) NF P 15-467 :

L'analyse chimique par fluorescence X a été effectuée au laboratoire de la cimenterie Lafarge M'sila (Hammam Dalaâ). Cette analyse a été conduite sur les différents matériaux (clinker, calcaire, gypse, différentes variantes de ciment) .La méthode d'analyse par spectrométrie de fluorescence des rayons X a pour objectif la détermination des éléments que

contient un matériau. Mesure de l'intensité de raies caractéristique du spectre de fluorescence des rayons X produit par les éléments à doser .

Pour atténuer l'influence des effet liés à la minéralogie , à la granulométrie et aux interactions possibles entre les éléments présents ,l'échantillon est dilué par fusion dans un mélange fondant composition appropriée.

Appareillage :

- Spectromètre à rayons X.
- Dispositif de chauffage permettent d'effectuer d'une manière plus ou moins automatisée la fusion du mélange à analyser .
- Creuset de fusion de capacité appropriée .
- Moule pour le moulage du mélange fondu sous la forme classiquement dénommée "perle".

Mode opératoire :

- Préparation de l'échantillon en principe sous forme de poudre.
- Peser, à 0.0001g près, la quantité d'échantillon à analyser en fonction des dimensions de la perle du spectromètre.
- Le mélange homogénéisé est déposé dans le creuset de fusion et amené jusqu'au fusion complète. Une agitation périodique du creuset permet d'homogénéiser le liquide formé .
- Le verre obtenu est refroidi jusqu'à ce que la perle se détache du moule, puis la perle démoulée est laissée jusqu'à l'équilibre avec la température ambiante .
- En dernière étape, on procède à l'analyse par fluorescence X en utilisant le programme correspond à l'échantillon à analyser (Figure 2).
- Les résultats d'analyse des différents éléments sont exprimés en pourcentage .



Figure III.2: Analyse de pastilles avec l'appareil FRX

III.3.2 Masse volumique absolue ou densité de ciments :

Il s'agit de déterminer la masse volumique absolue des ciments utilisés. La technique expérimentale utilisée est celle de l'appareil appelé "le Densimètre de Le Chatelier".

III.3.1.1. Conduite de l'essai :

- Peser $M = 64$ g de ciment .
- Introduire le kerozène (liquide non réactif avec le ciment) jusqu'à la graduation marquée 0, soit en volume V_0 .
- Placer le densimètre dans un bain thermostatique à température constante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) .
- Attendre 20 minutes et corriger le niveau si nécessaire après stabilisation de la température.
- Introduire la poudre de ciment dans le Densimètre .
- Agiter doucement en faisant tourner le densimètre pour chasser l'air entraîné par la poudre .
- Remettre le densimètre dans le bain thermostatique.
- Après stabilisation, lire le nouveau volume dans le densimètre, soit V_1 .
- Calculer de la masse volumique absolue par la relation : $\gamma_c = M / (V_1 - V_0)$



Figure III.3:Flasque Le Chatelier

III.3.3. Mesure la surface spécifique de Blaine SSB des ciments (EN 196-6) :

La justesse et la précision de la détermination de la finesse du ciment dans une cimenterie sont essentielles pour garantir les propriétés requises du ciment tout en optimisant au quotidien la production de la cimenterie en termes de coûts et de tonnage.

A titre d'exemple, une variation de $100 \text{ cm}^2/\text{g}$ de Blaine correspond à 1,5 MPa sur une résistance à la compression de 2 ou 28 jours et une variation de $+200 \text{ cm}^2/\text{g}$ de Blaine augmente la consommation énergétique du broyeur de 5 kW/t, soit +0,25 €/t de ciment.

Principe de l'essai :

Elle consiste à mesurer le temps mis par une quantité d'air pour traverser un lit de ciment compacté à une dimension et une porosité spécifiée.

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

Appareillage :

- 1- Périphérique Blainemètre compatible à EN 196-6 (Figure4).
- 2- Balance d'analyse avec précision de 0,001 g.
- 3- Entonnoir, coupelle métallique pour le pesage de l'échantillon, brosse.
- 4- Papier-filtre circulaire de même diamètre que l'intérieur de la cellule.(diamètre moyen des pores $7 \mu\text{m}$).
- 5- Chronomètre, précision de 1% et thermomètre à prévoir seulement avec les instruments de mesure Blaine manuels.



**Figure III.4 : Le Densimètre manuel
(Blainemètre)**



**figure III.5 : Balance d'analyse
précision de 0,001 g**

- 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.

$$S = \frac{K}{\rho} \times \frac{\sqrt{e^3}}{(1-e)} \times \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{0.1\eta}} \text{ (cm}^2/\text{g)}$$

- **T**: Temps moyen de passage de l'aire à travers la couche de ciment (en s).
- **K**: Constante d'étalonnage de l'appareil. (K= 2.106)
- **ρ** : Densité de ciment(l'échantillon)g/cm³ .
- **η** : Viscosité de l'aire à température d'essai (η = 0.00001824 Pa.s)
- **e** : Porosité d'échantillon, pour les ciment (type 1 et 2, e= 0.500 ± 0.005).
- **nota** : (ρ; m : constant pour 10 ciment préparé) ρ =3.05 g/cm³ m = 2.7821 g

III.3.4. Analyse granulométrique (Méthode alpine) :

Le tamis à air ALPINE est un appareil utilisé pour effectuer des tamisages à secs très fins, sans manipulation de la matière. Il 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 et entraîner les fines à travers les mailles du 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 : 45μm , 90 μm.



Figure III.6: balance est les tamis de 90 μ et de 45 μ .



Figure III.7: Tamiseuse Alpine

Détermination du rejet en utilisant un seul tamis :

Les étapes à suivre sont:

- 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 × 10 (%)**.

III.4 Essai sur pâtes de ciment

III.4.1 Essai De Consistance (Norme EN 196-3) :

L'essai de consistance normalisée sert à déterminer la quantité d'eau de gâchage optimale pour que la pénétration d'une aiguille de l'appareil de Vicat, dans une pâte de ciment, soit de l'ordre de **6±2 mm** (EN 196-3).

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

Appareillage :

- 1- Balance de précision 1,0 g.
- 2- Cylindre gradué ou burette.
- 3- Malaxeur, conforme à la norme EN 196-1.
- 4- Moule tronconique doit répondre aux spécifications à la norme EN 196-3.
- 5- L'appareil de Vicat conforme spécifications à la norme EN 196-3.

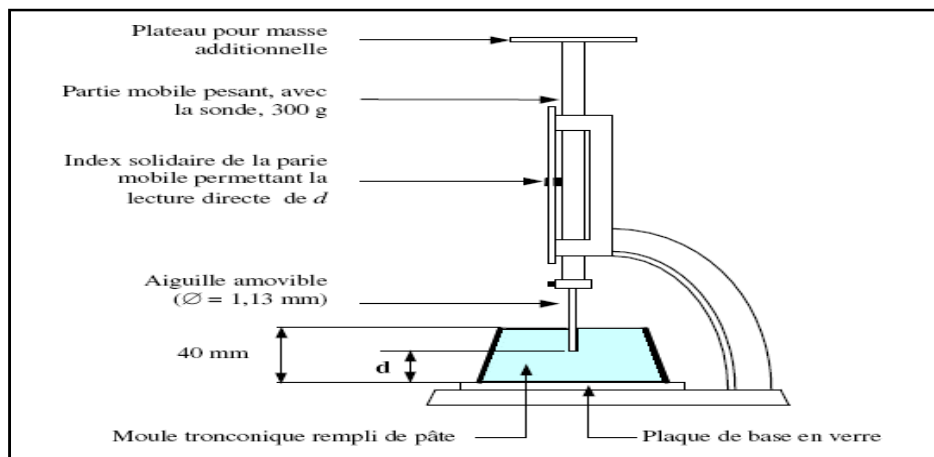


Figure III.8 : Appareil de Vicat manuel.

a. Malaxage de la pâte de ciment :

- ✓ Peser 500 g de ciment à ± 1 g près.
- ✓ Prendre certaine quantité d'eau, par exemple 125 g. Lorsque l'eau est mesurée en volume à l'aide de la burette ou du cylindre gradué 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 adhérant 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 effectué avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte lisse.

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 pour éviter de donner une vitesse initiale ou une accélération forcée aux parties mobiles.
- ✓ 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 mm)** du bord inférieur de la sonde de la surface inférieure de la pâte .
- ✓ Reprendre les essais avec d'autres quantités d'eau, si ces valeurs ne sont pas réalisées.



Figure III.9: L' appareil de Vicat.

III.4.2: Essai de Prise (EN 196-3) :

Il consiste à déterminer le temps de début et celui de la fin de prise des pâtes de ciment, conformément à la norme EN 196-3.

L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat manuel ou automatique .



Figure III.10: Appareil de Vicat Automatique pour la détermination des temps de prise.

L'appareil de Vicat manuel est équipé d'une aiguille de 1.13 mm 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, répéter l'essai de pénétration sur la même éprouvette à des position convenablement espacées de 8 mm à 10 mm ou moins du bord du moule .

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 sur la même face de l'éprouvette .

On continue l'opération on faisant tourner le moule sur l'autre face le temps de fin de prise correspond à l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte que de $d = 0.5\text{mm}$ pour la première fois.

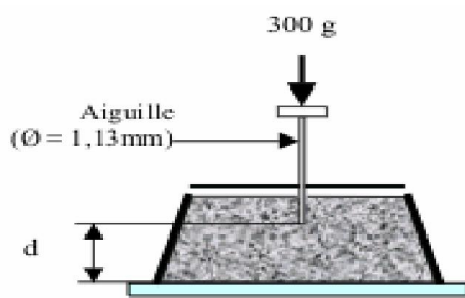


Figure III.11 : Détermination du temps de début de prise

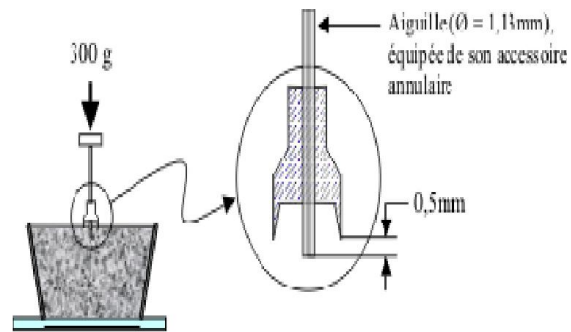


Figure III.12: Détermination du temps de fin de prise.

III.4.3: Essai de stabilité ou l'expansion des Chatelier :

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 . 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**

L'essai consiste à faire accélérer la réaction d'hydratation par un traitement thermique de la pâte pour pouvoir observer une expansion éventuelle des 10 types de ciment testé.

Où 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 liée à la présence de chaux libre (CaO) dans le ciment ou de périclase (MgO) cristallisée.

Appareillage :

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

nota :Le laboratoire dans lequel les éprouvettes sont préparées et essayées doit être maintenu à une température de $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ et une humidité relative d'au moins 50 %.

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 la quelle 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.

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, a l'aide d'un objet adéquat, la pâte de ciment dans le moule Le Chatelier, préalablement placé sur une plaque de verre plane, légèrement graissée et le remplir sans tassement ni vibration excessive.
- 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 $24 \pm 0,5\text{ h}$ a $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ et une humidité d'au moins 98 %.
- Mesurer les écarts entre les deux branches du moule Le chatelier avant leur introduction dans la bouilloire. Comparer les valeurs, (Elle permet d'avoir une idée du comportement de la pâte).
- Placer les moules dans une bouilloire pendant $03\text{ h} \pm 5\text{ min}$.

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 caractérisée par la valeur C-A

Stabilité = C-A

Expansion = B-A

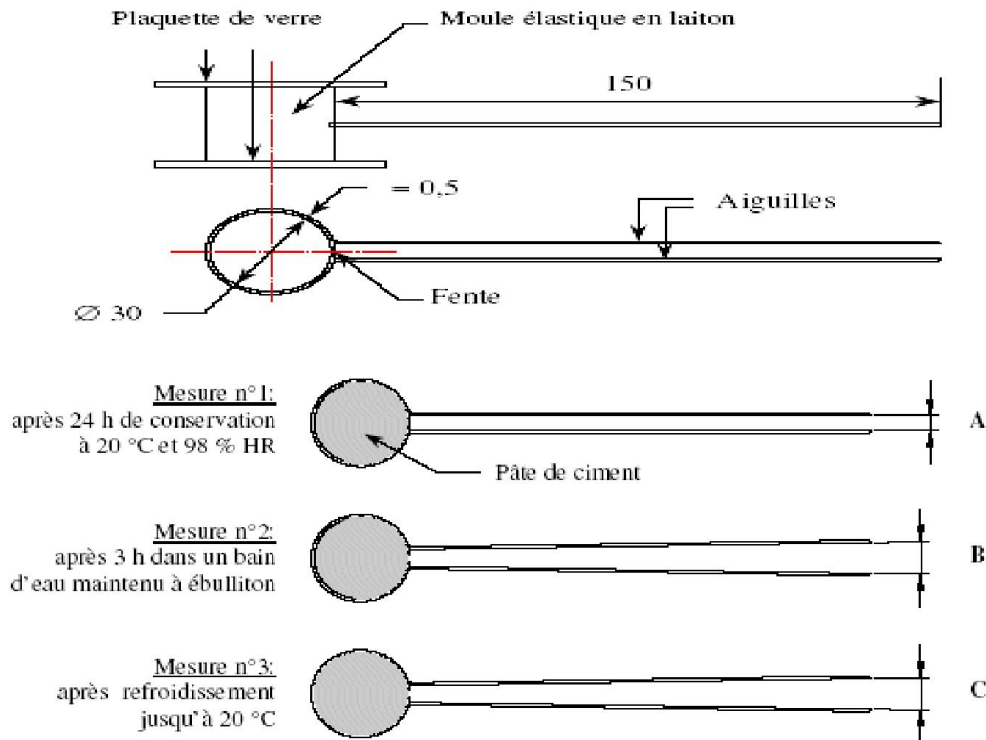


Figure III.13: les Aiguilles de chatelier .

