

REMERCIEMENTS

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

Je tiens à remercier :

Monsieur NACERI ABDELGHANI, Maître de conférences, pour l'honneur qu'il m'a fait d'encadrer ce travail, pour sa disponibilité, pour son écoute, pour ses grandes qualités pédagogiques ainsi que pour sa rigueur scientifique, pour l'aide très précieuse et l'intérêt constant qu'il a bien voulu montrer pour ce travail qu'il a guidé par de judicieux conseils, qui a bien su me communiquer pour mener au mieux cette étude

Monsieur BEDDAR MILOUD, Maître de conférences Président de jury, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de soutenance, je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance.

Monsieur BOUDAUD ZINE EDDINE, Maître de conférences pour l'honneur qu'il m'a fait d'être examinateur de ce travail et je tiens à lui exprimé ma grande satisfaction pour la stricte et bénéfique formation durant toute l'année théorique.

Monsieur BENOUIS ABDELHALIM, Maître de conférences pour l'honneur qu'il m'a fait d'être examinateur de ce travail malgré le trajet fatigant et long pour rejoindre l'université de M'Sila.

Monsieur BELAGRAA LARBI, Maître assistant charge de cours d'avoir accepté de faire partie du jury et je tiens à lui exprimer mes profonds respects.

J'exprime ma profonde gratitude à tous le personnel du laboratoire de la cimenterie de HAMAM DALAA.

Je remercie Monsieur CHARA AMMAR, BELKADI MUSTAPHA du centre de recherche et du développement de la Sonatrach « C.R.D » Boumerdes.

Je remercie le chef de département Mr SENDJAK et Mme MILOUD enseignante à l'institut Algérien de pétrole (I.A.P) Boumerdes.

Je remercie vivement toutes les personnes du laboratoire du centre des études technologiques et de l'industrie des matériaux C E T I M situé dans la ville de Boumerdes qui m'ont aidé durant toute la période des travaux et plus particulièrement la directrice M^{lle} Sahraoui et le directeur du laboratoire Mr Daoudi.

Je remercie très chaleureusement tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce travail.

INFLUENCE DE L'AJOUT POUZZOLANIQUE (Argile cuite) SUR LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES CIMENTS

RESUME

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 et béton). 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 ciment par l'ajout pouzzolanique (déchet de briques d'argile) dans le mortier. Cette étude expérimentale consiste à préparer un ciment avec addition minérale en remplaçant un certain pourcentage de clinker par l'ajout pouzzolanique (déchet de briques d'argile). L'ajout pouzzolanique substitué à divers pourcentages (0%, 5%, 10%, 15% et 20%) est le déchet de briques cuites récoltés d'une briqueterie (usine de fabrication des briques). Dans cette étude, nous avons fait varier le pourcentage de l'ajout pouzzolanique (déchet de briques) dans le ciment par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par l'argile calcinée) afin d'étudier son effet sur les propriétés physico-chimiques du ciment confectionné avec l'addition minérale et le comportement mécanique du mortier. Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et l'état hydraté (composition chimique, temps de broyage, poids spécifique, finesse, distribution des particules, consistance des pâtes de ciment et temps de prise), ainsi que les caractéristiques des mortiers préparés à leurs bases, telles que, le retrait, le gonflement, le comportement mécanique (résistances mécaniques à la compression et à la flexion) et la microstructure du mortier ont été étudiées. D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la quantité d'ajout pouzzolanique (argile calcinée) et la composition chimique du ciment confectionné sont les principaux paramètres qui influent sur la variation des résistances mécaniques (flexion et compression) des mortiers testés.

Mots-clés : Ajout pouzzolanique, argile cuite, ciment et propriétés physico-chimiques.

INFLUENCE OF THE POZZOLANIC ADMIXTURE (calcined clay) ON THE PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF CEMENTS

ABSTRACT

The supplementary cementing 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). Furthermore, to the extent 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 presents a study of the advantages and the possibility of the partial replacement of cement by pozzolanic admixture (waste clay bricks) in mortar. This experimental study consists to made the cement with mineral admixture while replacing a certain percentage of clinker by pozzolanic admixture (waste clay bricks). The pozzolanic admixture substituted at various percentages (0%, 5%, 10%, 15% and 20%) is the waste fired bricks collected of a manufacturing unit (factory of manufacture of bricks). In this study, we varied the percentage of the pouzzolanic admixture (waste bricks) in cement by the substitution method (partial replacement of the clinker by the calcined clay) to study its effect on the physico-chemical properties of cement manufactured with mineral addition and mortar mechanical behaviour. 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 behaviour (flexural and compressive strengths) for the mortar were studied. According to the experimental results obtained, it comes that the quantity of mineral additive (calcined clay) and the chemical composition of cement manufactured are the principal parameters who influence on the variation of the mechanical strengths (flexural and compressive) of the mortars tested.

Key-words : Pozzolanic admixture, calcined clay, cement, and physico-chemical properties.

تأثير المادة البوزولانية المضافة (الطين المحروق) على الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للإسمنت

ملخص :

إن تدعيم إستعمال الإضافات الإسمنتية هي حاليا جزء من التطورات الأخيرة في إنتاج الإسمنت ، مما أدى إلى تحسن كبير للخصائص الميكانيكية للمواد الإسمنتية (المونة و الخرسانة). وعلاوة على ذلك ، إن استعمالها يؤدي إلى انخفاض في استهلاك مادة الكلنكر و يساهم في حل المشاكل البيئية بطريقة بسيطة و اقتصادية. الغرض من هذا العمل التجريبي هو دراسة مزايا وإمكانية طريقة الاستبدال الجزئي للإسمنت بالمادة البوزولانية المضافة (بقايا الأجر الطيني) في المونة. تهتم هذه الدراسة التجريبية إلى تحضير إسمنت ذات إضافات معدنية باستبدال نسبة مئوية معينة من مادة الكلنكر بالمادة البوزولانية المضافة (بقايا الأجر الطيني). إن المادة البوزولانية المضافة المستعملة كمادة استبدالية بنسب مختلفة (0 % ، 5 % ، 10 % ، 15 % و 20 %) هي بقايا الأجر المحروق التي جمعت من وحدة تصنيع الأجر (مصنع الأجر). لقد قمنا في هذه الدراسة بتغيير نسبة المادة البوزولانية المضافة (بقايا الأجر) في الإسمنت باستعمال طريقة الاستبدال (التغيير الجزئي لمادة الكلنكر بالغضار المحروق) لدراسة أثره على الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للإسمنت المحضر بالمادة المعدنية المضافة و كذلك المقاومة الميكانيكية للمونة. إن الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للإسمنت المحضر بالمادة المعدنية المضافة في الحالة الجافة و المبللة (التركيب الكيميائي ، زمن السحق ، الوزن النوعي ، النعومة ، التوزيع الحبيبي ، القوام القياسي للعجينة الإسمنتية و زمن الشك) و كذلك مميزات المونة في الحالة الصلدة ، منها التقلص ، الانتفاخ و المقاومة الميكانيكية (مقاومة الضغط و الانحناء) و كذلك البنية البلورية تم تحديدهم خلال هذا العمل التجريبي. ووفقا لنتائج التجارب التي حصل عليها ، يتبين لنا أن كمية المادة البوزولانية المضافة (الطين المحروق) والتركيب الكيميائي للإسمنت المصنعة هي العوامل الرئيسية التي تؤثر على تغيير المقاومة الميكانيكية (مقاومة الضغط و الانحناء) للمونة المختبرة.

مفاتيح : المادة البوزولانية المضافة ، الطين المحروق ، الإسمنت و الخصائص الفيزيائية و الكيميائية.

SOMMAIRE

RESUME	I
ABSTRACT	II
ملخص	III
INTRODUCTION.....	1

PREMIER CHAPITRE SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1-1 LES ARGILES	3
1-1-1 Les grande familles de minéraux argileux	4
1-1-2 Classification et nomenclature des minéraux argileux.....	5
1-1-2-1 Les types de minéraux argileux.....	5
1-1-2-2 Les espèces des minéraux	5
1-1-2-3 La famille des minéraux interstratifiés.....	6
1-2-2-4 Les minéraux à couches discontinues et à faciès fibreux.....	7
1-1-2-5 Relation entre la taille entre des particules fines et leur nature minéralogique	7
1-1-2-6 <i>Minéraux argileux assembles en feuillets</i>	8
1-1-2-6-1 <i>La kaolinite</i>	8
1-1-2-6-2 <i>L'illite</i>	9
1-1-2-6-3 <i>La montmorillonite</i>	9
1-1-2-7 <i>Les minéraux associés aux minéraux argileux</i>	10
1-1-2-7-1 <i>Les minéraux du fer</i>	10
1-1-2-7-2 <i>Le quartz</i>	10
1-1-3 Argile calcinée	10
1-1-3-1 Mode d'obtention	10
1-1-3-2 Composition chimique.....	11
1-1-3-3 Composition minéralogique	11
1-1-4 Domaine d'utilisation	12
1-1-4-1 Matériaux de construction.....	12
1-1-4-2 Ciments composes.....	12
1-1-4-3 Utilisation générales	12
1-1-4-4 Les méthodes d'études des minéraux argileux	13
1-1-5 Rôle d'argile calcinée	14
1-1-6 Réactivité pouzzolanique des argiles calcinée	14
1-2 LES AJOUTS MINERAUX	14
1-2-1 Additions a propriétés hydrauliques	15
1-2-2 Additions a propriétés pouzzolaniques	15
1-2-3 Le sulfate de calcium.....	16
1-3 LIANTS HYDRAULIQUES : LE CIMENT	16
1-3-1 Le clinker	17
1-3-1-1 <i>Préparation de la matière première</i>	17
1-3-1-2 Broyabilité du clinker	17
1-3-1-3 Qualité du clinker	18
1-3-1-4 Principales catégories de ciments.....	18
1-3-2- Les constituants anhydres du ciment (CPA)	18

1-3-2-1	Composition chimique	18
1-3-2-2	Performances des ciments	19
1-3-2-3	Composition minéralogique.....	20
1-3-2-4	Fiabilité de la composition potentielle de bogue	21
1-3-2-5	Composition chimique des minéraux.....	22
1-3-3	Réactivité hydraulique des constituants du clinker	22
1-4	HYDRATATION DU CIMENT PORTLAND (CPA)	24
1-4-1	Théories de la prise et du durcissement du ciment	24
1-4-2	Théorie de le chatelier.....	30
1-4-3	Théorie de micaellis	30
1-4-4	Recherche en cours	30
1-4-5	Conclusion.....	31
1-4-6	Evolution de la structure de la pâte de ciment portland	31
1-4-7	Chaleur d'hydratation	33
1-4-8	Facteurs influençant la cinétique d'hydratation	35
1-4-8-1	La classe du ciment	35
1-4-8-2	La granulométrie.....	35
1-4-8-3	La température.....	35
1-4-8-4	L'eau de gâchage	35
1-4-8-5	Composes solubles	35
1-4-9	Echelonnement des réactions d'hydratation.....	35
1-5	ACTIVITE POZZOLANIQUE	36
1-5-1	Estimation de l'activité pouzzolanique	36
1-5-2	Nature des hydrates formes lors de la réaction pouzzolanique	36
1-5-2-1	Hydratation des ciments aux pouzzolanes	36
1-5-2-2	Propriétés des ciments aux pouzzolanes	37
1-6	PROPRIETE DES MORTIERS ET BETONS RENFERMANT DES POZZOLANES	38
1-6-1	Temps de prise	38
1-6-2	Chaleur d'hydratation	38
1-6-3	Résistance mécanique	38
1-6-4	Résistance aux sulfates	38
1-6-5	Résistance a l'expansion alcali -silice.....	39
1-6-6	Retrait de séchage.....	40
1-7	RETRAIT	40
1-7-1	Facteurs influençant le retrait.....	40
1-7-2	Types de retrait.....	40
1-7-2-1	1 Le retrait thermique	40
1-7-2-2	Retrait hydrique.....	40
1-8	INTERET ECONOMIQUE ET TECHNIQUE	42
1-8-1	Intérêt économique	42
1-8-2	Intérêt technique	42
1-9	DIFFRACTION PAR RAYON X.....	43
1-9-1	Principes de la diffraction (analyse des phases)	43
1-9-2	Avantages d'utilisation du diffractomètre dans l'industrie du ciment	45
1-10	MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.....	46

DEUXIEME CHAPITRE EXPERIMENTATION

2-1 INTRODUCTION	47
2-1-1 Caractérisation des matériaux utilisés	47
2-1-1-1 Ciment avec ajout pouzzolanique (déchet de briques)	47
2-1-1-2 Mélange pouzzolanique (déchet de briques)	47
2-1-1-3 Calcination d'argile	47
2-1-1-4 Composition chimique de l'argile crue	48
2-1-1-5 Composition chimique de l'argile calcinée	48
2-1-1-6 Diffraction par rayons x	48
2-1-2 Le clinker	49
2-1-2-1 Composition chimique	50
2-1-2-2 Composition minéralogique	50
2-1-2-3 Modules caractéristiques	50
2-1-3 Le gypse	50
2-1-3-1 Composition chimique	50
2-2 PROCEDE DE PREPARATION DES DIFFERENTS TYPES DE CEMENTS	51
2-2-1 Composition pondérale des différents ciments	51
2-2-2 Le broyage	51
2-2-3 Evolution du temps de broyage	51
2-2-4 Analyse chimique des différents ciments préparés	52
2-3 L'EAU DE GACHAGE	53
2-4 LES GRANULATS (sable)	53
2-4-1 Caractéristiques physiques du sable	53
2-4-2 Analyse granulométrique	54
2-4-3 Analyse chimique	55
2-5 METHODES D'ESSAIS	56
2-5-1 Essais sur ciment anhydre	56
2-5-1-1 Masse volumique absolue	56
2-5-1-2 Mesure de la finesse du ciment	56
2-5-1-3 Analyse granulométrique	57
2-5-2 Essais sur ciment hydrate	59
2-5-2-1 Essai de consistance	59
2-5-2-2 Essai de prise	60
2-5-2-3 Essai de stabilité	61
2-5-3 Essais sur mortiers	62
2-5-3-1 Mortier normal a e/c variable	62
2-5-3-2 Préparation des éprouvettes et déroulement des essais	62
2-5-3-3 Mesure du retrait sur éprouvette de mortier normal	63
2-5-3-4 Analyse des paramètres physiques des mortiers	64
2-5-3-4-1 Microscope électronique a balayage	64
2-5-4 Mortier a base de matériaux locaux	64
2-5-4-1 Mortier frais	64
2-5-4-2 Consistance du mortier frais	64
2-5-4-3 Résistance a la flexion et a la compression	65
2-5-4-4 Essai de compression	65
2-5-4-5 Essai de flexion	65