- Calcul.

- Laisser refroidir a la température de la salle 20 ± 2 °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, $E = L_2 - L_1$ (mm)



Figure III.14 : Le bouilloire de Chatelier.

III.5 Essais sur mortiers normalisés**III.5.1 Confection des mortiers normalisés EN 196-1 :**

Selon la norme EN 196-1, les mortiers à base des différents ciments ont été préparés. La composition moyenne du mélange est donnée comme suit :

- 450 g de ciment.
- 1350 g de sable normalisé.
- 225 g d'eau.

Les matériaux utilisés lors de cette confection sont :

-Le ciment : 10 ciments préparés au niveau du laboratoire.

- Sable normalisé :

Le sable utilisé est un sable normalisé, certifié conforme à ISO 679 :2009 et EN196-1

Il s'agit d'un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines.

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



Figure III.15:sable normalisé

- L'eau de gâchage :

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est une eau distillée, préparée au laboratoire Lafarge Holcim M'sila (Hammam Dalâa).

III.5.1.1. Mortier normalisé :

Dans le but d'étudier l'évolution des performances mécaniques des mortiers élaborés à base des différentes variantes de ciment, des éprouvettes de 4*4*16 cm³ ont été préparées selon la norme **EN 196-1** .

Le laboratoire où a lieu la préparation des éprouvettes doit être maintenu à une température de 20 °C ± 2 °C et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 %.

Matériel :

- Eprouvettes prismatiques, au nombre de trois par moule.
- Malaxeur.
- Appareil à choc ou vibrante.
- Main coup ,règle à araser ,truelle .

Mode opératoire

- Préparation des mortier ; Un gâchée pour trois éprouvettes.
- Malaxer chaque gâchée de mortier mécaniquement au moyen du malaxeur (figure 16) Le malaxage est effectué suivant la norme (tableau 10) :

Opérations	Introduction ciment et l'eau	Malaxage	Introduction Du sable	Malaxage gâchée	Racler le gâchée	Malaxage gâchée
Durées	5 à 10s	30s	30s	30s	90s	
Malaxeur	Arrêt	Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt	Vitesse rapide

tableau 10 : malaxage du mortier

- Préparation des éprouvettes de forme prismatique de dimensions (4x4x16) cm³ selon la norme EN 196-1 (figure 17).
- Mouler les éprouvettes immédiatement après préparation du mortier en trois couches à l'aide d'un table à choc ou table Vibrante (Figure18).
- La surface supérieure arasée avec règle métallique pour lisser la surface des éprouvettes (figure 19).

-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 20).

- Démoulage des éprouvettes est les éprouvettes à conserver dans l'eau, La température de l'eau dans les récipients de conservation doit être maintenue à $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (figure 21).



Figure 16 :Malaxeur semi –automatique



Figure17 : Eprouvette Prismatique (4x4x16) cm³

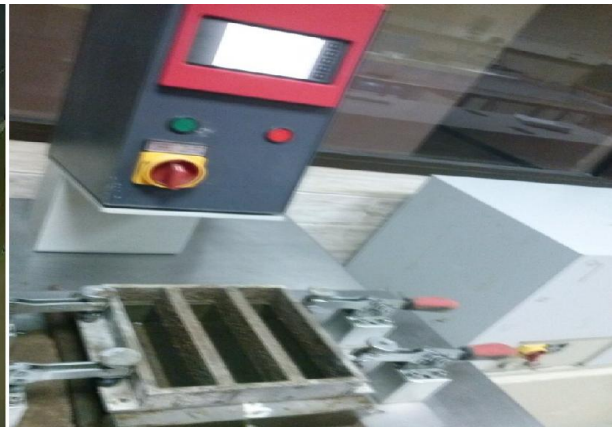
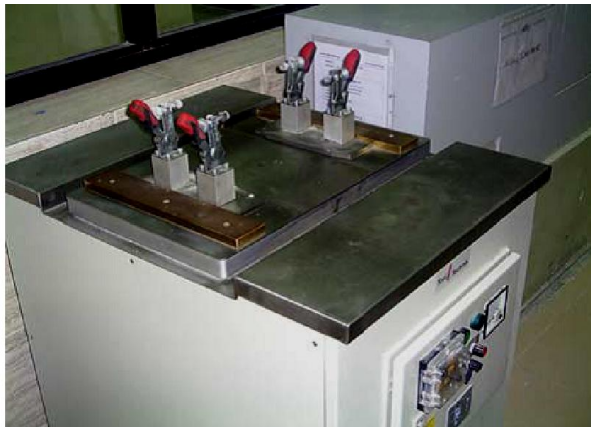


Figure III.18: Table à Choc



Figure III.19 : Eprouvette Prismatique de mortier (4x4x16) cm³



Figure III.20 :La Chambre d'humidité



Figure III.21 : éprouvette dans Bains d'eau

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 mécaniques ont lieu sur 3 éprouvettes et sont testés .en flexion et en compression à 2, 7, 14, 28 jours.

III.5.2 Résistance à la flexion (EN 196-1) :

La résistance à la flexion peut être mesurée au moyen d'une machine d'essai de résistance à la flexion ou en utilisant un dispositif approprié dans une machine d'essai de résistance à la compression. Dans les deux cas, l'appareil d'essai pour la détermination de la résistance à la flexion doit permettre d'appliquer des charges jusqu'à 10 kN avec une précision égale à $\pm 1,0 \%$ de la charge enregistrée, à une vitesse de mise en charge de (50 ± 10) N/s. Pour chaque essai, 3 éprouvettes ont été testées, la valeur retenue présente la moyenne des trois.

III.5.3 Résistance à la compression (EN 196-1) :

La machine d'essai pour la détermination de la résistance à la compression doit avoir une capacité adaptée à l'essai: elle doit avoir une précision de $\pm 1,0\%$ de la charge enregistrée. Elle doit être équipée d'un dispositif indicateur conçu de telle façon que la valeur enregistrée à la rupture de l'éprouvette reste indiquée après le retour à zéro de la charge. Ceci peut être obtenu par l'utilisation d'un indicateur de maximum sur une jauge de pression ou d'une mémoire sur un afficheur numérique.

Les machines d'essai à fonctionnement manuel doivent être pourvues d'un dispositif de gradation pour faciliter le contrôle de la montée en charge. L'axe vertical du piston doit coïncider avec l'axe vertical de la machine et, pendant la mise en charge, le déplacement du piston doit se faire suivant l'axe vertical de la machine. De plus, la résultante des forces doit passer par le centre de l'éprouvette.

Les essais de compression ont été effectués sur une presse de type Perrier d'une charge de 200KN asservie en chargement de $2400\text{N/s} \pm 200\text{N/s}$. Pour chaque essai, les 6 demi éprouvettes obtenues après l'essai de flexion ont été testées. La valeur retenue présente la moyenne des six.



Figure III.22: Machine de Compression

III.5.4. Retrait et gonflement (NF 15 – 433) :

L'objectif de cet essai de définir le taux de variation dimensionnelle des éprouvettes de mortier en matière de retrait et de gonflement, en fonction de leur teneur en gypse.

L'essai de retrait et/ou de gonflement consiste à mesurer en fonction du temps la variation de longueur d'une éprouvette prismatique (4x4x16) cm³ de mortier conservée après démoulage :

- Dans l'air pour l'essai de retrait, les éprouvettes sont conservées dans une salle à une température de (20 ± 2) °C est un humidité relative de (50 ± 5) %.
- Dans l'eau pour l'essai de gonflement, les éprouvettes sont conservées entièrement immergées dans l'eau douce et sans contact entre elles à température (20 ± 1) °C.

Trois prismes (4x4x16 cm³) ont été préparés pour chaque essai de retrait et de gonflement.

Principe de l'essai :

Après démoulage de l'éprouvette, on procède immédiatement à la mesure de sa longueur puis à 3,7 et 28 jours.

On compare, à différents temps t , la variation de longueur d'une éprouvette 4 x 4 x 16 cm, par rapport à sa longueur à un temps t_0 pris pour origine.

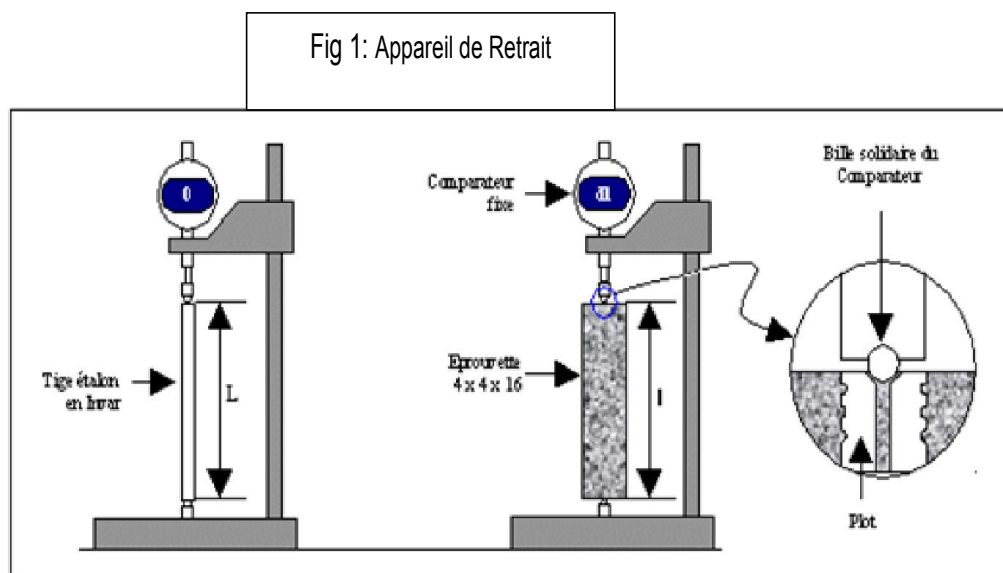


Figure III.23: Appareil de retrait



Figure III.24 : éprouvette 4x4x16

Appareillage :

- Des moules équipés de plots de retrait en laiton ; 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 160 mm de longueur en invar (insensible aux variations de température pendant la manipulation) pour permettre de régler le zéro du dilatomètre



Figure III.25 éprouvette mortier
4x4x16 cm³



Figure III.26 Comparateur de Retrait

Conduite de L'essai :

Chaque éprouvette ne doit pas sortir de son ambiance que le moins de temps possible, maximum 30 min. Lors du démoulage, mesurer Lde l'éprouvette. La tige étalon en invar de longueur :

L = 160 mm Permet la vérification préalable du comparateur (mise au zéro).

Lire les variations de longueurs $\Delta l(t)$ lue sur le comparateur à (3,7 et 28 jours).

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\Delta l(t)}{L} \quad 1000$$

$\Delta l(t)$ 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.5.5 Chaleur d'hydratation (Méthode semi-adiabatique NF EN 196-9) :

C'est une méthode de mesure de le chaleur d'hydratation des ciments par calorimétrie semi adiabatique. La chaleur dégagée est exprimée en joule par gramme de ciment.

La méthode semi adiabatique consiste à introduire un échantillon de mortier fraîchement préparé dans un calorimètre afin de déterminer la quantité de chaleur dégagée lors de son hydratation.

A une échéance donnée, la chaleur d'hydratation du ciment contenu dans l'échantillon et égale à la somme de la chaleur 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 .

Appareillage :

1. **Calorimètre** : constitué d'un vase isotherme fermé un bouchon isolant et placé dans une enveloppe rigide qui lui sert de support .
2. **Calorimètre de référence** : de construction et caractéristiques similaires à celles du calorimètre d'essai. Il doit comporter une boîte à mortier contenant un échantillon de mortier gâché au moins 12 mois auparavant (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. La température de l'échantillon d'essai doit être mesurée avec une précision de ± 0.3 °C.
4. **Boîte à mortier** : consistant un récipient cylindrique muni d'un couvercle , d'un volume d'environ 800 cm³ conçu pour contenir l'échantillon de mortier à essayer .
5. **Appareil d'enregistrement de la température** : capable d'enregistrement les mesure prises par chaque thermomètre .
6. **Malaxeurs** : à mortier conforme à EN 196-1

Nota:

- La température du laboratoire où le mortier est gâché doit être maintenue à (20 ± 2) °C.
- La distance entre chacun des calorimètre doit être d'environ 12 cm.

Mode opératoire :

- La composition du mortier doit être conforme à EN 196-1.
- Chaque gâché de mortier doit être constitué de (360.0 ± 0.5) g de ciment ; (1080 ± 1) g de sable normalisé (EN 196-1) et (180.0 ± 0.5) g d'eau distillée.
- Après malaxage de mortier, peser (1575 ± 1) g de mortier dans la boîte et l'introduire dans le calorimètre d'essai et le référence immédiatement avec le bouchonne.
- Mettre aussitôt le thermomètre en placer 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 travers le bouchon au moyen d'un dispositif de fermeture.

- Prendre le moment où l'on verse de l'eau comme origine des temps, la mesure de l'échantillon 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 1h pendant les premières 24h, 4h au cours du deuxième jour et jusqu'à la fin de période de l'essai.



Figure III.28 : Calorimètre Langavant

Calcul de la chaleur d'hydratation :

Principe des calculs :

La chaleur d'hydratation Q exprimée en joules par gramme de ciment , au temps écoulé t est calculée au moyen de l'équation suivante (1) :

$$Q = \frac{c}{m_c} \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta_t \cdot dt$$

où

m_c :est la masse de ciment contenu dans l'échantillon d'essai , en grammes .

t : est la durée d'hydratation , en heures.

c : est la capacité thermique totale du calorimètre en joules par kelvin.

α :est la coefficient de déperdition thermique totale du calorimètre en joules par heure et par kelvin .

θ_t : est l'échauffement de l'échantillon d'essai à l'instant t , en kelvins .

Le premier terme de l'équation (1) représente la chaleur accumulée dans le calorimètre A .Le second la chaleur dissipée vers le milieu ambiant B (en joules par gramme de ciment .
L'équation (1) peut être simplifiée en équation (2):

$$Q = \frac{c}{m_c} \theta_i + \frac{1}{m_c} \sum_{i=0}^{i=n} \bar{\alpha}_i \cdot \bar{\theta}_i \cdot \Delta t_i$$

Où $\bar{\alpha}_i$ et $\bar{\theta}_i$ sont les valeurs moyennes du coefficient de déperdition thermique et de l'échauffement de l'échantillon d'essai pendant la période Δt_i .

Figure III.29 : Calcule de la chaleur d'hydratation avec programme Excel

Conclusion :

Dans cette partie, nous avons commencé par la présentation de la différente méthode d’analyses (chimiques, physiques et mécaniques) utilisée pour l’identification de nos matériaux et pour avoir une idée précise sur la nature des différents matériaux rentrant dans la .composition des mortiers.

Chapitre IV

Résultats Expérimentaux et Interprétation

Introduction :

Dans ce chapitre on présente les différents résultats expérimentaux des essais effectués sur les différents composants du ciment anhydre et les mortiers (gypse varient entre (0.5% a 9%) et calcaire constante (22%) .Suivi par des discussions et interprétations basés sur la littérature.

IV .1 -Essai sur ciment anhydre :

IV.1.1 - Analyses chimiques des différents ciments préparés :

Les résultats de l'analyse chimique par fluorescence X (FRX) NFP 15- 467 des (10) ciments préparés au laboratoire de la cimenterie Lafarge Holcim M'sila (Hammam Dalaâ) sont présentés dans le Tableau (4-1).

Eléments (%)	Calcaire	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CL	paf
CEM II / 0.5	22%	16,26	4,45	3,1	58,97	2,01	1,0	0,57	0,16	0,017	8,81
CEM II / 2		16,37	4,31	3,03	59,49	1,98	1,5	0,53	0,016	0,018	9,12
CEM II / 3		16,21	4,24	2,95	60,3	1,63	2,0	0,54	0,13	0,016	10,07
CEM II / 5		17,81	4,58	3,18	61,37	1,82	2,5	0,55	0,14	0,019	10,67
CEM II / 5.5		16,04	3,85	2,72	59,62	1,83	2,8	0,51	0,12	0,019	11,23
CEM II / 6		16,36	4,2	2,89	60,4	2,07	3,0	0,58	0,12	0,019	11,31
CEM II / 6.5		17,19	4,24	2,9	61,24	2,07	3,2	0,6	0,12	0,048	11,54
CEM II / 7.5		17,75	4,26	2,96	61,07	1,85	3,5	0,59	0,08	0,021	11,62
CEM II / 8.3		16,39	4,15	3,06	60,97	1,74	3,8	0,54	0,1	0,02	11,82
CEM II / 9		16,22	4,58	3,2	58,22	2,21	4,0	0,57	0,17	0,018	11,97

Tableau 4-1: Analyses chimiques par XRF des ciments préparés (les oxydes)

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 4,5%. Ceci est conforme à la norme NF EN 197-1.

IV.1.2 - Influence du Taux de gypse sur les Teneurs en Oxydes :

Le Tableau (4-1) et la Figure (4-1 4-2 et 4-3) représentent la variation des taux des principaux oxydes (la silice, la chaux, le magnésium, les alcaline k_2O) ainsi que la perte au feu) dans le ciment en fonction du taux de gypse et calcaire de pourcentage constante (22%). On note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

Le taux d'oxyde de silice (SiO_2) et la chaux (CaO), diminuent dû à la diminution de la pourcentage du clinker par apport à l'augmentation du gypse .

Le taux d'oxyde de (K_2O , MgO , SO_3) et la perte au feu (PAF) augmentent et ce proportionnellement avec l'augmentation du gypse dû à la présence d'impureté et l'augmentation du pourcentage du gypse .

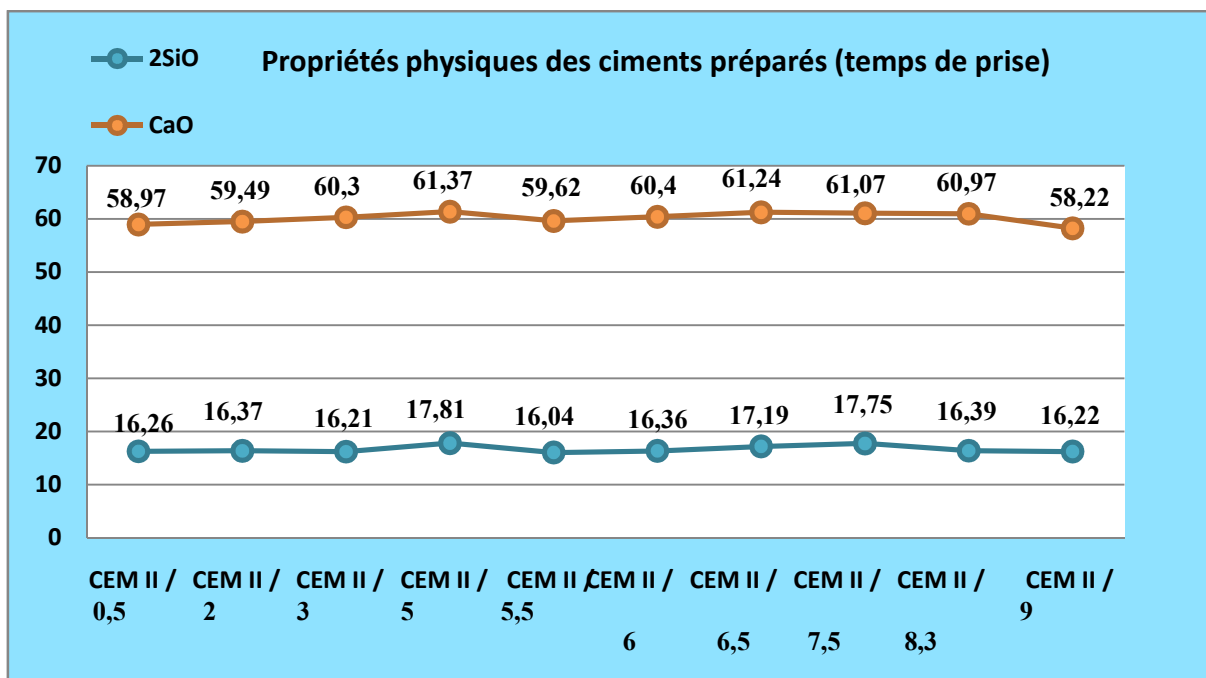


Figure 4-1 : Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse (CaO-SiO₂)

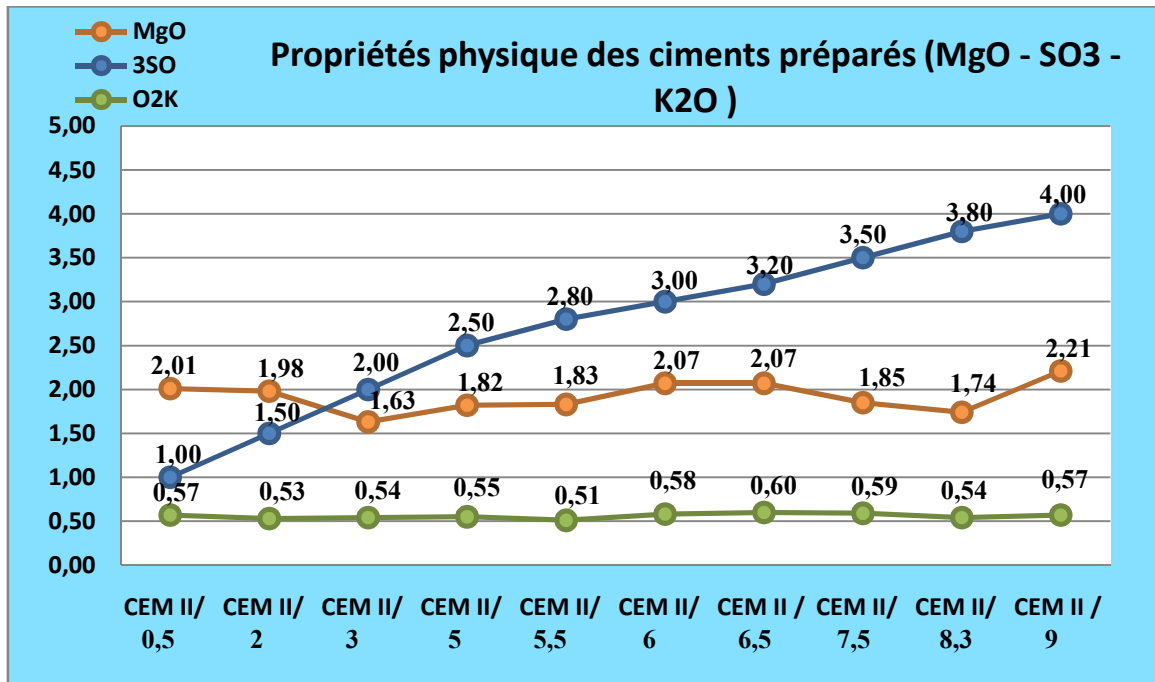


Figure 4-2 : Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse (MgO-SO₃-K₂O)

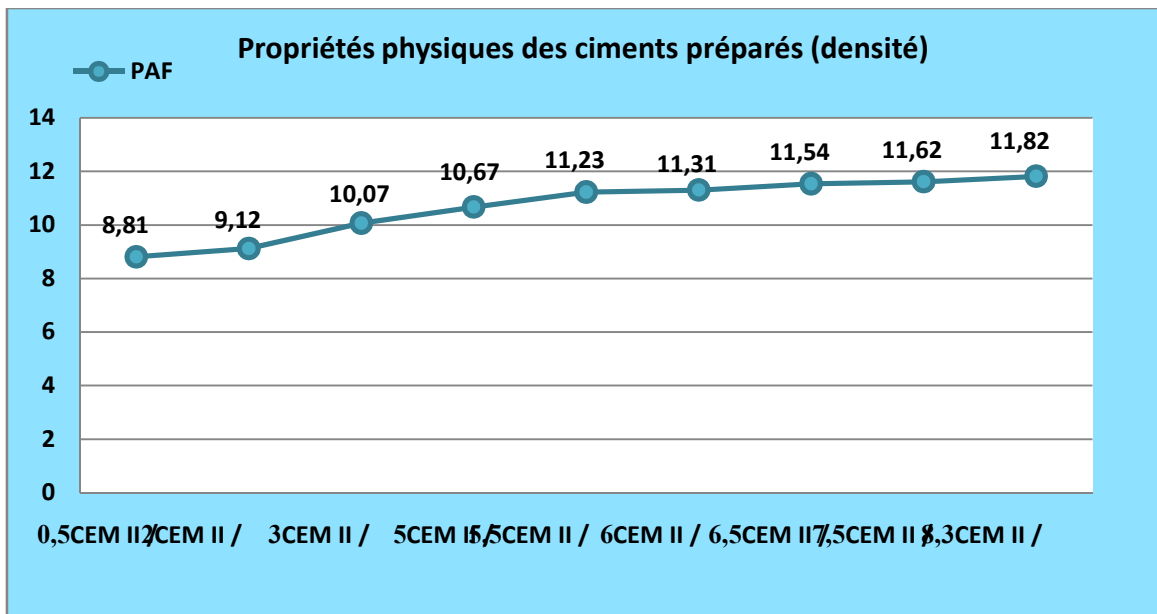


Figure 4-3: Variation de la perte au feu en fonction du taux de gypse (PAF)

IV .1.3 - Influence du Taux de gypse Sur le Poids Spécifique du Ciment (densité) :

Les résultats du Figure (4-4) présentent l'effet de l'addition de gypse sur le poids spécifique du ciment ou densité du ciment.

A la lumière des essais réalisés, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- on note que l'augmentation de la quantité de gypse incorporé dans le ciment à un effet significatif sur le poids spécifique de ciment.
- Une réduction du poids spécifique avec l'augmentation du pourcentage de gypse dans les ciments préparé.

Ceci peut être dû à la porosité créée par la substitution partielle du clinker par le gypse (taux de substitution de gypse) et la faible densité de gypse (densité de gypse Biskra = $2,56 \pm 0,1$ g/cm³) inférieur à la densité de clinker ($3,1 \pm 0,1$ g/cm³).