TROISIEME CHAPITRE RESULTAT EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

3-1 INTRODUCTION	66
3-2 FACTEURS DE QUALITE DU CLINKER	66
3-2-1 Broyabilité du clinker	66
3-2-2 Qualité du clinker.....	66
3-3 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LE TEMPS DE BROYAGE DU CIMENT	66
3-4 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LE POIDS SPECIFIQUE DU CIMENT.....	67
3-5 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LA PATE DE CIMENT	68
3-5-1 Influence de la teneur en argile calcinée sur la consistance et la prise	68
3-5-2 Influence de la teneur en argile calcinée sur la stabilité du ciment	70
3-5-3 Influence de la teneur en argile calcinée sur les teneurs en oxydes	70
3-6 INFLUENCE D'ARGILE CALCINEE SUR LE MORTIER NORMAL	71
3-6-1 Résistance a la compression.....	71
3-6-2 Résistance a la flexion	73
3-7 EFFET DE LA TENEUR DE L'AJOUT POUZZOLANIQUE (EFFET CHIMIQUE) SUR LE RETRAIT ET LE GONFLEMENT	74
3-8 COMPORTEMENT MECANIQUE DU MORTIER A BASE DE SABLE DE DUNE	75
3-8-1 Influence de la teneur de l'argile calcinée sur la résistance a la compression et la flexion.....	75
3-9 AVANTAGE DES CIMENTS AUX POUZZOLANES	78
3-10 Diffraction par rayon X	78
3-10-1 Analyse de l'argile crue	78
3-10-2 Composition Approchée Des Déchets De Brique	78
3-11 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	79
3-12 GRANULOMETRIE A LASER.....	80
3-13 EVALUATION DE L'ACTIVITE POUZZOLANIQUE	82
3-13-1 Evaluation de l'activité pouzzolanique	82
3-13-2 Gains de résistance pour les différents mortiers	82
3-13-4 Indice d'activité pouzzolaniques.....	83

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives	86
1 Conclusion générale	86
2 Perspectives (futurs travaux)	88

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXE

INDEX DES TABLEAUX

INDEX DES FIGURES

INTRODUCTION

1. CONTEXTE

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

La réduction de la proportion du clinker dans la fabrication du ciment avec ajout minérale présente les avantages suivants :

- élimination et valorisation d'un déchet industriel (sous produit),
- réduction de la consommation thermique,
- réduction des émissions de CO₂.

Les émissions de CO₂ lors de la fabrication du ciment proviennent de différentes sources :

- CO₂ matière provenant de la décarbonatation (52%) du calcaire (CaCO₃),
- CO₂ thermique (48%) provenant de la combustion lors de la cuisson.

Les pouzzolanes sont des matériaux naturels ou artificiels riches en silice et en alumine capables de réagir avec la chaux en présence de l'eau et de former à l'issue de cette réaction des produits manifestant des propriétés liantes. Les principales pouzzolanes sont : les matériaux volcaniques (cendre, scorie . . .), les cendres des centrales thermiques, les laitiers des hauts fourneaux et les déchets de briques et tuiles cuites (argile calcinée). La chaux libérée au cours de l'hydratation des composés du clinker réagit avec le matériau pouzzolanique à l'intérieur du matériau cimentaire pour former des nouveaux composés qui participent aux résistances mécaniques du mortier ou du béton.

L'utilisation des sous-produits comme matériau de substitution (remplacement partiel de ciment) a les avantages économiques, environnementaux et techniques importants tels que : la réduction de la quantité de déchets, rendre l'environnement plus propre, réduire le besoin en énergie et amélioration des propriétés des matériaux cimentaires (mortier et béton).

2. OBJECTIFS

L'objectif principal de cette étude expérimentale consiste à étudier l'influence de l'ajout pouzzolanique (déchets de brique cuite) sur les caractéristiques physico-chimiques des ciments confectionnés ainsi que la résistance mécanique et la microstructure du mortier testé.

Cette recherche consiste à faire varier le pourcentage de l'ajout pouzzolanique dans le ciment (effet chimique) par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par l'ajout pouzzolanique d'origine minérale).

Cette étude comporte deux grandes parties :

- une étude physico-chimique de l'ajout pouzzolanique (argile cuite) et des ciments préparés à leurs bases (Fluorescence aux rayons X «F.R.X», Perméabilimètre de Blaine «P.B», Granulométrie à laser «G.L», Diffraction aux rayons X «D.R.X»).
- et une étude microstructurale (Microscopie électronique à balayage «M.E.B» des des échantillons de mortiers testés.

Ce travail vise à examiner l'influence de l'ajout pouzzolanique sur la réactivité (cinétique d'hydratation) des ciments préparés à leurs bases ainsi que la réponse mécanique et la microstructure des mortiers confectionnés à base des ciments aux ajouts minéraux. Ceci dans le but d'améliorer la degré d'hydratation (prise et le durcissement) des ciments aux ajouts minéraux et d'augmenter le taux d'incorporation de l'ajout pouzzolanique dans le ciment pour une meilleure utilisation des additions pouzzolaniques dans l'industrie cimentière.

Cette recherche a pour but d'analyse des propriétés physiques et chimiques de l'ajout pouzzolanique et des ciments préparés à l'état anhydre et à l'état hydraté (composition chimique, poids spécifique, distribution des particules, finesse, consistance des pâtes de ciments et délais de prise) ainsi que les caractéristiques des mortiers confectionnés à base de ciments aux ajouts minéraux, telles que, le retrait, le gonflement, la microstructure et les réponses mécaniques (R_f et R_c) des mortiers testés.

3. METHODOLOGIE DU TRAVAIL

Le manuscrit s'articule autour des points suivants :

Le premier chapitre de ce travail est destiné à l'étude bibliographique. Dans cette partie nous avons exposé les travaux réalisés sur les argiles, les ajouts minéraux, l'hydratation des ciments, l'activité des pouzzolanes, propriétés des mortiers et bétons contenant des pouzzolanes, retrait, etc

Le deuxième chapitre est consacré à l'expérimentation. Nous présentons dans cette partie la caractérisation des matériaux utilisés (déchets d'argile cuite, clinker, gypse et sable) et les méthodes d'essais réalisés sur les ciments préparés et mortiers.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus et les discussions tirées lors de cette étude.

Enfin, **dans la conclusion générale**, on présente les principaux résultats dégagés lors de cette étude ainsi que les futures perspectives en terme d'expérimentation pour une meilleure utilisation de l'addition minérale (ajout pouzzolanique) pour la confection des ciments avec ajouts secondaires.

PREMIER CHAPITRE

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1-1 LES ARGILES

L'argile est une matière première utilisée depuis la plus haute antiquité. Le mot argile vient du grec "argilos" dérivé de "argos" qui veut dire blanc, ou du latin "argila"; c'est la couleur du matériau utilisé en céramique qui a conduit les anciens à lui donner ce nom [1].

Les argiles sont donc des aluminosilicates plus ou moins hydratés et la majorité des matériaux argileux appartiennent au groupe des silico -aluminates phylliteux. Ils sont organisés en couches planes infinies constituées d'unités structurales tétraédriques et octaédriques reliées par leurs sommets. Ce type de structure à très grande surface spécifique associée à des caractéristiques physico-chimiques très particulières, explique la capacité des argiles à admettre de nombreux échanges de cations et d'anions dans le réseau ou adsorbés en surface.

A l'état de fines particules, les minéraux argileux sont les constituants de nombreuses formations géologiques et des sols particulièrement recherchés pour certains types de cultures. En outre, les argiles ont un rôle dans le domaine des pesticides.

De nos jours, l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 (de 45 à 60%) et Al_2O_3 (de 20 à 40%), grâce à sa plasticité, elle connaît un nouvel essor dans la construction, la céramique industrielle et artisanale, l'industrie pharmaceutique et la poterie.

Les briques d'aluminosilicates servent au revêtement des hauts fourneaux, des fours d'affinage et de nombreux fours de laboratoire. On élabore aussi, des matériaux céramiques plus durs que la porcelaine et la faïence traditionnelle, ainsi que des couronnes dentaires à base de quartz -alumine.

De nombreux travaux réalisés ou en cours, sont relatifs à l'utilisation des minéraux argileux comme la montmorillonite ou les inter -stratifiés riches en smectites, pour la fonderie. De même, les argiles comme la kaolinite et certains mélanges de minéraux argileux, ayant une activité catalytique, favorisent la polymérisation du styrène.

La majorité des céramiques sont issues de matières premières minérales silico -alumineuses compactées et consolidées par frittage. Les matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes de minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables. Les critères de choix des utilisateurs sont moins liés à la composition chimique globale des matériaux argileux qu'à leur comportement pendant les différentes étapes de la fabrication des produits céramiques.

1-1-1 Les grandes familles de minéraux argileux

La structure de base de silicates phylliteux comme de tous les silicates est l'ion SiO_4^{4-} , où le silicium est tétra coordonné par rapport à l'oxygène Figure 1-1.

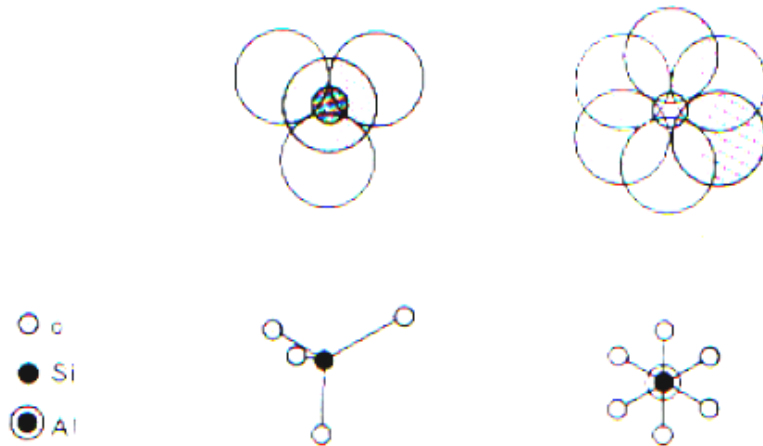


Figure 1-1 constitution d'un tétraèdre et d'un octaèdre [1]

L'ion aluminium Al^{3+} peut être éventuellement tétra coordonné, jouant ainsi le même rôle que SiO_4^{4-} ; mais il est le plus souvent le centre d'un octaèdre et est alors hexa coordonné. Ceci est possible à cause des rayons ioniques $r_{\text{Al}^{3+}}/r_{\text{O}^{2-}}$ qui vaut 0.43. Cette valeur est en effet proche de 0.414 qui est le rapport frontière entre le domaine de la coordinence tétraédrique et celui de la coordinence octaédrique.

Fréquemment de faible granulométrie, les argiles sont des minéraux mal cristallisés et hydratés, de forme lamellaire ou fibreuse. Ils sont souvent présents en mélanges complexes d'espèces. Les minéraux argileux sont formés par l'empilement de feuillets eux même constitués d'un empilement de couches. L'équidistance réticulaire "d" est la somme des épaisseurs du feuillet et de l'inter feuillet (Figure 1-2).

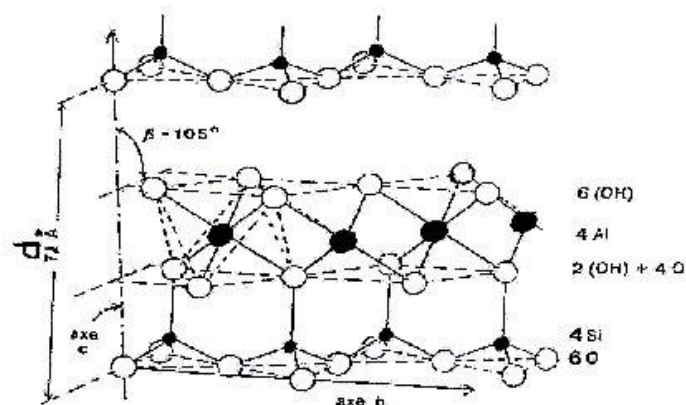


Figure 1-2. Notion de feuillet, inter feuillet (structure) et de distance réticulaire d pour un minéral de type 1:1 (groupe de kaolinite $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$). [1]

Selon les critères suivants, il est possible de distinguer les types de minéraux argileux phylliteux par:

- Le nombre de couches d'octaèdres et de tétraèdres dans le feuillet élémentaire (une ou deux).
- L'équidistance entre deux feuillets dans les conditions naturelles.
- La variabilité de l'équidistance entre deux feuillets sous l'action de traitement variés.

1-1-2 CLASIFICATION ET NOMENCLATURE DES MINÉRAUX ARGILEUX

1-1-2-1 Les types de minéraux argileux

Selon le nombre de couches octaédriques (O) et tétraédriques (T) , on distingue trois principaux types de minéraux[1,2]:

- Les minéraux de type 1:1 (ou T-O) à une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdre (succession de trois couches d'oxygènes constituent le feuillet).L'équidistance caractéristique est d'environ 7.1 Å. A ce type correspond le groupe de la kaolinite.
- Les minéraux de type 2:1 (ou T-O-T) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques (succession de quatre couches d'oxygènes constituent le feuillet). L'équidistance caractéristique varie de 9.4 à 15 Å selon le contenu de l'inter feuillet. A ce type correspondent les groupes du talc, des smectites, des vermiculites et celui des micas.
- Les minéraux de type 2:1:1(T-O-T-O) à une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques et un enter feuillet constitué par une couche d'octaèdres (succession de six couches d'oxygènes constituent le feuillet) L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14Å; à ce type correspond le groupe de la chlorite.