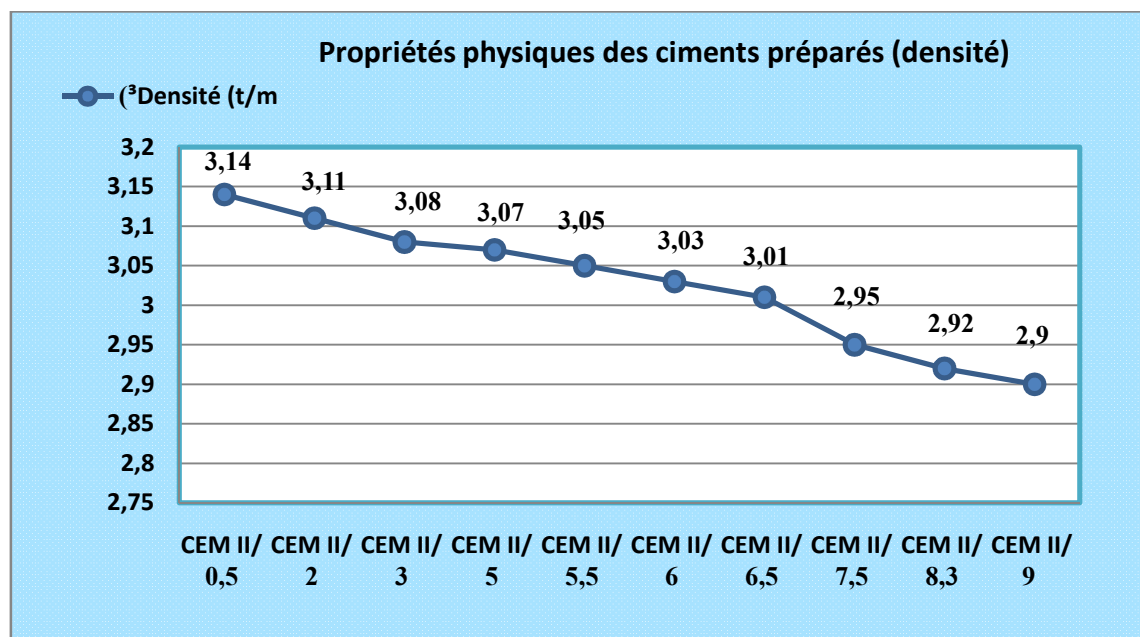


Figure 4-4 :Variation du poids spécifique de ciment en fonction de taux du gypse.

IV.1.4 - Influence du Taux de gypse Sur la Surface Spécifique (SSB) du Ciment :

Les résultats du Figure (4-5) présentent l'effet de l'addition de gypse sur la surface spécifique du ciment.

Les Conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Une augmentation de la surface spécifique avec l'augmentation du pourcentage de gypse dans le ciment. Selon les résultats obtenus, voir figure (4-5), on note que l'augmentation de la quantité de gypse incorporé dans le ciment à un effet significatif sur le surface spécifique de (Blaine) des ciments préparé.

Ceci peut être dû :

- à la porosité créée par la substitution partielle du clinker par le gypse (taux de substitution de gypse) et la densité de gypse. (densité de gypse Biskra = $2,56 \pm 0,1 \text{ g/cm}^3$). Et l'augmentation de SSB dû à la broyabilité de gypse (facile à broyé) de ($5000 \pm 100 \text{ cm}^2/\text{g}$) par rapport le clinker difficile à broyé de ($3900 \pm 100 \text{ cm}^2/\text{g}$) (le gypse jouie un rôle d'adjuvant de mouture et facilite le broyage des ciment)

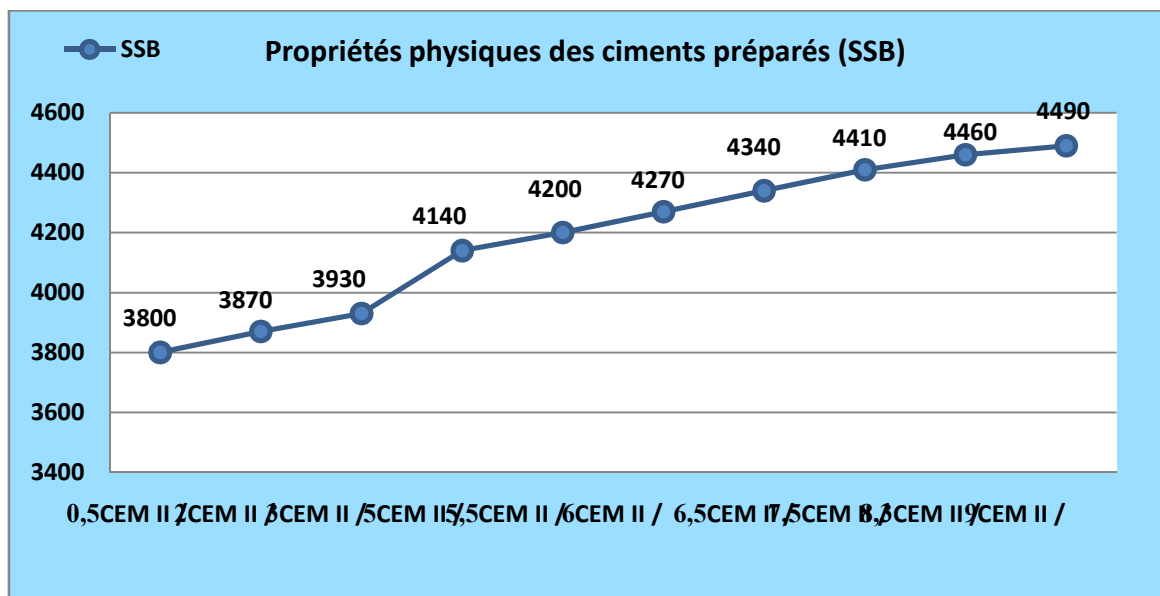


Figure 4-5: Variation de la surface spécifique de ciment en fonction de taux du gypse.

IV.1.5 - Granulométrie à Méthode Alpine :

Les résultats expérimentaux obtenus Figures 4-6 présentent l'effet du taux d'ajout de gypse variant sur l'analyse granulométrique à 45 µm et 90µm.

On note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

- Diminution de la granulométrie des ciments préparés à cause principale la facilité de broyage de gypse (broyabilité de gypse 5000+-100 cm²/g) par apport une faible broyabilité de clinker (broyabilité de clinker 3900 +-100 cm²/g).

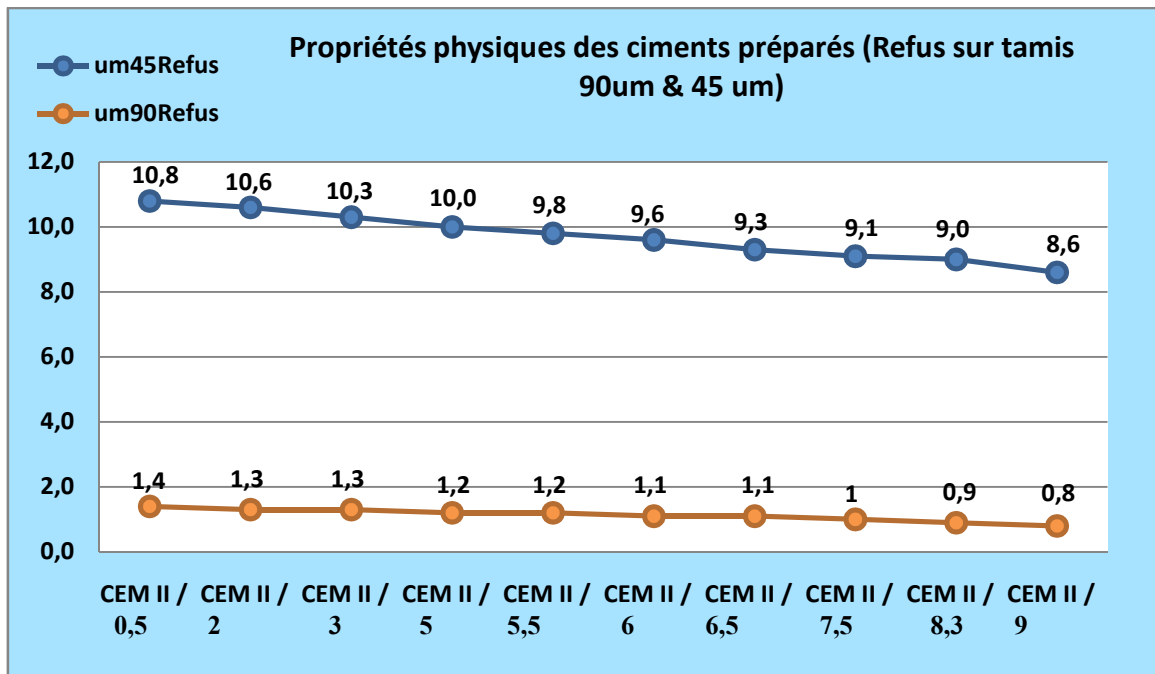


Figure 4- 6: Analyse granulométriques de ciment préparé (ALPINE)

IV.2 - Influence du Taux de gypse Sur la Pâte de Ciment :

IV.2.1 - Influence du taux de gypse Sur la Consistance Normale :

Les résultats expérimentaux obtenus Figures 4-7 présentent l'effet du taux du gypse sur la consistance normale de ciment.

La demande de l'eau des pâtes des ciments préparées avec les différents pourcentages de gypse : (0.5% a 9 %) avec 22% calcaire est mesurée en utilisant l'essai d'aiguille de Vicat manuel.

Selon les résultats obtenus Figures 4-7 , on note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment engendre l'effet suivant:

- L'augmentation de la surface spécifique implique l'augmentation de la quantité d'eau requise pour avoir une consistance normale de la pâte de ciment.

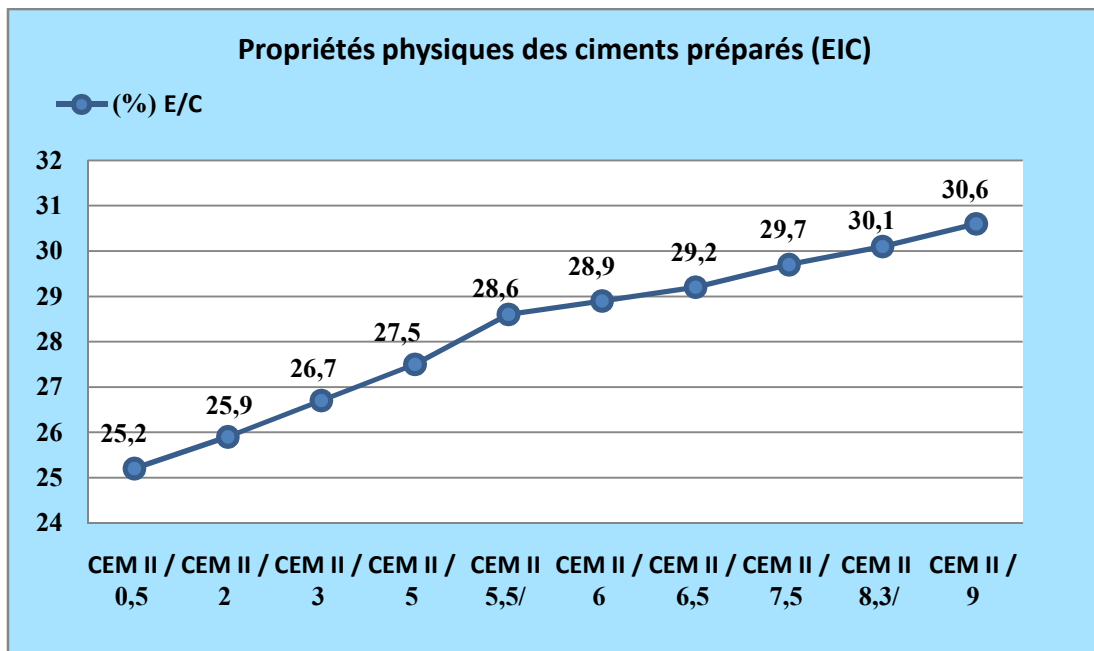


Figure 4-7 : Variation du Rapport E/C (Consistance normale) en fonction du taux de gypse.

IV.2.2 - Influence du Taux d'gypse sur le Temps de Prise :

Les résultats expérimentaux obtenus Figures 4-8 présentent l'effet du taux de gypse sur le temps de prise de la pâte de ciment.

L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat automatique.

Selon les résultats obtenus (Figures 4-8), on note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant:

- augmentation des temps de début et fin de prise à partir du taux minimale 0.5% de gypse jusqu'au le point d'ajout gypse 5.5% dû à l'hydratation des C_3A avec le gypse , (le gypse qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite) .

- diminution des temps de début et fin de prise à partir du point 6 % de gypse jusqu'au le point d'ajout gypse 9% (une chute des temps de prise à partir de 6 % sous l'effet excès du gypse).

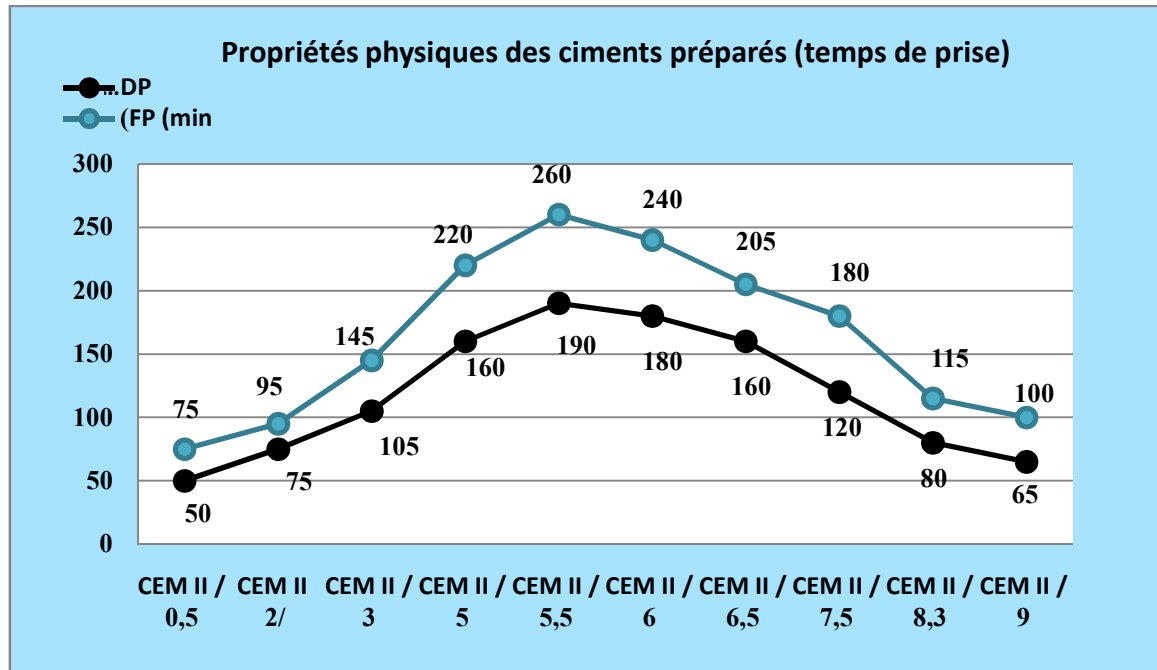


Figure 4-8: Variation des Temps de prises en fonction de taux du gypse

IV.2.3 - Influence du Taux de gypse Sur la Stabilité du Ciment :

Les résultats du Figure 4-9 indiquent que l'expansion à chaud (hydratation accéléré par traitement thermique à 100c°) , on note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant:

- diminution avec l'augmentation du taux de gypse d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 5.5% de gypse.