1-1-2-2 Les espèces de minéraux argileux.

Selon la nature et donc l'épaisseur de l'inter feuillet on distingue les principales espèces de minéraux argileux suivantes tableau 1-1:

- 1:1 (ou T-O) sans inter feuillet, l'équidistance réticulaire est alors de 7.1Å; exemple la kaolinite. Avec de l'eau comme inter feuillet, l'équidistance réticulaire est de 10.1 Å; C'est le cas de l'halloysite.
- 2:1 (T-O-T) sans inter feuillet, l'équidistance réticulaire varie de 9.2 à 9.3 Å; exemple de la pyrophyrite. Avec un inter feuillet constitué de cations; l'équidistance de base est de 10Å : exemple de micas. Avec des cations alcalins ou alcalino -terreux fortement solvatés dans l'inter feuillet, l'équidistance réticulaire varie de 14 à 15 Å : C'est le cas des vermiculites et des smectites.
- 2:1:1 (ou T-O-T-O) avec un inter feuillet constitué d'octaèdres de type brucite, l'équidistance réticulaire est de 14.2 Å; exemple des chlorites.

La plus part des groupes de minéraux se divisent en deux sous-groupes principaux ; les minéraux dioctaédriques et les minéraux trioctaédriques. La distribution entre les deux sous-groupes se fait à partir de la composition des couches d'octaèdres ; si les six valences négatives du site octaédrique sont compensées par trois cations divalents tels que Fe₂₊ ou Mg₂₊, la couche est dite trioctaédriques. Si la compensation est assurée par deux cations trivalents comme Fe₃₊ ou Al₃₊, on a une structure dioctaédriques (Tableau 1-1)[1].

Type	Groupe	Sous-groupe	espèces	Formules
------	--------	-------------	---------	----------

1:1	<i>kaolinite</i>	<i>kaolinites</i>	<i>dichite</i> <i>nacrite</i> <i>kaolinite</i> <i>métallohalloysite</i> <i>halloysite</i>	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
		serpentine	<i>Antigorite</i>	$\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
	talc	pyrophyllite	pyrophyllite	$\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
		talc	talc	$\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
	Smectite	smectites dioctaédriques	montmorillonite	$(\text{Al}_{1,67}\text{Mg}_{0,33})\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
		smectites trioctaédriques	saponite	$\text{Mg}_3(\text{Si}_{3,67}\text{Al}_{0,33})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
2:1	Vermiculites	vermiculite dioctaédrique	vermiculite dioctaédrique	$(\text{Al,Fe}\dots)_2(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
		vermiculite trioctaédrique	vermiculite	$(\text{Mg,Fe}\dots)_2(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
	micas	Micas dioctaédrique	muscovite	$\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
		Micas trioctaédrique	phlogopite	$\text{KMg}_3(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
		chlorite dioctaédrique	sudoite	$\text{Al}_4\text{Si,Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$
2:1:1	chlorite	chlorite trioctaédrique	Espèces différentes	$(\text{Mg,Fe}\dots)_6(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$

Tableau 1-1 : Classification des phyllosilicates [1].

1-1-2-3 La famille des minéraux interstratifiés.

Un minéral inter stratifié régulier est formé de l'empilement régulier de feuillets de minéraux argileux élémentaires de nature différentes, en proportion variées. Dans ce cas l'empilement des différents types de feuillets se fait selon des séquences répétitives (exemple A-B – A-B – A-B).

Un interstratifié est considéré comme irrégulier si l'empilement des différents types de feuillets est aléatoire, c'est-à-dire si aucune séquence répétitive ne se dessine. De pareilles associations soulèvent plusieurs problèmes, celui de l'identification de leurs constituants et celui de leur nomenclature [1]. Le tableau 1-2 présente les minéraux interstratifiés naturels les plus courants.

Type d'interstratification	
	<i>Muscovite -montmorillonite</i>

	<i>Illite - smectites</i>
	<i>Glaucosite - smectites</i>
<i>Alternance régulière</i>	<i>Chlorite - smectites</i>
<i>Système à deux composés</i>	<i>Chlorite -vermiculite</i>
	<i>Mica- vermiculite</i>
	<i>Serpentine -chlorite</i>
	<i>Kaolinite - smectites</i>
<i>Alternance de type ABAA</i>	<i>Illite - smectites</i>
<i>Système à deux composés</i>	<i>Glaucosite - smectites</i>
	<i>Illite - smectites</i>
	<i>Glaucosite - smectites</i>
<i>Alternance aléatoire</i>	<i>Mica -vermiculite</i>
<i>Système à deux composés</i>	<i>Mica -chlorite</i>
	<i>smectites -chlorite</i>
	<i>Kaolinite - smectites</i>
<i>Système à trois composés</i>	<i>Illite – chlorite -smectites</i>
	<i>Illite - smectite- vermiculite</i>

Tableau 1-2. Les minéraux interstratifiés naturels les plus courants [1].

1-2-2-4 Les minéraux à couches discontinues et à faciès fibreux

Ces minéraux appartiennent à la famille de la sépiolite ou de la palygorskites. Ils possèdent ce caractère commun d'être constitués par des couches d'oxygène hexagonales continues, séparées alternativement par deux couches d'oxygène à assemblage compact dont l'empilement forme des octaèdres mais qui s'étendent en un long ruban, la croissance étant limitée à une dimension . C'est la largeur de ce ruban qui caractérise chacune des feuilles. Ces rubans sont disposés alternativement au dessus ou au dessous de la couche continue d'oxygène à assemblage hexagonal, de sorte que la structure présente en coupe; l'aspect d'une brique creuse. [1].

C'est cette disposition qui se trouve caractérisée par l'expression "minéraux à couches discontinues" par opposition avec les minéraux étudiés jusqu'à présent.

1-1-2-5 Relation entre la taille des particules fines et leurs natures minéralogiques

(D'après Mitchell 1976)

Il existe une infinité de types d'argiles selon les proportions des minéraux [1,2], donc on peut connaître approximativement la nature du minéral d'après la dimension des particules comme indiqué au Tableau 1-3.

Dimension	Minéraux dominants	Minéraux courants	Minéraux rares
0.1 μm	Montmorillonite	Mica	Illite
0.1 à 0.2 μm	Mica	Kaolin	Illite

		Montmorillonite	Quartz
0.2 à 2 μm	Kaolinite	Illite Mica Halloysite	Quartz Montmorillonite Illite
2 à 11 μm	Mica Illite feldspaths	Quartz Kaolinite	Halloysite montmorillonite

Tableau 1-3. Relation entre la taille et la nature des minéraux [2]

1-1-2-6 MINERAUX ARGILEUX ASSEMBLES EN FEUILLETS

- La Kaolinite $Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$.
- L'illite $K_{0.5}(Al_{0.5}Si_{3.5}O_{10})(OH)_2$.
- Le Quartz SiO_2 .
- Le Feldspaths $Na(AlSi_3O_8)K(AlSi_3O_8)$.
- La montmorillonite

Ces minéraux peuvent évoluer en fonction de leur environnement chimique et physique (température et pression) et changer de nature au cours du temps. Exemple la kaolinite se trouve autour de la méditerranée, L'illite se situe dans les régions tempérées et froides.

1-1-2-6-1 La kaolinite

Elle provient de l'altération chimique des roches siliceuses (feldspaths et quartz) son principal composant est la Kaolinite, ensemble moléculaire théorique " $2SiO_2.Al_2O_3.2H_2O$ [1,2]. Sa composition chimique théorique est : $SiO_2 \approx 46.5\%$; $Al_2O_3 \approx 39.5\%$; $H_2O \approx 14\%$, la composition chimiques des minéraux de cette famille semblent remarquablement constante et elle varie dans les proportions suivante Tableau 1-4.

La kaolinite est un minéral réfractaire (température de fusion environ $1800^\circ C$), mais en association avec des minéraux comme les micas, les feldspaths ou les carbonates, la température d'apparition d'une phase liquide lors du frittage se trouve abaissée.

Géométrie : Empilement des feuillets cristallins en double couche ($e = 7\text{Å}$) formée de plaquettes Hexagonales elles ne changent pas de dimensions en présence de l'eau.

Masse volumique (densité) : 2.4 à 2.65 [1].

Dureté : 2 à 2.5

Fusibilité : varie entre 1730° et 1785° [1].

Masse molaire : 258 g/mol

Surface spécifique : 10 à 22 m^2/g [1,2].

Formule chimique : $Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MgO	K_2O	MnO	PAF
45.48 à 46.8	37.3 à 40.46	0.06 à 0.77	Tr à 0.17	Tr à 0.42	Tr à 0.05	13 à 14.16

Tableau 1.4. Composition chimique : pourcentage des principaux composants [1]

Tr : trace

1-1-2-6-2 L'illite

Son nom est proposé par E.GIL pour caractériser les minéraux argileux de type mica Elle provient de l'altération des roches siliceuses et plus exactement d'un mica bien constitué durant la phase de l'altération on constate une diminution de la teneur de potassium et un accroissement de l'eau totale perdue au chauffage.

Géométrie : Empilement des feuillets triples ($e = 10 \text{ à } 12 \text{ \AA}$) liés par des ions potassium fixes. Elles sont peu ou pas gonflantes [1,2].

Masse volumique $\gamma = 2.12 \text{ à } 3.00$ d'après Goodman 1980 [1].

Dureté : 2

Fusibilité : la température de fusion est de 1375°C [1].

Masse molaire : 814 g/mol [1,2]

Solubilité : il est peu soluble dans l'eau et peu attaqué par les acides [1].

Surface spécifique : $100 \text{ m}^2/\text{g}$ [1].

Formule chimique : ... $K_{0.5} (Al_{0.5}Si_{3.5}O_{10})(OH)_2$. Les oxydes des différentes espèces varient selon le Tableau 1-5.

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MgO	CaO	K_2O	H_2O
49.29 à 51.22	7.8 à 28.97	2.27 à 17.90	1.32 à 3.23	0.16 à 0.81	0.09 à 7.47	6.03 à 11.27

Tableau 1-5. Composition chimique : pourcentage des principaux composants [1]

1-1-2-6-3 La montmorillonite.

Elle provient des milieux sédimentaires relativement riche en bases, particulièrement en magnésium, et de pH légèrement ou nettement alcalin. On en trouve du magnésium (noté R) dans les montmorillonites types minéral dont la localité originelle est Montmorillon (Vienne). Elle a été décrite par DAMOUR et SALVERAT en 1847 [1,2]. On en trouve de très nombreuses variétés chimiques ou R est remplacé par différents cations divalents, Fe ou Mn. Tableau 1-6..

La caractéristique essentielle de ce minéral est de posséder entre des feuillets de couches d'eau, si bien que l'équidistance suivant 001 est essentiellement variable. Bien plus, il est fréquent que dans le même échantillon le nombre de couche d'eau présente entre les feuillets varie et le diagramme est celui des minéraux interstratifiés. Citons néanmoins trois valeurs assez caractéristiques:

- Le minéral chauffé à 400° et maintenu à l'abri de l'eau possède une équidistance comprise entre 9.4 et 10 \AA .
- A l'air une montmorillonite Ca^{2+} à une équidistance voisine de 15 \AA .
- Enfin, saturée glycérol, l'équidistance devient 17.5 \AA . On se sert de ces caractères pour identifier ces minéraux.

Géométrie : Empilement des feuillets ($e = 10 \text{ à } 15 \text{ \AA}$) liés par de l'eau et des cations fixes. Elles sont peu ou pas gonflantes [1,2].

Masse volumique $\gamma = 2.12 \text{ à } 3.00$ [1].

Densité : 2.04

Dureté : minéral très tendre, se laisse couper comme le savon.

Fusibilité : la montmorillonite calcique est infusible, les variétés saturées par le sodium fondent vers 1000° [1].

Solubilité : il est facilement attaqué; partiellement soluble dans l'acide chlorhydrique, il est totalement décomposé par l'acide sulfurique [1].

Surface spécifique : 800 m²/g [1].

Formule chimique : ... (OH₄)Si₈ (A_{13.34}Mg_{0.66})O₂₀nH₂₀ (ou Na_{0.66} au lieu de Mg_{0.66})

SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	MgO	CaO	K₂O	H₂O
50.04 à 57.49	17.18 à 25.10	0.5 à 5.65	0.23 à 3.18	0.23 à 1.72	0.28 à 1.27	7.63 à 20.00

Tableau 1-6. Composition chimique : pourcentage des principaux composants [1]

1-1-2-7 Les minéraux associés aux minéraux argileux

1-1-2-7-1 Les minéraux du fer

Dans les matériaux argileux, le fer se rencontre essentiellement sous forme d'oxydes, d'oxyhydroxydes et/ou d'hydroxydes, ce sont la goethite (FeOOH α) la lépidocrocite (FeOOH γ), l'hématite (Fe₂O₃ α), La magnétite (Fe₃O₄). Lors du frittage des matériaux argileux les différents composés du fer tendent à se transformer en hématite ou à se combiner partiellement avec les phases Silico-alumineuses majoritaires.

1-1-2-7-2 Le quartz

La silice se rencontre essentiellement sous forme de quartz dans les argiles kaolinitiques. Il modifie notamment la rhéologie des pâtes plastiques à base d'argiles. Au cours du frittage , le quartz peut réagir avec d'autres minéraux associés (feldspath, carbonate ...) mais cette réaction ne concerne souvent que les grains les plus fins . La transformation du quartz résiduel dont les grains sont plus gros, est favorisée par l'augmentation de la température. La transformation réversible quartz β quartz α à 573°C s'accompagne d'une variation volumique qui peut être à l'origine d'un abaissement des propriétés mécaniques des matériaux frittés. Par contre, la transition cristobalite β cristobalite α s'avère moins dommageable pour les produits frittés.

De nombreux travaux ont montré que le quartz grossier réagit peu au dessous de 1250°C. En outre, la morphologie particulière des grains de quartz, reconnaissables à leur forme anguleuse, est conservée jusqu'à 1200°C

1-1-3 Argile calcinée

L'argile calcinée ou pouzzolane artificielle est obtenue par calcination de l'argile crue dans des fours à températures variables suivant la destination finale du produit (brique, céramique, ajout minéral pour les ciments ou comme sable dans les mortiers).

1-1-3-1 Mode d'obtention

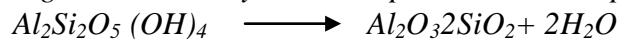
Les pouzzolanes sont classées en deux groupes : naturelles et artificielles. Les pouzzolanes naturelles proviennent surtout des roches volcaniques dans lesquelles le constituant amorphe est le verre produit lors du refroidissement suivant la fusion. Les pouzzolanes artificielles les plus couramment utilisées sont les cendres volantes de centrales thermiques. Les fumées de silice, la bauxite calcinée. Les cendres de balles de riz et des argiles calcinées [3, 4,5] dont on décrit le processus d'obtention *par calcination*.

Transformation thermique: un des moyens les plus utilisés pour obtenir de la pouzzolane artificielle est la calcination, dont l'analyse thermique différentielle (ATD) et le moyen adéquat pour suivre l'évolution des transformations au cours de la calcination, et qui met en évidence trois phénomènes.

La déshydratation: pic endothermique de faible amplitude vers 100°C, elle ne modifie en rien la structure cristallographique, mais elle permet seulement le départ de l'eau physiosorbée.

La déshydroxylation (phase de désorganisation): pic endothermique de grande amplitude vers 500°C à 700°C. A ce niveau les hydroxyles sont éliminées de la structure. Il se forme pour le kaolin une phase appelée métakaolin, pour une argile hétérogène, il se forme une phase différente suivant les minéraux qui la compose. [6,7]. donc la température de décomposition dépend de la nature des minéraux, de la pression de vapeur maintenu pendant la cuisson [8,9]. C'est dans cette phase que l'argile devient amorphe et par conséquent pouzzolanique.

La réaction globale de déshydratation pour la kaolinite peut se schématiser comme suit.



La recristallisation: pic exothermique vers 900°C à 1200°C. le matériau passe d'une phase amorphe à une phase de recristallisation suivi d'un changement de la nature initiale des minéraux. l'argile dans cette phase devient inerte. le métakaolin subit dans cette phase un réarrangement structurel, elle se transforme en mullite de forme $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ [1,2,9].

1-1-3-2 Composition chimique

La composition chimique d'une kaolinite correspondant à la formule structurale théorique $2[\text{SiAl}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$.

$\text{SiO}_2 \sim 46.5\%$
 $\text{Al}_2\text{O}_3 \sim 39.5\%$
 $\text{H}_2\text{O} \sim 14\%$

Les kaolinites naturelles ont une composition chimique généralement constante. Cependant, il existe des kaolinites présentant quelques subdivisions isomorphiques. On trouve ainsi des kaolinites contenant du fer ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 2\%$) au sein des kaolinites naturelles [1]. quelque trace de potassium ($\text{K}_2\text{O} \leq 0.42$) et de manganèse ($\text{MgO} \leq 0.05$). Pour l'illite on trouve une proportion considérable comparativement à la kaolinite ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 17.90\%$), ($\text{K}_2\text{O} \leq 7.47$) et ($\text{MgO} \leq 3.23$), les oxydes majeurs restent dans les proportions indiqués aux Tableaux 1-4 et 1-5.

1-1-3-3 Composition minéralogique

L'analyse minéralogique a pour but l'identification et le dosage des minéraux. Elle apporte des renseignements sur le mode de combinaison des éléments. Si toutes fois la reconnaissance de la composition chimique est aisée. Il n'est pas facile d'identifier les espèces minérales en raison de la complexité de leurs mélanges, on peut trouver plus d'un minéral qui présente une intensité de pic (raie) principale identique à un autre. Voinovith [10]. En effet un minéral peut être caractériser par :

- Sa structure cristalline : qui est un arrangement des atomes dans un réseau géométrique régulier (le kaolin en feuillet à double couche $e = 7\text{Å}$).

- Sa morphologie : qui est la taille et la forme des particules ainsi que les défauts (dislocation, Joints de grains, etc.) qui peuvent être déterminés par le microscope électronique.
- Sa micro-composition élémentaire approchée qui peut être déterminée par le microscope électronique à balayage équipé d'un spectromètre X d'après Terrier [10]

1-1-4 Domaine d'utilisation

Les propriétés des argiles ont été reconnues et utilisées depuis la plus haute antiquité. Nos ancêtres de la préhistoire fabriquaient des poteries rudimentaires et des outils en silex.

1-1-4-1 Matériaux de construction

L'argile calcinée est la matière première principale avec quelques additions de sable, de chamotte comme fondant dans la fabrication des briques, tuiles et céramiques, [11].

Les argiles peu fusibles sont réfractaires entre 1350 à 1580°C servent pour la fabrication des briques, des carreaux de sol et les tuyaux d'évacuations. [11].

Les argiles fusibles sont réfractaires au dessous de 1350°C servent pour la fabrication des briques, et tuiles. [11].

1-1-4-2 Ciment composé CPJ

L'argile peut être utilisée comme ajout pouzzolanique dans la fabrication des ciments avec additions minérales à un taux de substitution de 30% environ [3,8].

1-1-4-3 Utilisation générales

La composition d'une solution saline est modifiée au contact d'argile; des cations "disparaissent" et sont remplacés par d'autres empruntés à l'origine elle-même; c'est le phénomène d'échange de cations.

Les argiles, servent aussi à diluer les pesticides utilisés en agriculture lors de leur épandage. Le pesticide, doit atteindre sa cible sans être décomposé par l'argile pendant les étapes suivantes; production, transport, stockage et application.

Les argiles du groupe des smectites (montmorillonite) ou encore la sépiolite et la palygorskite sont utilisées dans l'industrie pour leur propriété d'absorption et d'adsorption:

- Absorption des huiles et graisses (sols des garages; d'usines, ...), dégraissage;
- Décoloration des huiles et usage comme liant pour les aliments du bétail.
- Usages pharmaceutiques (excipients, pansements gastro-intestinaux,...).
- Boues de forage en milieu salin, engrais en suspensions.

- Les interstratifiés smectite -kaolinite servent en fonderie comme liant des sables de moulage.

De nombreux travaux ont montré que les argiles possèdent aussi des propriétés catalytiques. On retiendra:

- Les catalyseurs argileux dans le cracking des produits pétroliers.
- Les propriétés catalytiques de la montmorillonite dans la formation des aminoacides et dans leur polymérisation en peptides;
- Les essais de polymérisation du benzène en polyparaphénylène dans une Montmorillonite.
- Les tentatives de polymérisation du styrène du méthacrylate de méthyle et d'autres Composés organiques non saturés sur les surfaces de certains minéraux argileux. De L'étude comparative des activités catalytiques de divers minéraux argileux Sur La polymérisation du styrène , il ressort que la kaolinite , la palygorskite et certains mélanges kaolinite - palygorskite- illite- montmorillonite donnent des résultats satisfaisants.
- Les argiles kaolinitiques non modifiées ont un caractère semi -renforteur des gommés naturelles ; ce pouvoir est d'autant plus grand que les argiles utilisées sont pures et bien cristallisées. La teneur en kaolinite est favorable au semi-renforcement tandis que les teneurs en quartz et en mica lui sont défavorables.
- L'industrie papetière a connue depuis une cinquantaine d'années, un développement Considérable qui la place au premier rang des consommateurs de kaolins,. En papeterie l'utilisation se répartit entre les kaolins de masse, servant à améliorer les propriétés optiques de la trame cellulosique et les kaolins de couchage qui assurent la qualité et l'aspect esthétique de l'impression. Plus récemment sont apparus les cartons couchés dans la fabrication d'emballages supports publicitaires.
- Les industries céramiques du bâtiment sont utilisatrices d'argiles kaolinitiques;les carreaux de grés céramique pare exemple sont soumis à des conditions d'utilisation particulières, on recherche alors une résistance mécanique élevée et une bonne régularité des produits.

1-1-4-4 Les méthodes d'études des minéraux argileux

Les matières argileuses sont caractérisées par la présence d'une proportion fines dont la taille supérieure est généralement fixée à 2 μ m Cette fraction est constituée par les minéraux argileux, mais on y trouve aussi des espèces dont les plus fréquentes sont la silice, des silicates non phylliteux, des oxydes, des hydroxydes cristallisés ou amorphes et des carbonates.

L'analyse des aluminosilicates comme les argiles nécessite l'association de plusieurs techniques, les rapport centésimaux des constituants majeurs (concentration supérieure à 0.1%) tels que SiO₂ ;Al₂O₃;TiO₂;Fe₂O₃;K₂O.Na₂O peuvent varier dans des proportions considérables ; aussi toute méthode générale d'analyse est difficilement applicable à la grande diversité de produits aluminosilicatés issus du sol.

Les traces ou les faibles quantités inférieure à 0.1% présentes dans ces minéraux (Mn,Cu;Zn); les sulfates et les chlorures),nécessitent des techniques analytiques appropriées ,suffisamment spécifiques et directes pour qu'il y ait le minimum d'interférences dues au nombre important d'oxydes présents dans ces matières.

1-1-5 ROLE DE L'ARGILE CALCINEE

La structure amorphe de l'argile calcinée entre 600 et 850°C, lui acquiert des propriétés pouzzolaniques .Un remplacement d'un pourcentage du ciment portland dans les mortiers et les bétons peut être envisagée, car la rend capable de réagir avec la portlandite libérée par l'hydratation du ciment portland pour produire des hydrates de nature proche de ceux du ciment qui contribuent à l'augmentation de la résistance mécanique.

La calcination d'une argile constituée d'un réseau cristallin très **désorganisé**, conduit à de bonnes performances pouzzolaniques [8,9,12] .L'activité pouzzolanique augmente avec **l'amorphisation** du réseaux minéralogique de l'argile calcinée.

1-1-6 REACTIVITE POUZZOLANIQUE DES ARGILES CALCINEES

Les argiles calcinées (déchet de briques) se distinguent par une vitesse de réaction plus rapide et par une réactivité plus élevée avec l'hydroxyde de calcium libéré par l'hydratation du ciment portland. [8,12] .Les composés ainsi formés, par exemple, les C-S-H et les hydrates aluminosilicates [5,10] ont pour effet de diminuer la porosité des mortiers et des bétons, ce qui favorise la durabilité des ouvrages. La consommation de l'hydroxyde de calcium par le déchet de briques permet également de supprimer le phénomène des efflorescences. Dans un premier temps on a choisi de rappeler la définition et les méthodes de mesure de l'activité pouzzolanique Parmi celle-ci :

- Déterminations chimiques (L'indice d'activité Chapelle)
- Méthodes physiques (taux de vitrification des minéraux)
- Essais mécaniques et analyses chimiques.

1-2 LES AJOUTS MINERAUX

Les ajouts minéraux sont hydrauliquement actif, grâce à l'intervention de l'hydroxyde de calcium produit par l'hydratation du clinker, ils réagissent pour donner des composés hydratés semblables à ceux du clinker, , et donc doués de propriétés liantes. .On les ajoute au ciment Portland dans le but d'améliorer leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques .Il existe plusieurs types d'ajouts minéraux cimentaires tel que les cendres volantes (C.V), les fumées de silice (F.S), les pouzzolanes naturelles ou artificielles (P) et les laitiers de haut fourneau (L.G.H.F). Ces additions peuvent avoir un caractère inerte, hydraulique ou pouzzolaniques.

1-2-1.Additions à propriétés hydrauliques

Une addition hydraulique est une addition qui fait prise par simple addition d'eau, par suite de la présence de phase semblables à celles qu'on trouve dans le clinker.

• Le laitier de haut fourneau (S) est un sous produit de la fabrication de la fonte des usines sidérurgiques. On distingue deux catégories de laitiers, la première catégorie qui nous intéresse est le laitier granulé qui a subi une trempe à l'eau pour empêcher sa cristallisation (structure vitreuse "amorphe") qui lui confère les propriétés hydrauliques [10,13].

La composition moyenne des laitiers de haut fourneau, employés en cimenterie, est assez variable mais reste comprise entre les limites :
 SiO_2 : 25 à 30% ; Al_2O_3 : 13 à 20%. CaO : 45 à 50% avec des traces de manganèse, oxyde de fer et des alcalis.

Pour qu'il soit utilisé en cimenterie, le laitier doit présenter des propriétés hydrauliques latentes :

Masse vitreuse > 2/3 de la masse totale

$(CaO + MgO + SiO_2) > 2/3$ de la masse des constituants

$(CaO + MgO)/SiO_2 > 1$

Les cendres volantes qui peuvent être hydraulique ou pouzzolanique.

• Cendres volantes hydraulique (W) : dite aussi sulfocalcique qui sont obtenues à partir de lignite dont le stérile est de nature calcaire lors de dépoussiérage électrostatique ou mécanique des gaz de combustion des chaudières fonctionnant au charbon pulvérisé. Elles titrent jusqu'à 50% de chaux, des sulfates sous forme d'anhydrite $CaSO_4$.

1-2-2. Additions à propriétés pouzzolaniques:

Une addition pouzzolanique est une addition qui est définie du point de vue chimique comme étant un matériau siliceux ou un matériau siliceux et alumineux qui ne possède par lui-même aucune ou à peu près aucune valeur liante mais qui, sous forme de poudre très fine et en présence d'humidité réagit chimiquement avec l'hydroxyde de calcium à des températures ordinaires pour former des composés possédant des propriétés liantes semblables à celles du clinker. Les pouzzolanes sont classées en deux groupes : naturelles et artificielles

Les pouzzolanes naturelles (Z) proviennent surtout des roches volcaniques dans lesquelles le constituant amorphe est le verre produit lors du refroidissement suivant la fusion. Elle sont des composés insolubles dans l'eau, elle réagissent à l'état solide avec la chaux en solution grâce à la structure particulière. D'après R.Friche et du point thermodynamique une telle substance est instable par sa grande surface interne plus élevée qu'une substance normale (une structure amorphe ou qui possède un réseau cristallin défectueux, possède une grande énergie et réagit plus facilement qu'une substance à réseau cristallin normal de même composition chimique (SiO_2 amorphe et SiO_2 cristallisé sous forme de quartz) [14].