- augmentation avec l'augmentation du taux de gypse à partir du point 6 % d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 9% de gypse et n'a pas d'effet significatif sur la stabilité du ciment et reste inférieure à la limite maximale imposée par la norme EN 196-3 qui est de 10 mm.

Cette dernière augmentation de l'expansion peut être expliquée par le pourcentage élevé du gypse (excès du gypse) et par la présence d'impuretés ainsi que d'autres éléments tels que le MgO et SO₃ qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée.

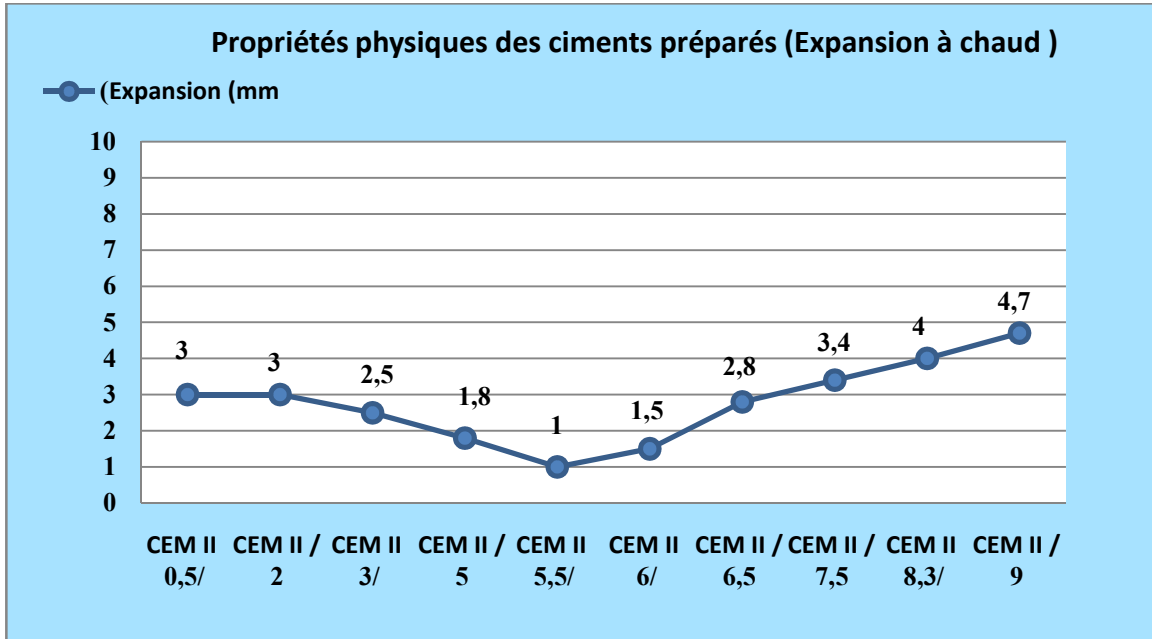


Figure 4-9 : Effet du taux de gypse sur l'expansion du ciment

IV.3 - Influence du Taux d'gypse Sur Le Mortier à base de sable Normalisé :

IV.3.1 - Résistance à la Compression :

La Figure (4-10) montrent le développement des performances des mortiers contenant différents pourcentages du gypse par substitution (remplacement partiel du ciment par le gypse) dans le ciment (effet chimique) en fonction des différents âges.

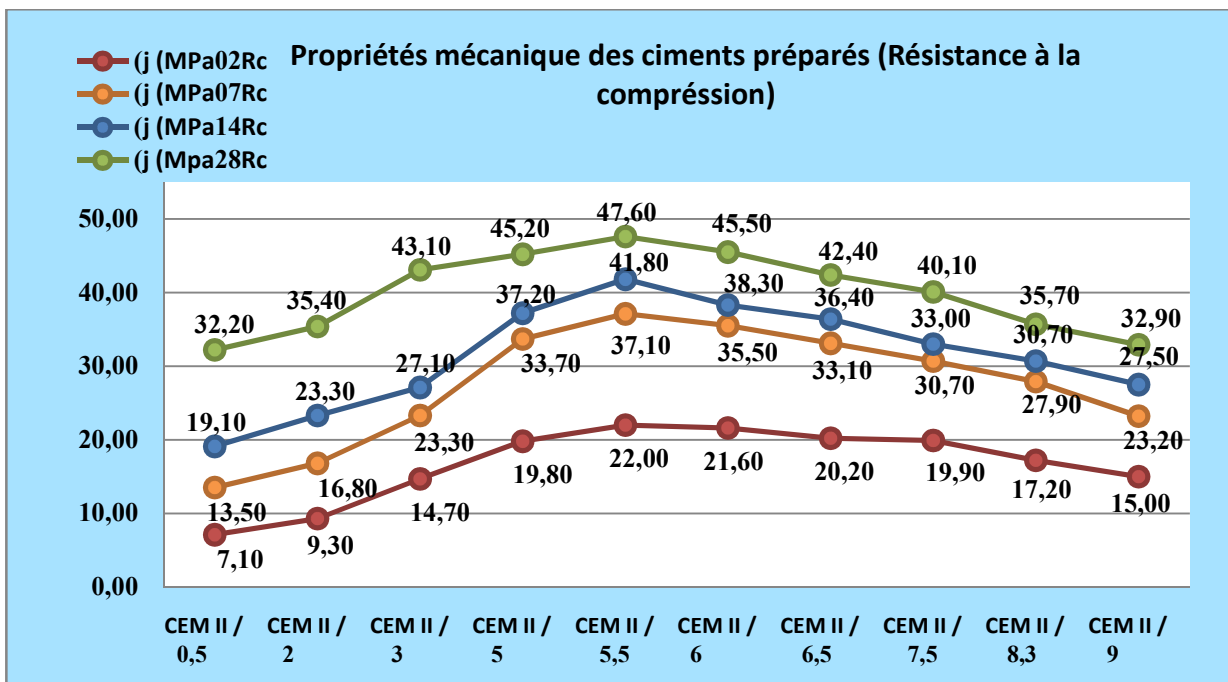


Figure 4-10: Effet du Taux d'ajout gypse sur la Résistance à la Compression

On remarque que les résistances de tous les mortiers augmente régulièrement à âge (02 j ; 07j ; 14j ; 28j), jus 'qua le point 5.5% de gypse ; par contre les résistances de tous les mortiers diminue (une chute de résistance) régulièrement à âge (02 j ; 07j ; 14j ; 28j) à partir de point 6%de gypse jus 'qua le point 9% de gypse.

Cette diminution (chute de la résistance) :

est due au fait que la réaction chimique n'est pas prédominante aux jeunes âges, ceci mène à une hydratation du minerai C_3S (silicate tricalcique) et C_2S (silicate bicalcique) moins intense aux jeunes âges 2j-07j-14j et résistance à 28 jours en induisant de faibles résistances à cause principale sous l'effet excès du gypse (le sulfate(SO_3) plus de l'optimum hydrate avec le C_3A et C_2S est chuté la résistance à jeune âges 2j-07j-14j et hydrate avec le C_3S (hydrate avec CSH est ralentir hydratation CSH et diminué les résistances à 28jours.

IV.3.2 - Effet du Taux de gypse (effet chimique) Sur Le Retrait et Le Gonflement :

La variation du retrait et du gonflement du mortier normal en fonction de gypse sont représentées dans les Figure (4-11 et 4-12).

D'après les résultats obtenus, on peut affirmer que tous les ciments étudiés provoquent un faible retrait sur les mortiers étudiés jusqu'au le point 5.5% de gypse et forte retrait (augmentation des retraits) à partir de point 6% de gypse jusqu'au point 9% de gypse.

Et D'après les résultats obtenus du gonflement, on peut affirmer que tous les ciments étudiés provoquent un faible gonflement (diminution du gonflement) sur les mortiers étudiés.

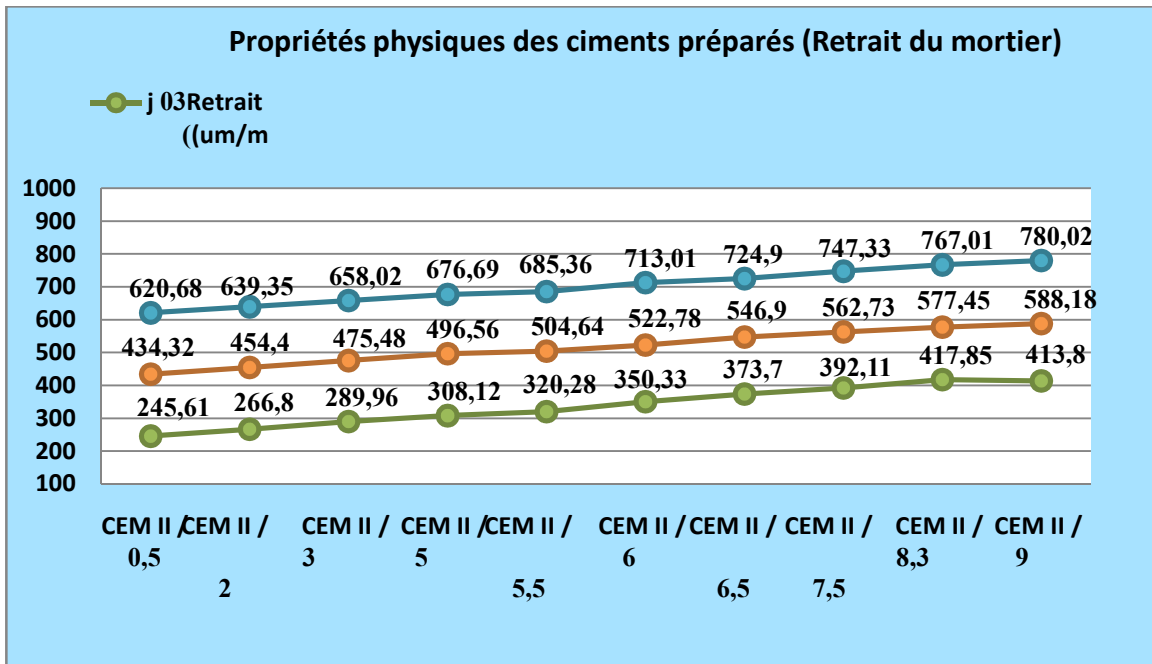


Figure 4-11: Evolution du Retrait du mortier en fonction du taux de gypse

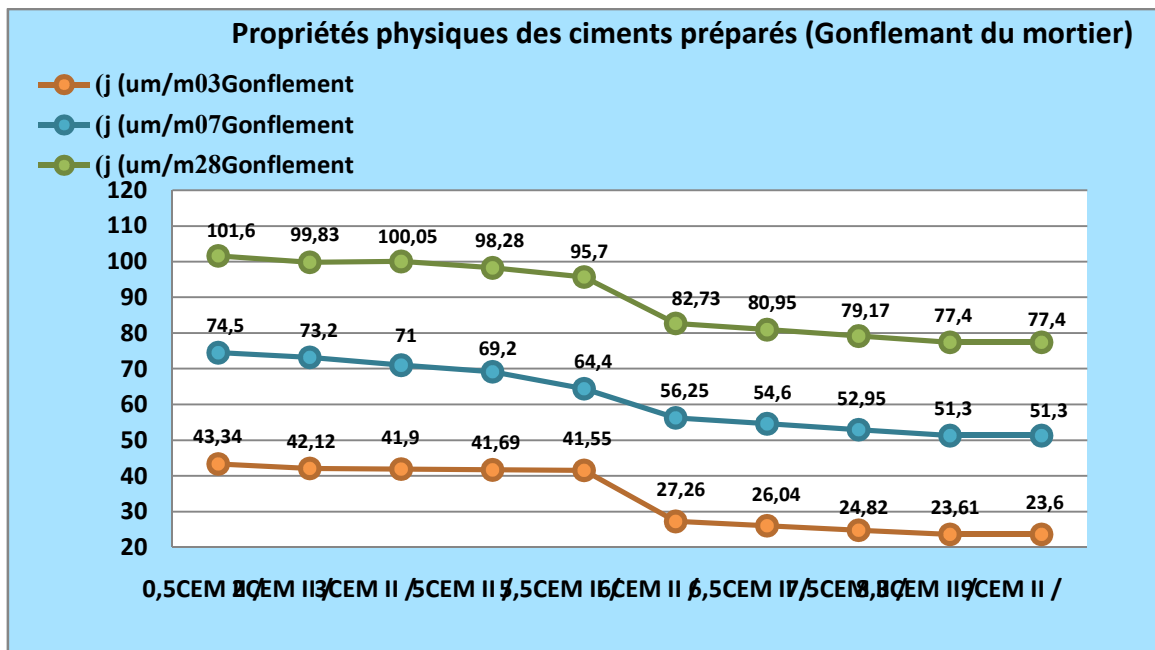


Figure 4-12: Evolution du gonflement du mortier en fonction du taux de gypse

On remarque aussi que les retraits à 28 jours sont inférieurs aux valeurs fixées par la norme NF P 15-433 et NA 440 qui sont pour les ciments CPJ – CEM II.