Les pouzzolanes artificielles (Q). les plus couramment utilisées sont les cendres volantes de centrales thermiques (V). Les fumées de silice (D), la bauxite calcinée (Q). Les cendres de balles de riz et des latérites calcinées (Q) [3] [4]. Les travaux [5] [15] ont montré que les argiles calcinées étaient des pouzzolanes de synthèse réactives.

Les argiles calcinées (Q) à une température entre 700 et 900°C sont des pouzzolanes de synthèse réactives par leur structure vitreuse (amorphe). Sa première utilisation antérieure à 1962, concerne le béton de barrage de Jupia Dam au Brésil [8,16].

Les cendres volantes silicoalumineuses (V) qui sont obtenues par la combustion de la houille .Elle titrent moins de 10% de chaux, SiO₂ doit être supérieure à 25% de la masse des constituants.

La fumée de silice (D) (CSF) ou "fumées de silice condensées" sont des sous produits de l'industrie du silicium et des alliages .Elle doit contenir au minimum 85% (en masse) de silicate amorphe pour qu'elle entre dans la fabrication du ciment .Les grains ont la forme de sphères quasi-parfaites, la granulométrie s'étend du 1/1000 μm jusqu'à quelque micron, avec une taille moyenne de 0.2μm. à part son rôle pouzzolanique , elle peut s'insérer entre les grains de ciment et diminuer ainsi le dosage en eau [24] .Cependant ce rôle ne peut être rempli qu'en présence d'adjuvants, sans lesquels la demande en eau est accrue par rapport au mélange sans fumée de silice .Elle démunie la perméabilité du ciment et augmentent la résistance mécanique des pâtes et bétons .Le ciment au fumée de silice est généralement utilisé pour les bétons à haute performance [17].

Les fillers sont des matières minérales naturelles ou artificielle inerte ou faiblement hydraulique ou pouzzolanique qui en fonction de leur granulométrie , améliorent les propriétés physiques des ciments (ouvrabilité , rétention d'eau , compacité ...).Ils ne doivent en aucun cas diminuer la résistance mécanique du béton ou la protection des armatures contre la corrosion .

1-2-3 Le sulfate de calcium.

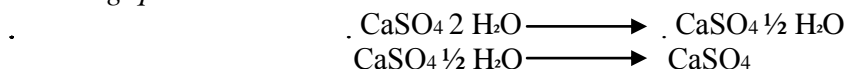
Le sulfate de calcium (gypse: CaSO₄.2H₂O) est un régulateur de prise ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication de 3 à 5% de la masse du ciment .La teneur en SO₃ ne doit pas dépasser 3.5% dans le ciment .Pour chaque nature de clinker, il existe un pourcentage 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:

$$SO_3Opt = 0.093.C_3A + 1.71. Na_2O + 0.94.K_2O + 1.23$$

$$\%gypse = 100.(SO_3\text{ cim} - SO_{3clinker}) / SO_{3gypse}$$

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.



1-3 LIANTS HYDRAULIQUES :LE CIMENT

Un liant hydraulique est un mélange de poudre très fine de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux CaO avec la silice SiO₂, l'alumine Al₂O₃ et l'oxyde de fer Fe₂O₃ qui mélangé avec de l'eau forme une pâte faisant prise et durcissement progressivement dans le temps des constituants anhydres. Qui sont obtenus par cuisson à haute température d'un mélange artificiel parfaitement dosé et homogénéisé, de calcaire, d'argile en proportion moyenne 80 et 20 % et environ 5% de gypse (CaSO₄2H₂O) pour réguler la prise.

1-3-1 Le clinker

1-3-1-1 Préparation de la matière première

Le mélange de calcaire et d'argile est broyé, en un mélange très fin, qu'on appelle le " cru " des corrections de composition peuvent être effectués en incorporant des ajouts en faible proportion .Le produit cuit (clinker) est refroidi, puis broyé avec une petite quantité de gypse (additif indispensables destiné à régularisé la prise) dans d'énormes broyeurs à boulets est amené ainsi à une grande finesse de mouture. Afin de rendre la matière plus réactive (plus grande la surface spécifique, plus la réactivité chimique est importante). Selon le cas, on ajoute ainsi au broyage du laitier de haut fourneau, des cendres volantes, ou des pouzzolanes et fillers (calcaire ou tuf).

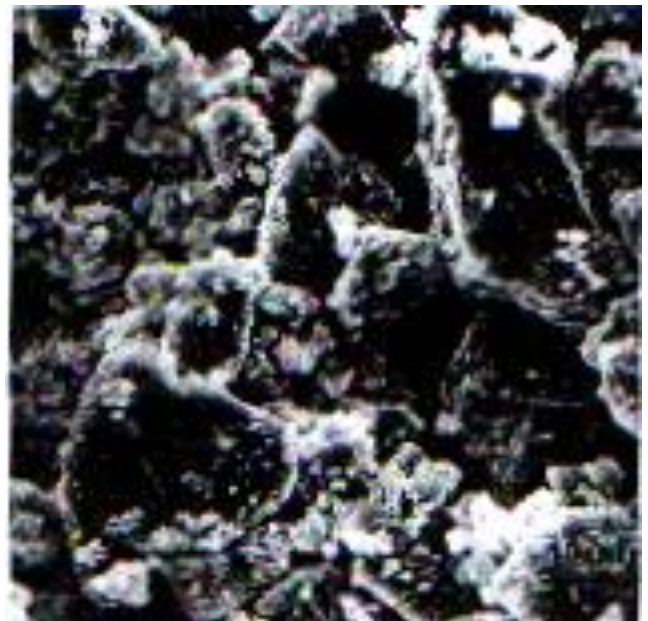
1-3-1-2 Broyabilité du clinker

Le clinker présente une bonne broyabilité s'il contient plus de C_3S , moins de C_3A et une forte microfissuration des grains lors du refroidissement.

Selon certain chercheurs, plus le rapport $[(C_3S + C_2S)/(C_3A + C_4AF)]$ est élevé, plus facile est la broyabilité [18] . La Figure 1-3 montre clairement l'influence du type de broyeur sur la constitution et la morphologie des grains.



Broyeur à jet :Les grains de clinker se fracturent taille régulière à angle vif et surface lisse



Broyeur à boulets: granularité étendue à contour arrondis et recouvert de fines particules

Figure 1-3. Fractographie de granules de clinker industriel broyé. [10]

1-3-1-3 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.

$$m = \text{CaO} / (2.8\text{SiO}_2 + 1.18\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.65\text{Fe}_2\text{O}_3) \quad [10,19,20] .$$

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

1-3-1-4 Principales catégories de ciments

D'après la norme ENV 197-1 définit 5 types de ciment dont la composition doit être conforme au Tableau 1-7. [20]

Désignations	Notation	Clinker	Autres constituants	Constituants secondaires
Ciment Portland	CPA -CEM I	95-100	----	0-5
Ciment Portland composé	CPJ-CEM II/A	80-94	6-20	---
	CPJ-CEM II/B	65-79	21-35	---
Ciment de haut fourneau	CHF-CEM III/A	35-64	36-65	0-5
	CHF-CEM III/B	20-34	66-80	0-5
	CLK -CEM III/C	5-19	81-95	0-5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A	65-90	10-35	0-5
	CEM-CPZ IV/B	45-64	36-55	0-5
Ciment composé	CLC-CEM V/A	40-64	18-30	0-5
	CLC-CEM V/B	20-39	31-50	0-5

Tableau 1-7. Principales catégories de ciment [20]

Avec les notations abrégées correspondantes qui sont comme suit :

CEM pour indiquer que le produit est un ciment.

Un chiffre romain **1, 2, 3, 4** ou **5** pour indiquer le type de ciment

Pour le ciment **2 ; 3 ; 4** et **5** une lettre **A, B, C** pour indiquer la proportion des constituants

Le nombre indiquant la classe de résistance **32.5, 42.5, 52.5** suivi le cas échéant de la lettre **R** pour signaler une résistance élevée au jeune âge (2 jours)

1-3-2 Les constituants anhydres du ciment (CPA)

1-3-2-1 Composition chimique

Le ciment portland résulte du broyage du clinker qui se présente sous forme de nodules durs et cristallisés de teinte grise foncée .Le clinker est obtenu par cuisson vers 1450°C d'un mélange bien précis de calcaire (80%) et d'argile (20%) auquel on ajoute 5% de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) destinés à régulariser la prise. [13,21].

Les principaux oxydes Tableau 1-8 sont en % pondéral d'après l'analyse chimique par fluorescence X d'un clinker de ciment portland. qui consiste à exciter l'échantillon à l'aide d'un tube à RX et d'analyser le spectre (en longueurs d'onde ou en énergie) de rayons X émis. Ce spectre est représentatif de la composition élémentaire de l'échantillon. [10] [22].

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	0.8	0.2	0.2	0.2

Tableau 1-8. Composition chimique du clinker [10].

1-3-2-2 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.

Module hydraulique de Michaelis (M_h) compris entre 1.7 et 2.3

$$M_h = \frac{CaO}{SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3}$$

Module silicique de Kühl compris entre 1.5 et 5

$$M_h = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3}$$

Modules alumino -ferrique (M_{af}) de Kühl compris entre 1.5 et 2.5

$$M_{af} = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$$

Indice d'hydraulicité de Vicat compris entre 0.4 et 0.5

$$HI = \frac{SiO_2 + Al_2O_3}{CaO + MgO}$$

Les composés sont exprimés en moles et non en pour-cent.

Indice de saturation en chaux de Kühl compris entre 0.85 et 1

$$LSI = \frac{CaO}{2.8xSiO_2 + 1.1xAl_2O_3 + 0.7xFe_2O_3}$$

Facteur de saturation de Lea Parker compris entre 0.85 et 1

$$M_{sat} (LSF) = \frac{CaO}{2.8xSiO_2 + 1.18xAl_2O_3 + 0.65xFe_2O_3}$$

C'est le rapport de la chaux (CaO) totale dans le mélange à la chaux susceptible de se combiner avec les autres oxydes (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O) plus le M_{sat} est élevé plus les résistances le sont aussi.

1-3-2-3 Composition minéralogique.

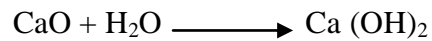
Les compositions minéralogiques des ciments Portlands est fonction du mélange (clinker + 5% de gypse) mais aussi de la température de cuisson du clinker et des conditions de refroidissement (trempe à l'air) [10,23].

Il contient quatre principaux composants:

- Le silicate tricalcique (alite) : $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$: C_3S
- Le silicate bicalcique (bélite) : $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$: C_2S
- L'aluminate tricalcique (célite) : $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$: C_3A
- L'alumino-ferrite tétracalcique (célite) : $4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$: C_4AF

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.



Volume molaire : $56/3.18 = 17.6 \text{ cm}^3$ $74/2.34 = 31.6 \text{ cm}^3$ $100 \Delta V/V = 80\%$
 Extinction de la chaux provoque un gonflement important ce qui conduit à des désordres en cas d'hydratation tardive de CaO.

Le silicate tricalcique (Alite) C_3S

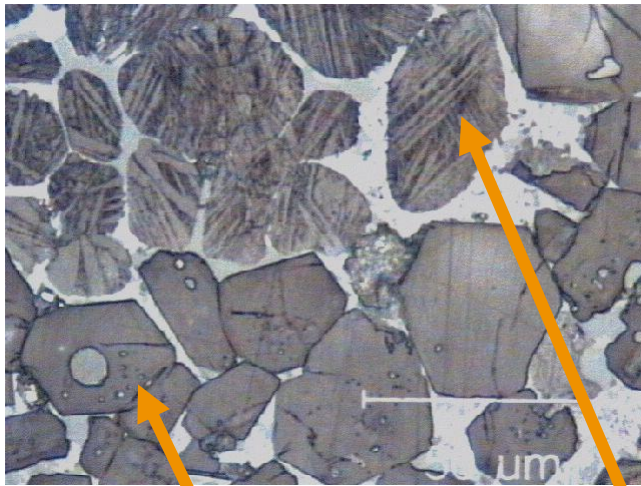
- Se forme vers 1400 à 1450 °C, sa densité $d= 3.15$
- Il contient, en solution, des impuretés MgO , Al_2O_3 et Fe_2O_3
- Se présente en gros cristaux pseudo-hexagonaux jointifs ou maclés, la taille varie suivant la cuisson de 10 à 50 μm Figure 1-4 . Les réactions d'hydratation du C_3S sont plus rapides que celle de C_2S . et libérant une quantité de chaleur proche du double de celle libérée par C_2S , ce qui donne au ciment une résistance initiale rapide et élevée.

Le silicate bicalcique (bélite) C_2S .

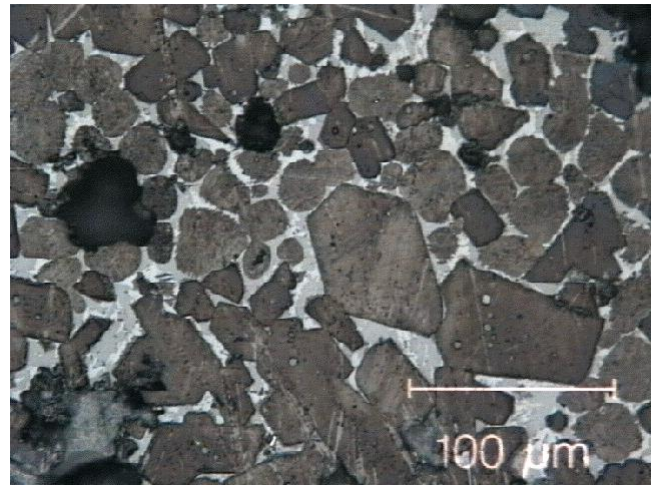
Il existe plusieurs formes allotropiques, la forme la plus active se trouve dans le ciment portland est la forme β qui possède des propriétés hydrauliques .Se forme entre 1200 à 1300 °C, sa densité $d=3.28$.