- ≤ 800 µm/m pour la classe 32,5
- ≤ 1000 µm/m pour la classe 42,5

Les principales remarques relatives au retrait et gonflements observés pour les différents ciments étudiés sont :

- Le Retrait augmente avec l'âge du mortier, ceci est dû à l'hydratation du ciment qui génère un fin réseau des pores capillaires des amas d'hydrates formés et à la dessiccation.
- Les Retraits des ciments avec différents taux du gypse sont supérieurs à ceux du ciment avec faible taux du gypse 0.5%.

Ceci peut s'expliquer par la diminution du nombre et du diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté.

La Figure (4-11) illustre la variation des déformations de retrait des ciments ; on remarque que la vitesse de retrait est relativement linéaire entre 3 et 28 jours.

Cette cinétique de retrait est due à l'hydratation tardive de gypse

Le gonflement observé sur les éprouvettes contenant comme ajout de gypse est inférieur au gonflement dû au ciment à faible taux du gypse, ceci est dû à la consommation de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et à la combinaison de l'oxyde de magnésium et le sulfate et à l'épuisement de la chaux libre pendant les réactions d'hydratation avec l'ajout incorporé dans le ciment à long terme (formation du deuxième (C-S-H)).

La Figure (4-12) illustre la variation des déformations du gonflement des ciments ; on remarque que la vitesse de gonflement (vitesse diminution de gonflement) est relativement linéaire entre 3 et 28 jours.

IV.3.3 - Effet du Taux de gypse (effet chimique) Sur La Chaleur d'hydratation :

Les résultats expérimentaux obtenus Figure 4-13 présentent l'effet du taux de gypse sur la chaleur d'hydratation des échantillons de mortier normalisé.

L'essai consiste à suivre le dégagement de chaleur de mortier en utilisant l'appareil de Langavant (semi-adiabatique).

On note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

- diminution le taux de dégagement de chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 5.5% de gypse.
- augmentation le taux de dégagement de chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse à partir du point 6% d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 9%

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

- la nature et taux d'ajout utilisé dans le ciment dans notre cas le gypse.
- la nature minéralogique du clinker : plus les teneurs en aluminat tricalcique (C_3A) et silicate tricalcique (C_3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte.
- la température extérieure.

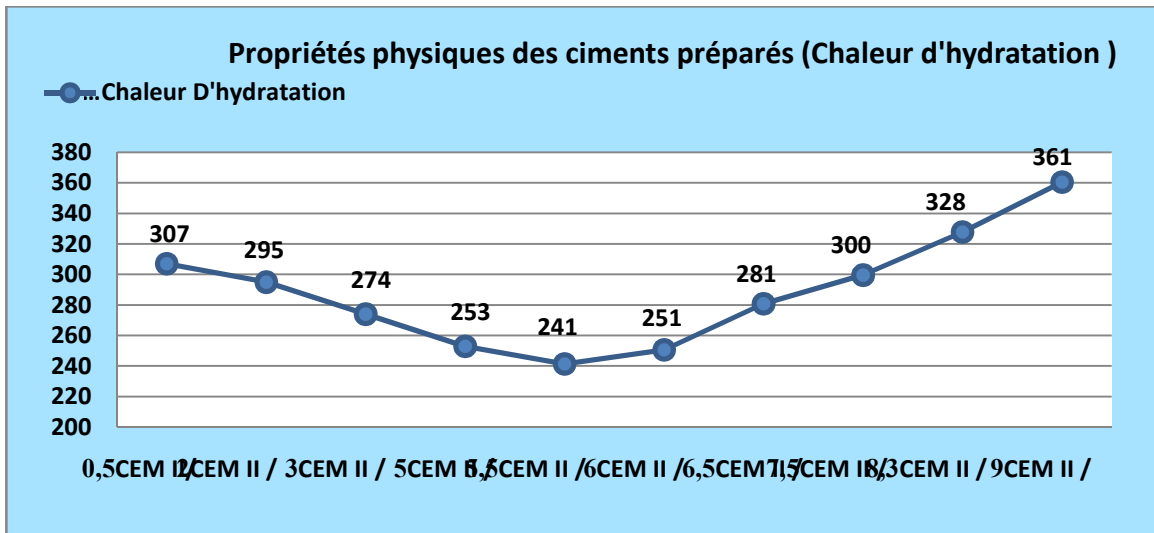


Figure 4-13: Effet du taux de gypse sur la chaleur d'hydratation.

IV.3.4 - Effet du Chaleur d'hydratation Sur le Temps de Prise (début de prise) :

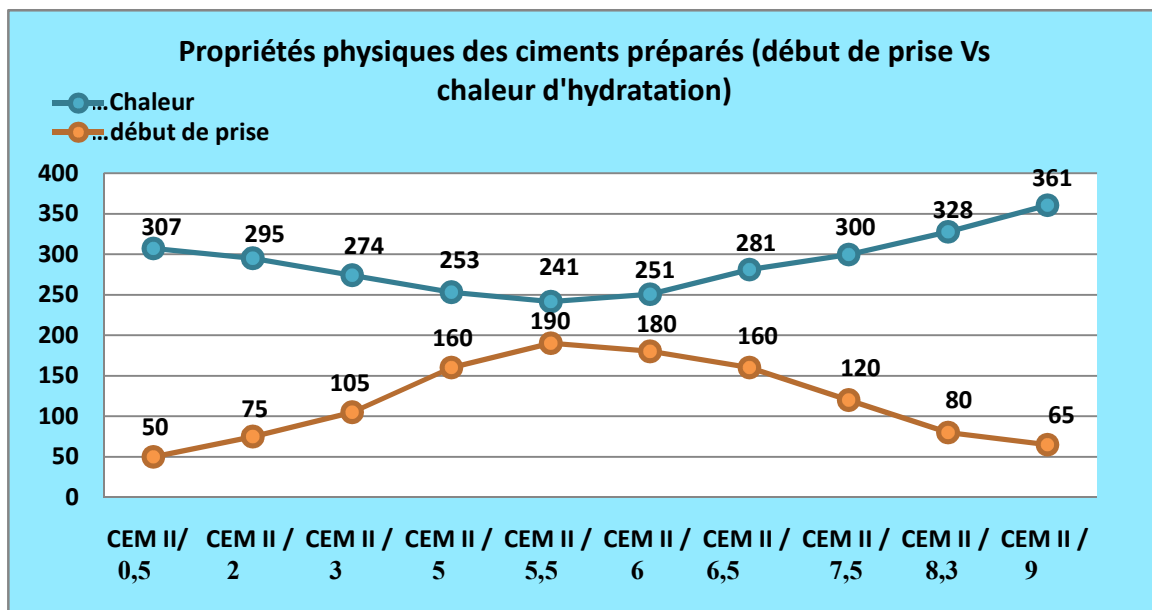


Figure 4-14 : Effet chaleur d'hydratation en fonction du temps de prise (début de prise)

On note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

- diminution de la chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse et le suivi par une augmentation du débit de prise d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 5.5 % de gypse.

- augmentation la chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse à partir de point 6% de gypse et le suivi par une diminution du débit de prise à partir du point 6% d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 9%. (Figure 4-14).

La chaleur d'hydratation des ciments a faible chaleur d'hydratation ne doit pas dépasser la valeur caractéristique de 270 j/g selon la Norme NA 442 donc les ciments du taux de gypse (3% ,5% ,5.5% ,6%) c'est un ciment à faible chaleur d'hydratation.

IV.3.5 - Effet du Chaleur d'hydratation Sur le Temps de prise (fin de prise):

On note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

- diminution de la chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse et le suivi par une augmentation de temps de prise final d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point visé 5.5% de gypse.
- augmentation la chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse à partir de point visé 6%de gypse et le suivi par une diminution de temps de prise final à partir du point visé 6% d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point visé 9%. (Figure 4-15).

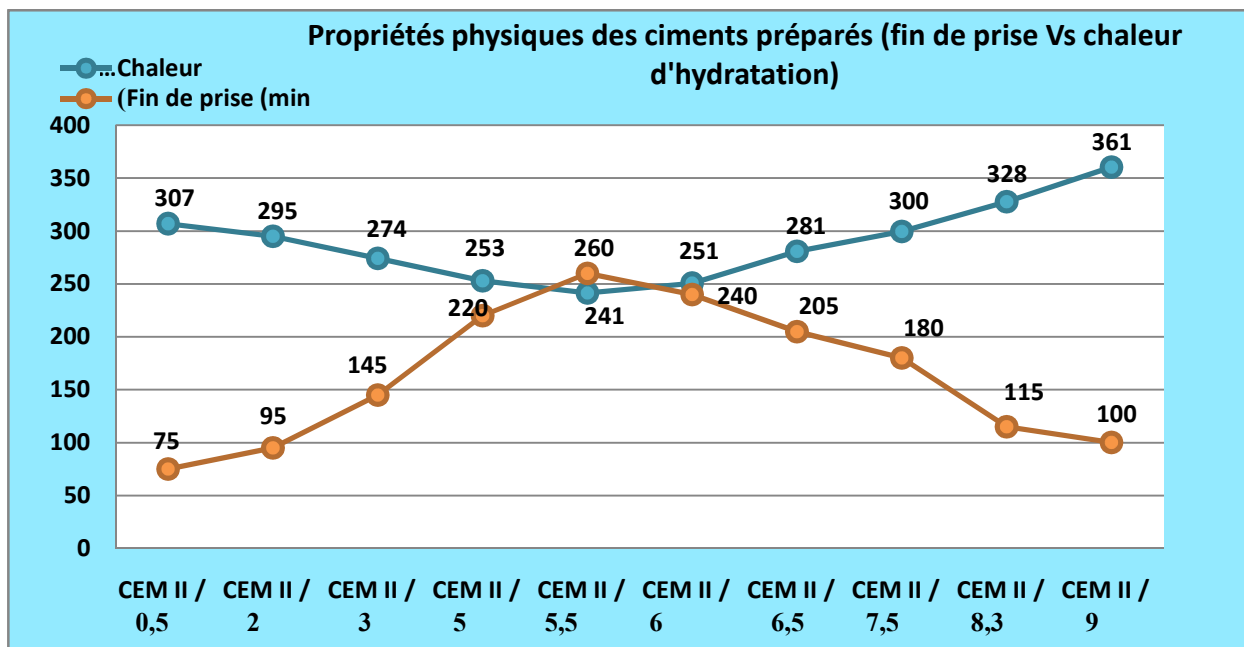


Figure 4-15: Effet chaleur d'hydratation en fonction du temps de prise (fin de prise) Sur le Temps de Prise (fin de prise):

IV.4 - La Relation entre la surface spécifique et les analyses granulométriques :

Selon la Figures (3-19), on note que la relation de surface spécifique et l'analyse granulométrique est une relation inverse avec l'augmentation du taux d'ajout gypse.

L'augmentation du taux d'ajout gypse augmente la surface spécifique et diminue la granulométrie des ciments.

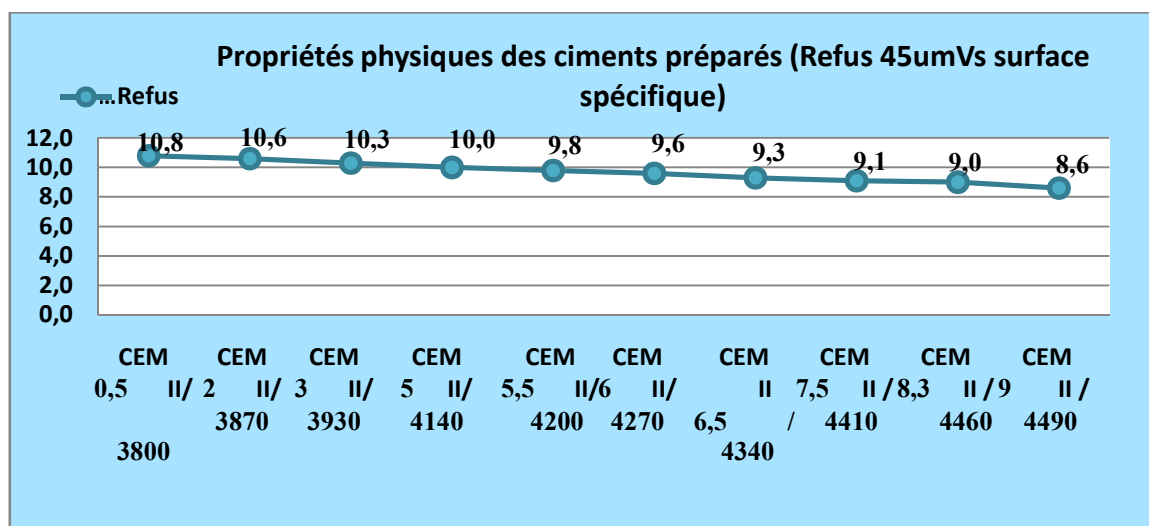


Figure 3-16: Effet de surface spécifique sur l'analyse granulométriques de ciment

(ALPINE)

IV.5 - Comparaison :

Dans cette étude, nous comparons le ciment préparée CEM II 05 (5.5% de gypse équivalent de 2.08 de sulfate SO₃sur le ciment préparé) avec le ciment (CEM II) de cimenterie Lafarge Holcim M'sila (Hammam Dalâa).

éléments	CEM 05 (5.5% de gypse »SO ₃ =2.08)	CEM CPJ (Matine 42.5) Lafarge Holcim (M'sila)	Différence	Tolérance (±)
Poids spécifique	3,05	3.04	0.01	0.02
Surface spécifique	4200	4160	40	80
Consistance normale (E/C)	28,6	28.60	0	0.7
Début de prise	190	150	40	20
Fin de prise	260	250	10	-
Expansion	1	1.5	0.5	1.5
Résistance de compression à 02j	22.00	23.2	1.20	1.5
Résistance de compression à 28j	47.60	45.2	2.4	2.5
Chaleur hydratation	241.40	255.5	14.1	-
Refus 45 µm	9.8	9.10	0.7	2.2
Refus 90 µm	1.2	0.9	0.30	-

Tableau 4-2 : Comparaison (CEM 05 (5.5% de gypse) Vs CPJ Lafarge Holcim (M'sila))

D'après le tableau (4.2) on remarque que les résultats obtenu est égale ou inférieur à la tolérance autorisé. Mais notre ciment préparé CPJ avec l'optimum de sulfate ($SO_3=2.08$) avec taux de gypse 5.5% donnée des bonnes résultats physico-chimiques et mécaniques par apport au ciment CPJ de Lafarge Holcim M'sila.

Et on a participé avec l'équipes laboratoire pour optimiser les sulfates de ciment CPJ Lafarge Holcim M'sila pour voir d'amélioré les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques.

Comparaison :

	Formules ont été proposées SO_3	Expérimentale CEM II/ 05 =SO_3
Lerch	2.69502	2,8
Haskell	2.66394	
Meissner	1.773	

Tableau 4-3 : Comparaison (CEM II /05 ($SO_3= 2.8$)) Vs formules ont été proposées SO_3

Ce travail est une recherche de l'optimum propriété physico-mécanique des pâtes de ciment et mortiers basé sur l'augmentation de pourcentage du gypse sur le ciment portland (CPJ - CEM II) de classe de résistances (32,5 - 42,5).

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que l'augmentation de gypse par différentes pourcentage est le principale responsable à l'amélioration de la réactivité rapide des ciments avec différent pourcentage du gypse et résistances mécaniques des mortiers.

Les divers résultats présentés dans ce mémoire précisent clairement les influences majeures de la variation du gypse des Les ciments composés avec ajouts minéraux (CPJ-CEM II) sur la cinétique d'hydratation des ciments (consistance - délais de prise et chaleur d'hydratation), sur les propriétés mécaniques des mortiers et aussi sur les variations dimensionnelles (retrait) et volumiques (gonflement) des pâtes de mortiers testés.

Les résultats obtenus dans cette étude expérimentale nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

* l'augmentation du taux de gypse dans le ciment influe sensiblement sur le besoin en eau nécessaire pour avoir une consistance normale.

* l'augmentation de la quantité de gypse incorporé dans le ciment à un effet significatif sur le surface spécifique de (Blaine) des ciments préparé.

* l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant:

- augmentation des temps de début et fin de prise à partir du taux minimal 0.5% de gypse jusqu'au le point d'ajout gypse 5.5% dû à l'hydratation des C_3A avec le gypse , (le gypse qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite) .

- l'augmentation du taux de gypse ralentir aux premiers âges de durcissement (à court terme) , avec des variations dimensionnelles et volumiques (retrait et gonflement) faibles .

* l'effet du taux de gypse sur la chaleur d'hydratation une diminution le taux de dégagement de chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 5.5% de gypse.

* augmentation le taux de dégagement de chaleur d'hydratation avec l'augmentation du taux de gypse à partir du point 6% d'une façon relativement linéaire jusqu'au le point 9%

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

- la nature et taux d'ajout utilisé dans le ciment dans notre cas le gypse et le calcaire.
- la nature minéralogique du clinker : plus les teneurs en aluminat tricalcique (C_3A) et silicate tricalcique (C_3S) sont élevées, plus la chaleur d'hydratation est forte.
- la température extérieure.

* les résistances à la compression de tous les tests de mortier augmentent régulièrement avec l'âge.

* La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage d'ajout gypse.

* L'influence du taux d'ajout gypse sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux (mortiers) donne un changement de type et classe de résistance de ciment (CEM II/32.5 vers 42.5 est chuté directement vers 42.5 et 32.5).

* les ciments CPJ aux différents pourcentage de gypse doivent être finement broyés entre ($4200\text{cm}^2/\text{g} - 4500\text{cm}^2/\text{g}$) et poids spécifique entre ($2.90\text{ t/m}^3 - 3,14\text{ t/m}^3$) afin de ralentir la cinétique d'hydratation des ciments à court terme (amélioration de la réactivité de CEM II) et assurer une bonne résistance mécanique du matériau :

Le sulfate de calcium (gypse) en général amène à une diminution de la vitesse d'hydratation du ciment et donc :

- A une augmentation du début de prise et fin de prise.
- A une augmentation des résistances à court terme 02j et long terme à 28j.
 - L'augmentation du taux d'ajout gypse de tous les ciments étudiés provoquent un faible retrait sur les mortiers étudiés jusqu'au le point 5.5% de gypse et forte retrait (augmentation des retraits) à partir de point 6% de gypse jusqu'au point 9% de gypse.

*les retraits à 28 jours sont inférieurs aux valeurs fixées par la norme NF P 15-433 et NA 440 qui sont pour les ciments CPA – CEM I

- $\leq 800 \mu\text{m/m}$ pour la classe 32,5
- $\leq 1000 \mu\text{m/m}$ pour la classe 42,5

-Enfin pour assurer une bonne qualité des ciments (CEM II) avec caractéristique physico-chimiques et mécanique conforme à la norme ; ciment durable toujours cherché l'optimum de gypse dans notre cas le taux de gypse optimum fixé a l'ordre de 5,5% et pour formalisé un ciment CEM II il faut utiliser :

- Un clinker a bonne broyabilité et des bonnes réactivités stockées dans un endroit à l'abri de l'humidité.
- Gypse de dureté moyenne (facile à broyer).
- Un gypse de bonne réactivité.
- Bonne qualité de gypse $\text{SO}_3 > 35\%$.
- Assure un bon broyage de ciment (broyage poussé).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Melle KHERROUBI Djamilia , Elaboration d'un éco-matériau par activation de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf par la chaux: caractérisation mécaniques des mortiers 1/3 , 2014 , P 4.
- [2] Melle GHERMAOUI Amina ,Effets de certains métaux sur les propriétés physico des mortiers de ciment de Béni pouzzolane , 2015, p 17 .
- [3] N orme EN 1997 – 1, Février 2001.
- [4] HADDOU Houria , Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif , 2015 , P 16 .
- [5] Djidel Fella , L'effet combiné de la cure et la substitution partielle du ciment par le laitier sur les propriétés mécaniques et physiques des mortier , 2015 , P 7 .
- [6] CHICOCHÉ Hamina Makhloufi , P 27
- [7] Boubakri M'hamed et Haddad Naoui , Influence l'ajout calcaire sur les caractéristiques physicochimiques et mécaniques des ciment, 2011, P 11 .
- [8] Boudraa Mohamed ET Chouiter Amar , Caractérisation physico – mécanique d'un ciment confectionne abas de laitier , 2012 , P 18 .
- [9] A.MEBROUKI «influence de la pouzzolane de Béni-Saf sur les caractéristiques mécaniques des mortiers » thèse de Magister- Université Mostaganem – juin 2003 , P 20 .
- [10] Document Lafarge Holcim. laboratoire physique PH5 2014.
- [11] N orme EN 1997 – 1, 2012.
- [12] Slaheddine Bouraoui , Effet des sulfates alcalins sur les propriétés des ciment avec et sans super plastifiant , 1997 , P 8 .
- [13] Stéphanie delaire , Etude de l'atténuation des efflorescences sur les matériaux cimentaires au moyen de produits Pouzzolanique , 2008 .
- [14] Matthieu BRIFFAUT , Étude de la fissuration au jeune âge des structures massives en béton: influence de la vitesse de refroidissement, des reprises de bétonnage et des armatures , 2010 , P 20
- [15] Aneur El Amine HAMAMI , Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires , 2009 , P 170.

- [16] P. M arteau , Mémoire roche et minéraux industriels gypse et anhydrite , 1993 ,P 1 .
- [17] A-Aydine Gunay –semra , Influence de la cinétique d'hydratation des phase aluminates en présence de sulfate de calcium sur celles des phases silicate : conséquences sur l'optimum de sulfatage du ciment , 2012 , P 33.
- [18] Emmanuel GUILLON , Durabilité des matériaux cimentaires - Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles , 2004 , P 9 .
- [19] P.C. Aïtcin rapport technique, non publié 1990.
- [20] Jélenic et A. Panovic, Halle R. et Gacesa T. Cern. Conc. Resc., 7, 239.
- [21] W.E. HaskeU, Rock Prod., 62, 110, 1959.
- [22] W.E.HaskeU,Rock pord , 62 , 110 , 1959 .
- [23] H.S Meissner , ASTM Bulletin , N0169 , 39 .
- [24] B.W. Ost, Ceram. Bulletin, N053, 573.
- [25] J. Skalny et J. F. Young, "Mechanism of Portland Cernent Hydration" 7th. int. congr. chern, cernent., Paris, 1980.
- [26] L. E. Copeland et Kantro D. L., "Hydration of portland cernent" 5th. Int. Symp. Chem. Cerne., Tokyo. 1968, V II p.387
- [27] J. Havlica et D-Roztocka "HydrationKinetics of calcium aluminate phases in the présence of various ratio of Ca²⁺ and SC)²⁻ ions in liquid phase" Cern. Conc. Resc., 23, 294-300, 1993.
- [28] E.Y. Ghorab et S.H. Abou el Foutouh, "The effet of lime and alkalis on the hydration of C3A in presence of gypsum" Wiss, Janey, Elstnerassociate, hc.-Northbook, II, 60062, USA.
- [29] L. E. Copeland et Kantro D. L., "Hydration of portland cernent" 5th. Int. Symp. Chem. Cerne., Tokyo. 1968, V II p.387
- [30] A. Bentur, " Effect of gypsum on the hydration and strength of C3S pastes", J. Am. Ceram. Soc., 59(5), 210 (1976).
- [31] [de Schutter, 02b] De Schutter G, (2002b), Fundamental study of early age concrete behaviour as a basis for durable concrete structures, Materials and Structures/Matériaux et Constructions, Vol. 35, pp 15-21
- [32] [de Borst et Van den Boogaard, 95] de Borst R, van den Boogaard A (1995), *Finite-element modelling of deformation and cracking in early-age concrete*. J Eng Mech, vol. 120(12), p. 2519–34.

[33] [de Schutter, 02b] De Schutter G, (2002b), Fundamental study of early age concrete behaviour as a basis for durable concrete structures, *Materials and Structures/Matériaux et Constructions*, Vol. 35, pp 15-21

[D'Aloia et Chanvillard, 02] D'Aloia, L. et Chanvillard G. (2002), *Determining the "apparent" activation energy of concrete E_a —Numerical simulations of the heat of hydration of cement*, *Cement and Concrete Research*, vol. 32(8), p.1277-1289.

[34] [de Schutter, 02b] De Schutter G, (2002b), Fundamental study of early age concrete behaviour as a basis for durable concrete structures, *Materials and Structures/Matériaux et Constructions*, Vol. 35, pp 15-21

[Bishnoi et Scrivener, 09] Bishnoi S., Scrivener K.L. (2009), *μic : A new platform for modelling the hydration of cements*, *Cement and Concrete Research*, vol.39, 2009.

[35] [de Schutter, 02b] De Schutter G, (2002b), Fundamental study of early age concrete behaviour as a basis for durable concrete structures, *Materials and Structures/Matériaux et Constructions*, Vol. 35, pp 15-21

[Bishnoi et Scrivener, 09] Bishnoi S., Scrivener K.L. (2009), *μic : A new platform for modelling the hydration of cements*, *Cement and Concrete Research*, vol.39, 2009.

[36] Sauvaget .C , Influence du rapport molaire SO_3/K_2O sur réaction chimique et son ouvrabilité , Thèse doctorat , 2001.

ANNEXE

Les Certificats de :

- 1- Prisometre vicat automatique.
- 2- Machine à la flexion et Compression.
- 3- Appareil Vibrante .
- 4- Malaxeur.
- 5- Moules prismatiques
- 6- Balance 220g.
- 7- Balance 4200g
- 8- Armoire humide.
- 9- Appareil de chaleur d'hydratation –Calorimètre de langavant .
- 10-Vicat manuel.
- 11-Sable normalisé.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 39 57 94 40 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

14-06-236-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : VICAT AUTOMATIQUE
Constructeur : ACMEL
Référence : P48
Numéro de série : 7666-M256
Identification : 833.G6010.000

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 22 °C
Humidité ambiante : 40%
Norme de référence : EN 196-3:2009
Observation : -

Equipements de référence utilisés :

Capteur température Testo 625 - n°02409091 + 02402987 - Certificat TESTO n°TH-3552 du 23/01/2014
Capteur température Chaîne de mesure de température HI935005/ Tc K - n°08282392 - Certificat COFRAC n°T-3555 du 28/01/2014
Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013
Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°14OME0590/04 du 26/05/2014

Conclusion : CONFORME

Selon la norme EN 196-3:2009, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°14-06-236-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°14-06-236-E.