Il contient en suspension solide, des impuretés P_2O_5 (anhydre phosphorique) et BaO (oxyde de baryum)

Les cristaux ont souvent des formes arrondies de taille de 30 μm en moyenne suivant la cuisson.



Alite C_3S



Bélite C_2S

Figure 1-4. Image de clinker en microscope optique (section polie) [26] .

Les aluminates tricalciques (C_3A)

- Le C_3A à une densité proche de 3.04
- Il existe plusieurs aluminates parmi lesquels, on peut citer 3 composés présentant des propriétés hydrauliques.
- CA et $C_{12}A_{17}$ que l'on trouve dans les ciments alumineux.
- L'hydratation des C_3A est très rapide et exothermique (l'ajout du gypse au clinker à pour effet de contrôler sa cinétique d'hydratation)
- Le C_3A contribue à la prise du ciment par contre, il contribue assez peu à la résistance finale. Le C_3A contient des impuretés (Na_2O) et se présente sous plusieurs formes allotropiques dont la réactivité vis-à-vis de l'eau est variable.

L'alumino -ferrite tétracalcique.

Il forme un solide de C_2A et C_2F (C_4AF , C_6A_2F), leurs réactions d'hydratation sont voisines de celles du C_3A .

1-3-2-4 Fiabilité de la composition potentielle (équation de bogue)

Le Tableau 1-9 illustre Les compositions minéralogiques moyennes des clinkers qui sont comprises dans les limites suivantes [10,19].

Constituants	Alite	Bélite	Célite	Célite
Notations cimentières simplifiée	C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF
Notations cimentières détaillée	$3CaO, SiO_2$	$2CaO, SiO_2$	$3CaO, Al_2O_3$	$4CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$
Teneurs (%)	50-75	07-30	0-16	04-20

Tableau 1-9 .Compositions minéralogiques des clinkers [10].

On peut remarquer que la méthode empirique de Bogue qui se base sur la composition chimique conduit aux mêmes résultats de quelques pour-cent près comparativement aux méthodes modernes comme exprimés aux Tableaux 1-10 et 1-11..

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

- Le C_4AF se forme en premier
- Le C_3A se forme ensuite
- La chaux (CaO) et SiO_2 restant se combinent pour former C_2S et C_3S .

Le clinker	
Formules chimiques	Formules de Bogue
Le silicate tricalcique ($3CaO, SiO_2$) : C_3S	4.07. CaO – 7.6.SiO_2 -1.43.Fe_2O_3 -6.72.Al_2O_3
Le silicate bicalcique ($2CaO, SiO_2$) : C_2S	2.87.SiO_2 – 0.75.C_3S
L'aluminate tricalcique ($3CaO, Al_2O_3$) : C_3A	2.65.Al_2O_3 – 1.69.Fe_2O_3
L'alumino-ferrite tétracalcique ($4CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$) : C_4AF	3.04.Fe_2O_3

C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF
57	19.9	12.5	7.7

Tableau 1-10

Composition potentielle d'après les formules Empiriques de BOGUE. [10]

C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF	CaO_{libre}
62 ± 1	17 ± 2	15 ± 0.5	5.5 ± 0.5	0.3 ± 0.1

Tableau 1-11

Analyse minéralogique par diffraction des rayons X (analyse de phases) [10].

1-3-2-5 Composition chimique des minéraux

Le Tableau 1-12 montre bien 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) . [10].

Oxyde	C_3S	C_2S	C_3A	C_4AF
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_2O_3	1.6 ± 0.2	2.2 ± 0.4	25.2 ± 0.9	17.4 ± 0.6
Fe_2O_3	0.57 ± 0.07	0.63 ± 0.06	6.9 ± 0.6	18.5 ± 0.7
MgO	0.34 ± 0.02	0.16 ± 0.02	0.66 ± 0.01	1.96 ± 0.09
SO_3	0.30 ± 0.06	1.2 ± 0.2	0.4 ± 0.1	0.09 ± 0.04
K_2O	0.03 ± 0.01	0.3 ± 0.05	0.1 ± 0.04	0.03 ± 0.01
TiO_2	0.18 ± 0.03	0.13 ± 0.05	0.5 ± 0.1	2 ± 0.2

Tableau 1-12 Microstructure élémentaire des quatre minéraux. [10].

1-3-3 Reactivite Hydraulique Des Constituants Du Clinker:

Il existe des relations entre les structures cristallines et la réactivité hydraulique. Le degré de réactivité peut être mesuré grâce à la diffraction des rayons X .On constate la décroissance

des raies caractéristiques des phases anhydres au cours de la réaction d'hydratation Figures 1-5 et 1-6 et la croissance des phases hydratées tel que le $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

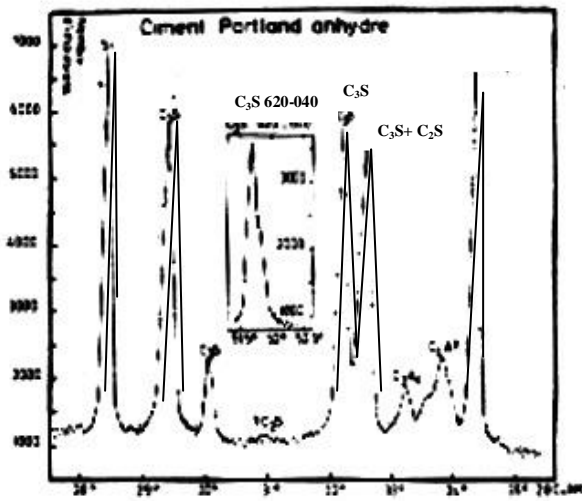


Figure 1.5. Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X

Phase anhydre [10]

Le C_3S

La réactivité du silicate tricalcique peut être rattachée à l'irrégularité de ses liaisons Ca-O et la présence de site vacant dans son réseau cristallin.

L'accélération d'hydratation est due à des défauts de structure cristalline (Lacune, désordres de substitution et d'addition, dislocation) [10,22].

Le C_2S

Les variétés allotropiques du silicate bicalcique présentent des réactivités différentes. La variante β offre une bonne réactivité que les variantes (α, α' γ) [10,22].

Le C_3A

La grande réactivité de C_3A peut être rattaché à l'irrégularité des liaisons Ca-O et la présence de site vacant [10,22].

Le C_4AF

Les aluminoferrites s'hydratent de la même manière que le C_3A , il existe des variations de réactivités entre les différents éléments de la série des solutions solides par exemple $\text{C}_6\text{A}_2\text{F}(\text{C}_2\text{A}_{23}\text{F}_{13})$ se dissout plus vite que $\text{C}_4\text{AF}(\text{C}_2\text{A}_{12}\text{F}_{12})$ $\text{C}_4\text{AF}(\text{C}_2\text{A}_{12}\text{F}_{12})$.

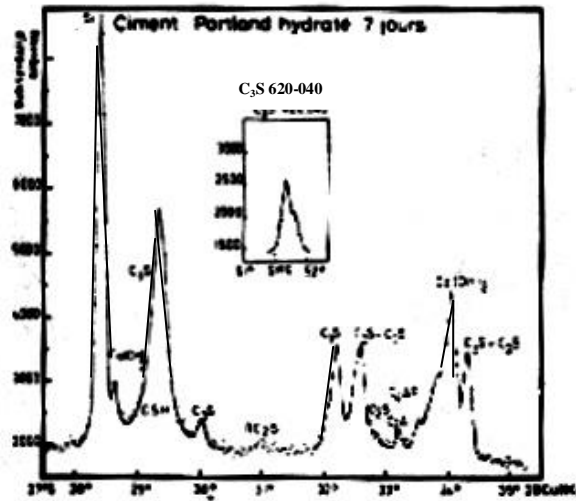


Figure 1.6. Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X

Phase hydraté [10]

1-4 HYDRATATION DU CIMENT PORTLAND (CPA)

1-4-1 Théories de la prise et du durcissement du ciment

Différentes théories sur l'hydratation de ciment ont été traitées .Elle n'est pas complètement élucidé. Les divergences qui subsistent entre les chercheurs ne concerne que l'hydratation précoce de C_3S en particulier car il est maintenant admis que le C_3A s'hydrate suivant un mécanisme de dissolution -précipitation (Barret, 1978).Néanmoins avant d'exposer les théories d'hydratations qui datent de la fin du siècle dernier et qui sont toujours valables .Nous essayons de voir les mécanismes d'hydratations des constituants des liants hydrauliques.

Les réactions d'hydratation des constituants anhydres du ciment mettent en jeu dès le contact avec l'eau, des réactions chimiques complexes qui se poursuivent dans le temps à des vitesses différentes en donnant naissance à des silicates et des aluminates de calcium hydratés Figure 1-7 qui sont insolubles dans l'eau et de la chaux hydraté (portlandite), d'où le phénomène de prise conduisant à de bonne résistances mécaniques du ciment.[10,24,25] L'emploi du gypse ($CaSO_2 \cdot 2H_2O$) joue le rôle de retardateur de prise pour les aluminates, en donnant naissance à une couche protectrice sur les grains, ce qui retarde l'hydratation .

Il est bien admis que la cristallisation qui accompagne l'hydratation (prise et durcissement) des ciments résulte de la différence de solubilité des corps qui font prise et ceux qui se forment pendant la prise .Les premiers se trouvent dans un état d'équilibre instantané en présence d'eau et ne pouvant subsister que momentanément. [10] .Ces cristaux forment un gel colloïdal microcristallin. Le développement et la multiplication des cristaux dans le temps expliquent l'augmentation de la résistance mécanique. Le ciment durci devient alors une véritable roche artificielle.

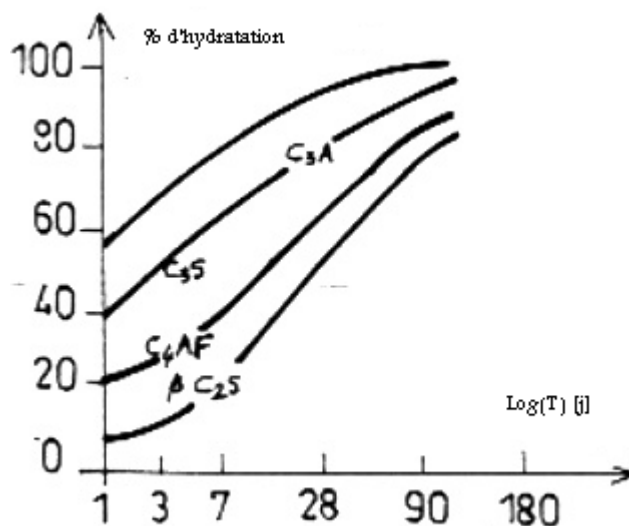
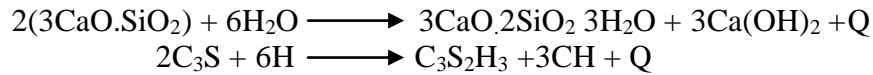


Figure 1-7 .Vitesse d'hydratation des principaux constituants du ciment d'après (F.M.LEA) [10].

Le silicate tricalcique (Alite) C₃S

Lors de la réaction de C₃S (3CaO.SiO₂) avec l'eau Figure 1-8 , il se forme de l'hydroxyde de calcium Ca(OH)₂ appelé portlandite ,et un gel de silicate de calcium hydraté de C₃S : tobermorite (3CaO.2SiO₂ 3H₂O) qui est le composant essentiel qui donne la résistance du ciment Figure 1-9 , suivant l'équation d'équilibre suivante qui ne tient pas compte de la complexité de la réaction : [10,26]



Profondeur de pénétration de la réaction en fonction du temps est :

1 j	: 0.5 μm	2 j	: 2 μm
7 j	: 3 à 4 μm	28 j	: 22 à 26 μm

Ainsi les grains de 30 μm de diamètre sont hydratés à 87% à l'âge de 28 jours, alors que les grains inférieurs à 3 μm sont complètement hydratés, peu de temps après le gâchage ce qui donne au liant des résistances initiales élevées. Ainsi que le rapport de CaO/SiO₂ du C-S-H a passé de trois à une valeur inférieure à deux (CaO/SiO₂=1.7) après hydratation .L'excès de chaux se trouve sous forme de Ca (OH) ₂.

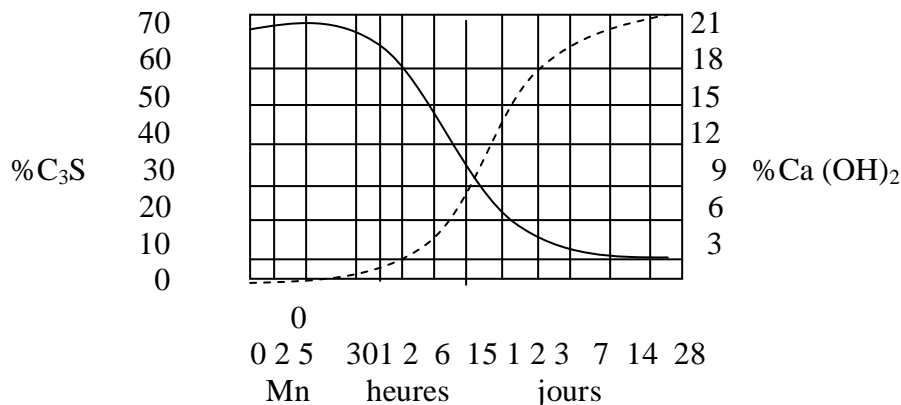
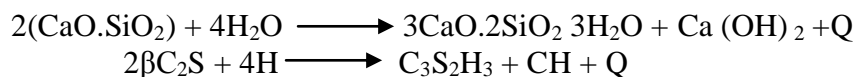


Figure 1-8. Cinétique de l'hydratation de C₃S.

Le silicate bicalcique (bélite)

Son hydratation est approximativement la même que celle de C₃S, mais le silicate bicalcique s'hydrate plus lentement. Suivant l'équation ci-dessous aussi il est le second composé responsable de la résistance Figure 1-9.:



Profondeur d'hydratation en microns :

7 j	: 0.6 μm	28 j	: 0.8 μm	5 mois	: 3.5 μm
-----	----------	------	----------	--------	----------

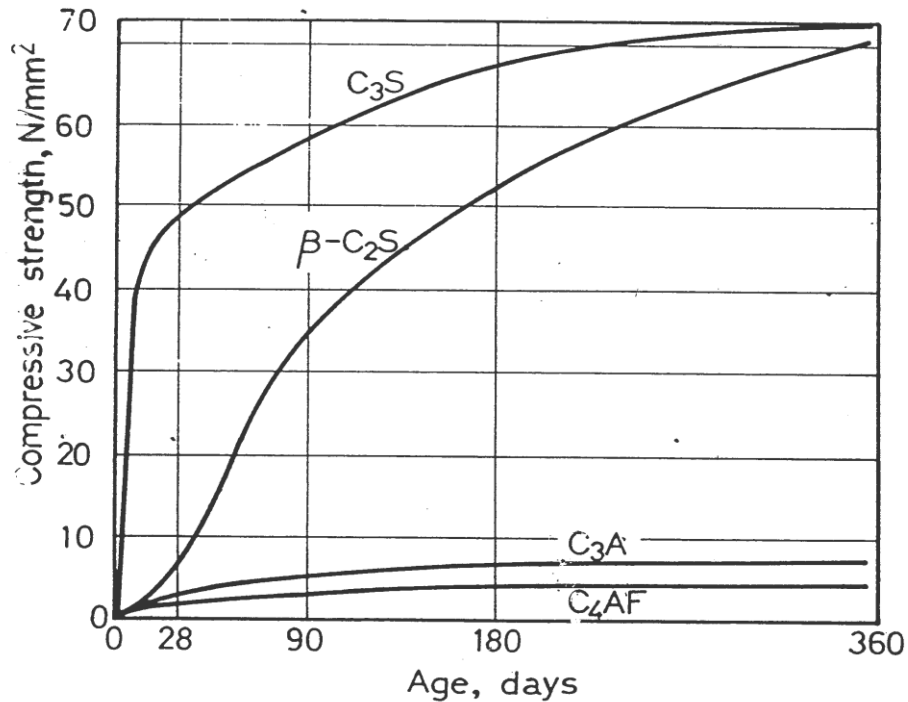


Figure 1-9. Résistance des différents constituants du clinker d'après Bogue et Lerch [26]

Selon le modèle Figure 1-10 qui schématise l'hydratation initiale de C₃S d'après les résultats XPS passe par sept étapes.

- étape **a** à $t=0$ le C₃S est anhydre
- étape **b** à $t=\varepsilon$ dissolution congruente de C₃S
- étape **c** à $t= 10$ secondes, formation d'un hydrate primaire de rapport C/S voisin de 1
- étape **d** à $10 < t < 1\text{mn}$ transformation de l'hydrates primaire en un hydrate secondaire de rapport C/S voisin de 2.
- Etape **e** à $1\text{mn} < t < 4\text{h}$ croissance de l'hydrate secondaire par chimisorption des ions Ca²⁺ provenant de la solution et du C₃S sous-jacent.
- Etape **f** à $t < 4\text{h}$, fin de la période dormante .dissolution congruente de C₃S après réorganisation de l'hydrate secondaire.
- Etape **g** à $t > 4 \text{ h}$, précipitation de C-S-H fibreux, et de Ca(OH)₂ en plaquettes hexagonales.

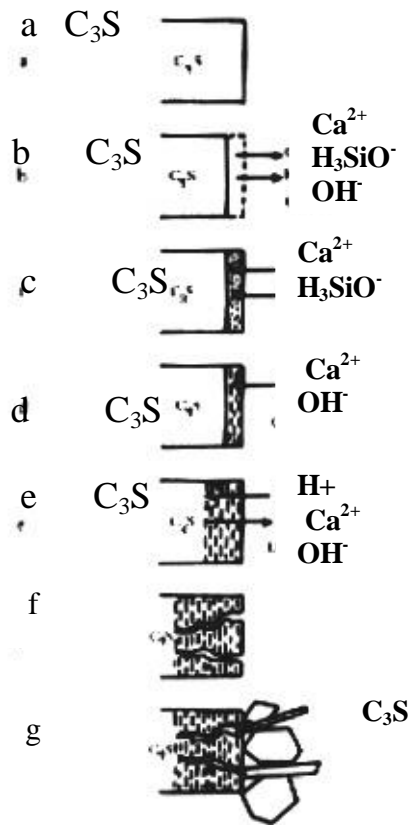
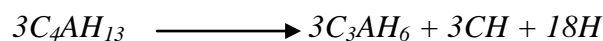


Figure 1-10 .Schéma d'hydratation initiale de C₃S d'après les résultats XPS [10]

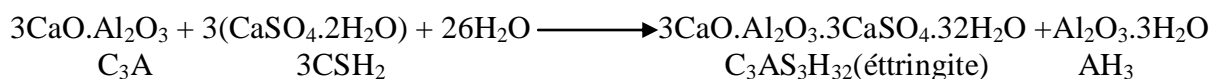
Hydratation des aluminates tricalciques C₃A

En présence d'eau l'hydratation de l'aluminate tricalcique conduit à la formation d'un gel (aluminates hydratés) et des aluminates C₂AH₈ et C₄AH₁₃. L'addition du gypse (sulfate de calcium (CaSO₄.2H₂O) permet de réguler cette réaction accéléré en une réaction lente similaire à celle du silicate tricalcique. La réaction étant très exothermique, la conversion des aluminates hexagonaux est très rapide.

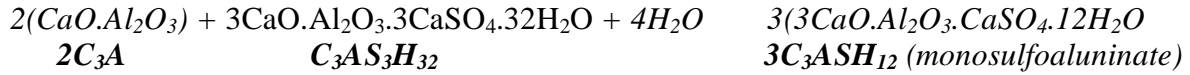


Pour contrôler la vitesse de la réaction élevée du C₃A entraînant la rigidification précoce des pâtes de ciment portland, on ajoute du sulfate sous forme de gypse (CaSO₄.2H₂O); d'hémihydrate (CaSO₄.1/2H₂O) ou d'anhydrite (CaSO₄) Figure 1-11.

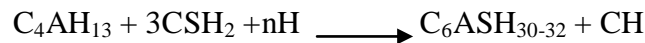
L'aluminate tricalcique et le gypse se dissolvent rapidement en formant une solution sursaturée par rapport aux hydrates en formant des cristaux de trisulfoaluminate de calcium (étringite) qui consomme trois moles de sulfate de calcium par mole d'aluminate tricalcique. L'étringite forme une coquille autour des grains anhydre au début de l'hydratation du C₃A en présence du gypse.



Après épuisement total du gypse, la concentration d'ions sulfate chute, la solution devient sous saturée par rapport à l'étringite, qui commence à se découdre, donc elle devient une source d'ions sulfates pour former avec l'aluminate tricalcique excédentaire un nouveau composé de monosulfoaluminate de calcium hydraté et de l'aluminate tétracalcique (C_4AH_{13}). Suivant l'équation qui consomme deux moles d'aluminates par mole d'étringite.



La formation des aiguilles d'étringite au début d'hydratation contribue à créer les résistances initiales. Par contre la formation ultérieure d'étringite après durcissement peut occasionner la destruction du béton.



Cette réaction se fait avec un fort accroissement de volume (pression de cristallisation). Ce qui peut avoir lieu dans le :

- Cas des eaux contenant des sulfates pour donner un sulfoaluminate expansif (sel de candlot).
- Cas des sulfates libérés tardivement.

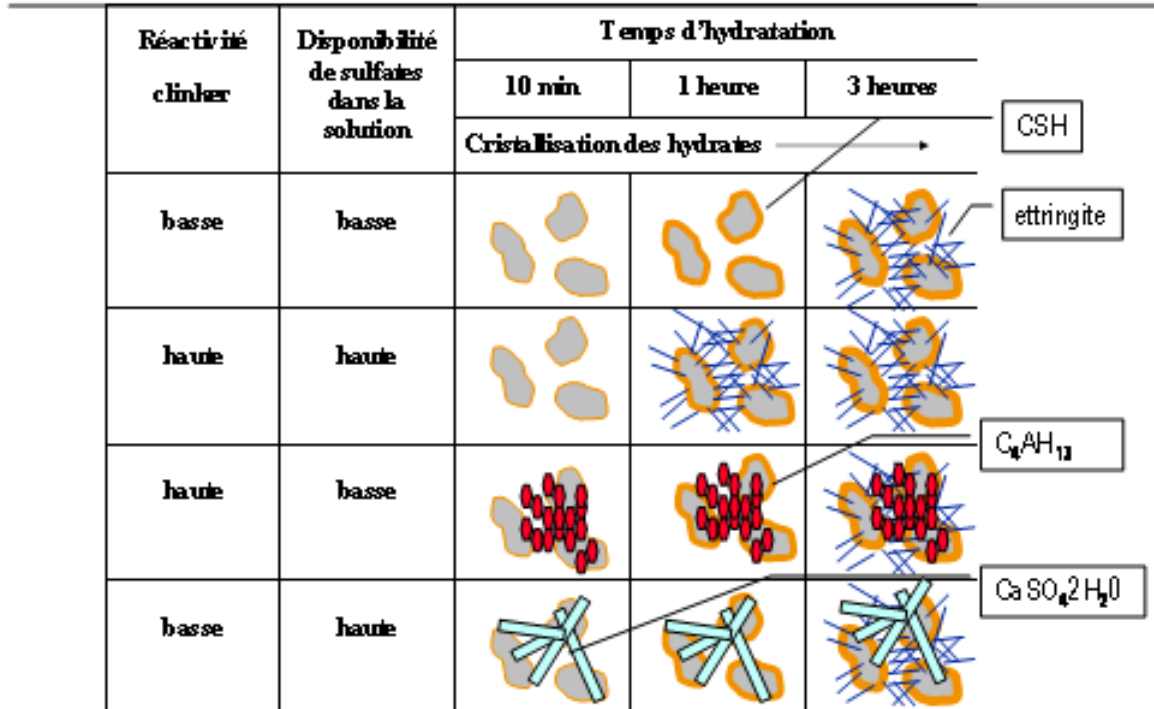
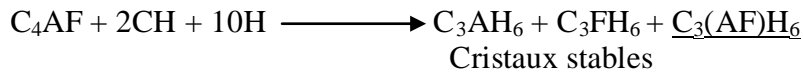


Figure 1-11. Influence du rapport C3A/disponibilité en SO_4 sur la prise selon LAUCHER [26].

Hydratation du C₄AF.

L'alumino -ferrite réagit d'une façon analogue au C₃A mais la vitesse d'hydratation est plus faible .Il se forme du C₄(AF)H₁₃ et du C₃(AF)H₆ par conversion .En présence du gypse , il se forme de l'étringite , puis du monosulfoaluminate lorsque le gypse est épuisé.



L'oxyde de Magnésium (Periclase) MgO et la chaux libre CaO.

Combinées, peuvent en contact avec l'eau provoquer des expansions de volume en s'hydratant après la prise. La chaux libre (CaO) est limitée de 0.5 à 1.5%.

L'hydroxyde de calcium :

Elle se cristallise dans le système hexagonal sous forme de plaquettes ou de petits cristaux hexagonaux formant des amas .Ces cristaux sont facilement clivables.

Sa densité est de 2.34

Sa solubilité dans l'eau diminue lorsque la température augmente (conséquence sur la cure)
Figure 1-12.

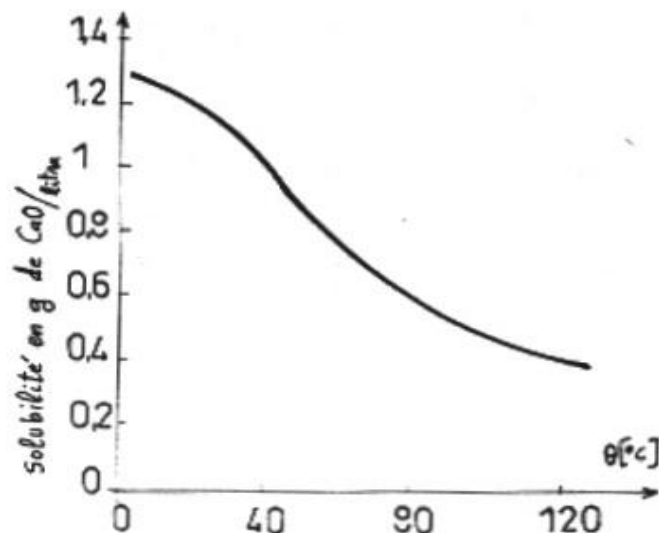
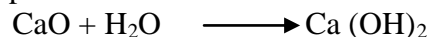


Figure 1-12. Solubilité de Ca (OH)₂ en fonction de la température [22]

Vers 400°C à l'air il se décompose , pour donner de la chaux vive (CaO), qui pourra lors du refroidissement se réhydrater avec une augmentation considérable de volume .C'est la raison pour laquelle le liant hydraulique (ciment portland) ne peut pas être utilisé à une température supérieure à 400°C .



Volume molaire : $56/3.18 = 17.6 \text{ cm}^3$

$74/2.34 = 31.6 \text{ cm}^3$

$100 \Delta V/V = 80\%$

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

1-4-2 Théorie de le Chatelier

L'hydratation des liants hydrauliques met en jeu plusieurs phénomènes physico-chimiques tel que l'adsorption , la dissolution et la cristallisation .Elle commence par la dissolution des éléments du produit anhydre dans l'eau, suivi d'une cristallisation (ou précipitation) des anhydres par combinaison des ions présents dans la solution ainsi formée . Il se produit alors une cristallisation qui aboutit à un nouveau système de constituants hydratés stables [10,19].