Date de vérification : 07 Juin 2014

Vérification effectuée par : F. RANDE

Date d'émission : 08 Juin 2014

Validité : 1 an

Signature :


E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 39 57 94 40 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

14-06-201-V

Dé livré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : PRESSE DE FLEXION
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : 2010-010
Numéro de série : 1544
Identification : -

Afficheur :

Type : NUMERIQUE
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : 0510
Numéro de série : 718
Identification :

Caractéristiques :

Etendue de mesure (kN) : 10
Résolution (kN) : 0.01
Classe d'exactitude : 1
Indicateur de maximum : Oui
Automatique : Oui

Equipement de référence utilisé :

Type : Dynamomètre
Capteur de force : Etalon 10kN
Pont de mesure : Etalon 10kN
Numéro de série : 211944
Certificat COFRAC : M050190/1
Date d'émission : 30/05/2011

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 20.2 °C
Norme de référence : EN 196-1:2006
Méthode de vérification : Charge indiquée
Sens de sollicitation : Compression - Sens croissant
Observation : -

Conclusion : CONFORME

Selon la norme EN 196-1:2006, les résultats des mesures de l'indicateur de force notés dans le certificat d'étalonnage n°14-06-201-E sont déclarés conformes à la classe d'exactitude 1 de 1kN à 10kN suivant la limite des critères d'acceptation, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant le certificat d'étalonnage n°14-06-201-E.

Date de vérification : 09 Juin 2014

Validité : 1 an

Vérification effectuée par : J. MESSAGER

Signature :

Date d'émission : 10 Juin 2014

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 39 57 94 40 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

14-06-200-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : PRESSE CIMENT
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : 2010-010/1543
Numéro de série : 409
Identification : -

Afficheur :

Type : NUMERIQUE
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : 0510
Numéro de série : 718
Identification :

Caractéristiques :

Etendue de mesure (kN) : 200
Résolution (kN) : 0.1
Classe d'exactitude : 1
Indicateur de maximum : Oui
Automatique : Oui

Equipement de référence utilisé :

Type : Dynamomètre
Capteur de force : Etalon 200kN
Pont de mesure : Etalon 200kN
Numéro de série : P110YD
Certificat COFRAC : N050147/1
Date d'émission : 06/07/2012

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 19.2 °C
Norme de référence : EN 196-1:2006
Méthode de vérification : Charge indiquée
Sens de sollicitation : Compression - Sens croissant
Observation : -

Conclusion : CONFORME

Selon la norme EN 196-1:2006, les résultats des mesures de l'indicateur de force notés dans le certificat d'étalonnage n°14-06-200-E sont déclarés conformes à la classe d'exactitude 1 de 20kN à 200kN suivant la limite des critères d'acceptation, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant le certificat d'étalonnage n°14-06-200-E.

Date de vérification : 08 Juin 2014
Vérification effectuée par : J. MESSAGER
Date d'émission : 09 Juin 2014

Validité : 1 an
Signature :

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-162-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : TABLE VIBRANTE
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : 5533
Numéro de série : 026
Identification : 2

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 21 °C
Humidité ambiante : 54%
Norme de référence : NF EN 196-1:2006
Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°15OME0505/01 du 13/05/2015
Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013
Chronomètre Chronomètre RS 278698 - n°E2/10224 raccordé à l'étalon de référence Chronomètre Quantum - Certificat COFRAC n°08/189114/1 du 19/09/2014

Conclusion : CONFORME

Selon la norme NF EN 196-1:2006, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-162-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-162-E.

Date de vérification : 14 Juin 2015

Validité : 1 an

Vérification effectuée par : F. RANDE

Signature :

Date d'émission : 15 Juin 2015

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-166-V

Dé livré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : MALAXEUR A MORTIER
Constructeur : E2ME
Référence : 095R0010
Numéro de série : 001
Identification : -

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 21.6 °C
Humidité ambiante : 52.2%
Norme de référence : NF EN 196-1:2006
NF EN 196-3:2009
Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Cuvoscope Cuvoscope 4mm - n°X09146 - Certificat COFRAC n°15OME0505/05 du 13/05/2015
Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°15OME0505/01 du 13/05/2015
Tachymètre Tachymètre optique LUTRON DT6236C - n°S332089 raccordé à l'étalon de référence Tachymètre optique DT2234A - Certificat COFRAC n°08/189113/1 du 17/09/2014
Chronomètre Chronomètre RS 278698 - n°E2/10224 raccordé à l'étalon de référence Chronomètre Quantum - Certificat COFRAC n°08/189114/1 du 19/09/2014
Cuvoscope Cuvoscope 2mm - n°X09147 - Certificat COFRAC n°15OME0505/05 du 13/05/2015

Conclusion **CONFORME**

Selon la norme NF EN 196-1:2006, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-166-E sont déclarés CONFORMES suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.
Selon la norme NF EN 196-3:2009, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-166-E sont déclarés CONFORMES suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-166-E.

Date de vérification : 14 Juin 2015
Vérification effectuée par : J. MESSAGER
Date d'émission : 15 Juin 2015

Validité : 1 an
Signature :

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France

Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-200-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : MOULE 4X4X16
Constructeur : TONI TECHNIK
Référence : -
Numéro de série : 322
Identification : -

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 21.6 °C
Humidité ambiante : 52.2%
Norme de référence : NF EN 196-1:2006
Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Rugosimètre Rugosimètre TR100 - n°6110000005
Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013
Jauge de profondeur Jauge de profondeur 150mm - n°8000S07 - Certificat COFRAC n°15OME0505/02 du 13/05/2015
Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°15OME0505/01 du 13/05/2015
Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013
Rugosimètre Rugosimètre TR100 - n°6110000005
Duromètre Bloc de référence de dureté Rockwell - n°EP12143571 - Certificat UKAS n°197677 du 30/04/2012

Conclusion **CONFORME**

Selon la norme NF EN 196-1:2006, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-200-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-200-E.

Date de vérification : 13 Juin 2015
Vérification effectuée par : J. MESSAGER
Date d'émission : 14 Juin 2015

Validité : 1 an
Signature :

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-188-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : **BALANCE 220G**

Constructeur : **SARTORIUS**

Référence : **CP224S**

Numéro de série : **15307857**

Identification : **835.G3001.000**

Caractéristiques :

Portée maximum (g) : **220**

Portée minimum (g) : **-**

Résolution : **0.0001**

Condition de vérification :

Lieu de vérification : **Site**

Température ambiante : **25 °C**

Humidité ambiante : **45%**

Norme de référence : **FD P18-663:2005**

Observation : **-**

Equipements de mesure utilisés :

Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013

Conclusion : CONFORME

Selon la norme FD P18-663:2005, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-188-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-188-E.

Date de vérification : **15 Juin 2015**

Validité : **1 an**

Vérification effectuée par : **F. RANDE**

Signature :

Date d'émission : **16 Juin 2015**

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-186-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : **BALANCE 4200G**

Constructeur : **SARTORIUS**

Référence : **CP4201**

Numéro de série : **15307873**

Identification : -

Caractéristiques :

Portée maximum (g) : **4200**

Portée minimum (g) : -

Résolution : **0.1**

Condition de vérification :

Lieu de vérification : **Site**

Température ambiante : **21 °C**

Humidité ambiante : **54%**

Norme de référence : **FD P18-663:2005**

Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013

Conclusion : **CONFORME**

Selon la norme FD P18-663:2005, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-186-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-186-E.

Date de vérification : **15 Juin 2015**

Validité : **1 an**

Vérification effectuée par : **F. RANDE**

Signature :

Date d'émission : **16 Juin 2015**

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-163-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : ENCEINTE CLIMATIQUE
Constructeur : WEISS
Référence : WK3-600/0
Numéro de série : 58226126240010
Identification : -

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 21.6 °C
Humidité ambiante : 52.2%
Norme de référence : NF EN 196-1:2006
Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Capteur hygrométrie Testo 625 - n°02409091 + 02402987 - Certificat TESTO n°TH-3552 du 23/01/2014
Capteur température Testo 625 - n°02409091 + 02402987 - Certificat TESTO n°TH-3552 du 23/01/2014

Conclusion CONFORME

Selon la norme NF EN 196-1:2006, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-163-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-163-E.

Date de vérification : 13 Juin 2015 Validité : 1 an
Vérification effectuée par : J. MESSEGER Signature :
Date d'émission : 14 Juin 2015

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France
Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CERTIFICAT D'ETALONNAGE

15-06-180-E

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : CENTRALE DE CALORIMETRIE
Constructeur : PERRIER
Référence : S0705/L0071
Numéro de série : 301002
Identification : -
Etendue : 100 °C
Résolution : 0.1 °C

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site
Température ambiante : 25 °C
Humidité ambiante : 40 %
Norme de référence : NF EN 196-9:2012
Observation : -

Equipements de référence utilisés :

Capteur Chaîne de mesure de température HI935005/ Tc K - n°08282392 - Certificat COFRAC n°1T150266c du
température 26/02/2015

Caractéristiques vérifiées :

Température de référence (°C)	Voie 1 (°C)	Voie 2 (°C)
27,20	26,75	26,35
33,10	31,15	32,16
42,50	40,76	41,16
52,40	50,37	51,47
65,10	63,76	64,85
85,10	83,91	84,80
91,50	89,89	90,98
-	-	-
-	-	-
-	-	-

Date de calibration : 15 Juin 2015

Calibration effectuée par : F. RANDE

Date d'émission : 16 Juin 2015

Validité : 1 an

Signature :

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

L'incertitude élargie (K=2) mentionnées correspondent respectivement aux incertitudes indiquées dans chacun des certificats de raccordement des équipements de référence utilisés.



E2ME - Equipements et Maintenance de Machines d'Essais

40 bis rue Pierre Brossolette 78500 Sartrouville France

Tel : +33 (0)9 64 18 78 97 Fax : + 33 (0)1 30 99 59 55 Mail : info@e2me.fr

CONSTAT DE VERIFICATION

15-06-182-V

Délivré à : LAFARGE CIMENT DE MSILA
USINE DE M'SILA
HAMMAM DALAA
ALGERIE

ORIGINAL

Equipement vérifié :

Type : VICAT MANUEL

Constructeur : BERATEST

Référence : E055N

Numéro de série : E055NZH/0223

Identification : -

Condition de vérification :

Lieu de vérification : Site

Température ambiante : 21.6 °C

Humidité ambiante : 52.2%

Norme de référence : NF EN 196-3:2009

Observation : -

Equipements de mesure utilisés :

Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013

Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°15OME0505/01 du 13/05/2015

Capteur température Testo 625 - n°02409091 + 02402987 - Certificat TESTO n°TH-3552 du 23/01/2014

Pied à coulisse Mitutoyo CD-15CPX - 150mm - 0.01mm - n°08468033 - Certificat COFRAC n°15OME0505/01 du 13/05/2015

Série de poids Série de poids 1g à 5kg F1 - n°G1313938 - Certificat DKD n°G2-491 du 29/01/2013

Capteur température Chaîne de mesure de température HI935005/ Tc K - n°08282392 - Certificat COFRAC n°1T150266c du 26/02/2015

Conclusion **CONFORME**

Selon la norme NF EN 196-3:2009, les résultats des mesures notés dans le rapport de vérification d'étalonnage n°15-06-182-E sont déclarés conformes suivants les écarts maximums tolérés, sans tenir compte de l'incertitude de mesure.

Résultats, incertitudes, moyens de mesures et conditions d'environnement suivant certificat d'étalonnage n°15-06-182-E.

Date de vérification : 14 Juin 2015

Validité : 1 an

Vérification effectuée par : J. MESSEGER

Signature :

Date d'émission : 15 Juin 2015

E2ME sarl
40 Bis rue Pierre Brossolette
78500 Sartrouville - FRANCE
Tél +33 (0)9 64 18 78 97 - info@e2me.fr
RCS Versailles 510497027 Capital 26000€

Ce document est réalisé suivant les recommandations du fascicule de documentation X 07-011 définissant le constat de vérification, il peut être utilisé pour démontrer le raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux ou internationaux, sous réserve qu'il réponde aux recommandations du fascicule de document X 07-015.

La reproduction de ce constat n'est autorisée que sous la forme d'un fac-similé photographique intégral. Ce document ne peut pas être utilisé en lieu et place d'un certificat d'étalonnage.



Société Nouvelle du Littoral

Siège Social & Usine : Z.A. – BP 9 – 11370 LEUCATE (France)

Tél. : 33 (0) 4 68 40 14 05 – Fax : 33 (0) 4 68 40 92 72

Internet : www.s-n-l.fr - e.mail : contact@s-n-l.fr • s.n.l@wanadoo.fr

SABLE NORMALISE CEN
CERTIFIE CONFORME –
EN 196.1 par l'AFNOR et conforme ISO 679

**SABLE NORMALISE CEN CERTIFIE
CONFORME EN 196-1
SABLE NORMALISE ISO
CONFORME ISO 679**

Contrôlé par le Laboratoire d'Essais des Matériaux
de la Ville de Paris (L.E.M.V.P.)
4 Avenue du Colonel Henri Rol-Tanguy
75014 PARIS

Méthodes d'essais des ciments
Sable pour mesure des résistances mécaniques

1- CARACTERISTIQUES

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 arrondi. 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).

2- CONTROLES

La composition granulométrique déterminée par tamisage est conforme aux exigences des normes EN 196-1 (§ 5) et ISO 679 : 2009 (§ 5).

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).

3- CONFORMITE

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.

MAJ : 1 - 05/11



S.N.L. fondée en 1910 – SAS capital 250 000 € - NIF FR 93 976 750 257 – SIRET 976 750 257 00025 APE 0812Z
Certifiée pour la PREPARATION DU SABLE NORMALISE CEN POUR LA DETERMINATION DES RESISTANCES MECANIQUES DES CIMENTS