Deux objections peuvent alors faite à cette théorie.

- Certain composés hydratés ont une structure dont le caractère cristallin n'est pas évident.
- Le mécanisme dissolution – germination – croissance est lent et explique mal la vitesse d'hydratation.

1-4-3 Théorie de michaellis.

Les réactions d'hydratations se produisent sans passage en solution par réaction topochemique à l'état solide (il existe une relation entre les structures et les orientations des composés anhydres et hydrates).

Le durcissement est du à la formation et au développement d'un gel autour des grain de ciment , l'hydratation se poursuit par transfert de l'eau vers les grains anhydre à travers la membrane de gel qui durcit . La Figure 1-13 montre que les particules de gel sont représentées par deux ou trois lignes parallèles, pour indiquer la nature de leur structure (Soroka I, 1993) [10,21].

1-4-4 Recherche en cours

Plusieurs recherches récentes ont permis la compréhension des phénomènes de la prise et du durcissement du ciment. Les différences persistent toujours concernant l'hydratation initiale(précoce) du C_3S .Certains chercheurs tel que [10] ont confirmé que la dissolution du C_3S est congruente pour former des cristaux

D'autres chercheurs tel que Diamond (1976) d'après des observations aux microscope électronique à balayage ont révélé l'existence de couches d'hydrates en forme de coquilles séparés des grains de C_3S ce qui prouve la présence d'une zone de transition (solution formée de molécule d'eau, d'ions Ca^{2+} , OH^- et H_2SiO_4 entre le cristal et ses produits d'hydratation).

D'après Terrier et al (1966) [10] des observations au microscope électronique par transmission le C-H-S se forme topochemiquement sur les grains de C_3S et progresse vers le centre du cristal .C'est le C-S-H interne .Une faible quantité de C-S-H externe cristallise à partir de la solution.

1-4-5 Conclusion

Finalement, on peut admettre que les deux théories (modes) d'hydratation coexistent :

- La théorie de LE CHATELIER (passage en suspension) semble mieux expliquer les réactions en milieux aqueux dilués ou en cours des premières étapes de l'hydratation.
- Le mécanisme sans passage en solution semble prédominant aux âges avancés lorsque la diffusion des ions par grains anhydres devient plus difficile.

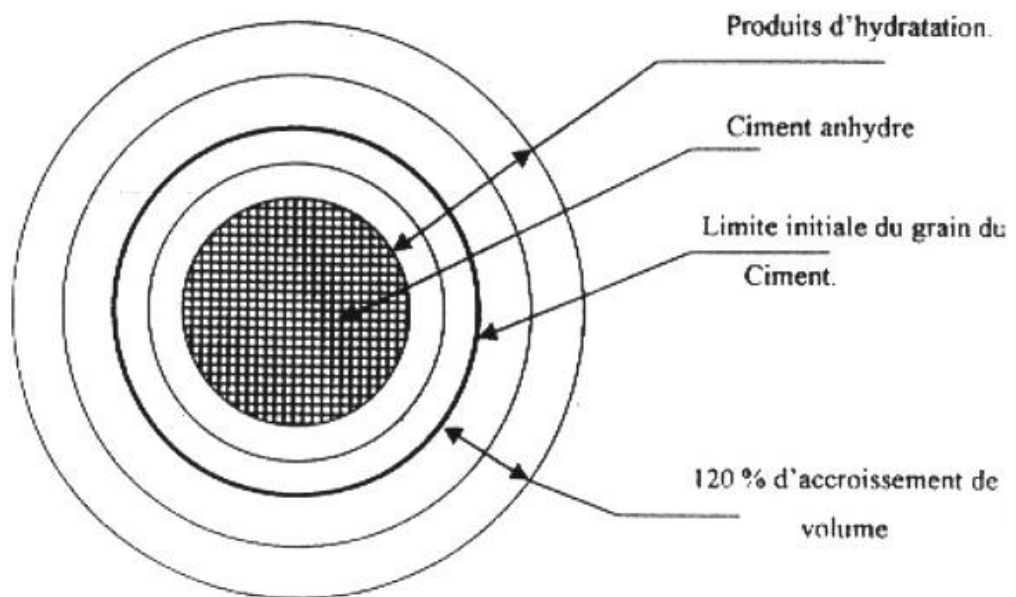


Figure 1-13.Modèle schématique de l'hydratation d'un grain de ciment (SOROKA.I, 1993) [21].

1-4-6 Evolution de la structure de la pâte de ciment portland

Après le gâchage du ciment et dans les premières minutes, il se forme deux hydrates à germination accélérée, le C-S-H (tobermorite en fibres de paillettes de $50 \times 100 \times 500 \text{ \AA}$) et l'étringite, cristaux hexagonaux à structure feuilletée avec dégagement de chaleur, qui se précipitent, ainsi la pâte demeure plastique pour un certain temps (de quelques minutes à quelques heures) suivant la nature des constituants du ciment. Comme la solubilité des sels hydratés (gel micro-cristallin) est beaucoup plus faible que celle des cristaux anhydres, les sels hydratés précipitent dès que la solution devient sursaturée, la solution restante, va dissoudre de nouvelles anhydres. Ce développement et multiplication des microcristaux dans le temps explique le phénomène de prise et de durcissement de la pâte.

On peut résumer le développement de la structure de la pâte de ciment en quatre phases, d'après **Taylor** [19] Figure 1-14. En faisant le point sur les derniers travaux, a schématisé comme suit la prise et le durcissement, à température normale des pâtes de ciment. .

- **Etape "a"** au cours du gâchage, les grains de ciment sont mouillés puis dispersés les uns des autres donc il ne sont pratiquement pas en contact.
- **Etape "b"** après quelques minutes, les produits d'hydratation apparaissent à la périphérie des grains, leurs dimensions est du domaine colloïdal (10 à 1000 Å). La phase aqueuse est pratiquement saturé en ions Ca^{2+} ; SO_4^{2-} . Na^+ ; K^+ . La vitesse d'hydratation devient très faible "c'est la phase dormante". Les grains restent séparés du fait du peu d'attraction inter -particulaire, la couche enrobante étant hydrophile.
- **Etape "c"** Vers la troisième heure, le processus de la réaction reprend, la couche enrobante se développe à la fois vers l'intérieur et l'extérieur du grain . Le début de prise correspond au moment de la jonction des couches des divers grains . A la fin de la prise, le gel forme un milieu continu.
- **Etape "d"** A partir de la sixième heure, les liaisons du gel se renforcent progressivement. C'est le durcissement.



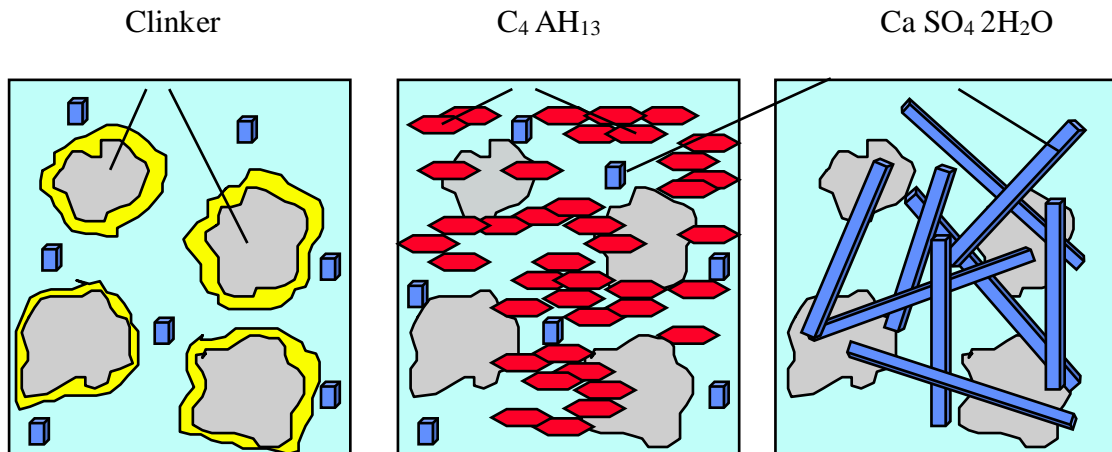
Figure 1-14. Modèle schématique de la formation de la structure dans la prise de la pâte de ciment [19,21].

La Prise et La fausse prise :

Selon de dosage en gypse dans le ciment, la réaction d'hydratation des aluminates tricalcique C_3A est très influencée. On peut obtenir trois cas possibles de formation des produits d'hydratation (Figure 1-15).

- Dosage de gypse optimum : produit résultant sont des CS-H.
- Dosage insuffisant en gypse : prise rapide et formation de C_4AH_{13} .
- Dosage en excès de gypse : c'est le phénomène de fausse prise.

Le ciment est constitué du clinker et du gypse (sulfate de calcium) .Si le clinker est chaud ou s'échauffe trop au cours du broyage, il se forme un plâtre ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) dont la prise donne l'impression d'un début de prise .C'est ce qu'on appelle la "fausse prise". Dans ce cas il faut seulement augmenter la durée de malaxage sans ajouter de l'eau.



Prise normale: SO_4 Optimum Prise rapide: Défaut de SO_4 Fausse prise: Excès de SO_4

Figure 1-15. Influence du gypse dans l'hydratation de C_3A [26]

1-4-7 Chaleur d'hydratation.

Quand le ciment Portland réagit avec l'eau, il y a dégagement de chaleur qui peut être mesurée par le calorimètre à conduction thermique Tableau 1-13. La Figure 1-16 montre l'influence de la température sur la vitesse de l'hydratation de C_3S .

De grandes différences existent entre les chaleurs dégagées par les différents liants hydrauliques Elle proviennent [10,27]:

- Des constituants minéralogiques, le C_3A et C_3S dégagent le plus de chaleur.
- Plus la finesse de mouture est élevée et plus la chaleur d'hydratation est grande et plus les résistances mécaniques sont élevées.

On constate que :

- Les réactions d'hydratations des constituants du ciment sont exothermiques.
- Le C_3S et C_3A s'hydratent plus vite que le C_4AF et C_2S .
- Pratiquement 25% de la chaleur se dégage entre le début et la fin de prise.

Le remplacement du ciment par une pouzzolane diminue d'une façon significative la chaleur d'hydratation du ciment avec ajout Figure 1.17.

La chaleur d'hydratation des ajouts pouzzolaniques est égale à environ la moitié de celle du ciment Portland sans ajouts. Les cendres volantes, le laitier et les argiles calcinées (déchet de briques) sont souvent utilisés dans les bétons de masse lors de la construction de barrages ou d'ouvrages massifs.

Constituant du ciment Portland	Chaleur d'hydratation (joules/g)		
	7 jours	28 jours	6 ans
C ₃ S (3CaOSiO ₂)	460	502	502
C ₂ S (CaSiO ₂)	84	189	251
C ₃ A (3CaOAl ₂ O ₃)	773	857	865
C ₄ AF(4CaOAl ₂ O ₅ Fe ₂ O ₃)	168	209	293

Tableau 1-13. Chaleur d'hydratation des principaux minéraux du ciment [10]

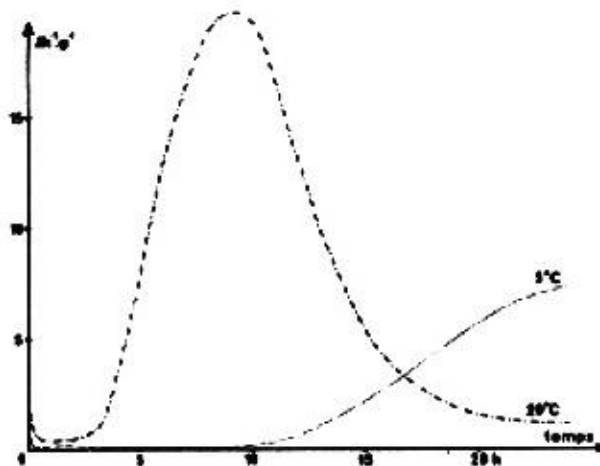


Figure 1-16. Courbes calorimétriques d'un C₃S obtenues au calorimètre à conduction thermique [10].



Figure 1-17. Effet de la pouzzolane sur la chaleur d'hydratation du ciment [29].

1-4-8 Facteurs influençant la cinétique de l'hydratation.

1-4-8-1 La classe du ciment.

Elle caractérise la résistance à la compression à 28 jours. Elle dépend de la rapidité de l'hydratation et de la structuration de la pâte de ciment donc de sa composition minéralogique, la finesse de broyage et le gypsage [10].

Un CPA riche en C_3S présente à court terme une résistance en compression supérieure à celui d'un CPA riche en C_2S parce que son hydratation est plus rapide. En raison d'une interaction $C_3S - C_2S$ mise en évidence par la diffraction des rayons X [10].

1-4-8-2 Granulométrie.

De même un CPA broyé à $5000 \text{ cm}^2/\text{g}$ offre une plus grande résistance en compression qu'un CPA identique broyé à $3500 \text{ cm}^2/\text{g}$ (50Mpa et 40Mpa à 28 jours). Son hydratation est plus rapide parce qu'il présente une grande surface libre à l'action de l'eau. Les grains de taille supérieure à $30 \mu\text{m}$ ne s'hydrate jamais complètement.

1-4-8-3 La température.

Dans l'hydratation du ciment Portland la température joue un rôle à la fois thermodynamique et cinétique.

- Thermodynamique parce qu'elle change la nature et la stabilité des hydrates.
- Cinétique parce qu'elle accélère ou retarde les réactions chimiques entre l'eau et les constituants anhydres.

1-4-8-4 L'eau de gâchage.

Plus le rapport E/C est faible et plus les temps de prise et de durcissement sont courts.

1-4-8-5 Composés solubles.

Ils peuvent accélérer ou retarder la prise et le durcissement (adjuvants accélérateurs ou retardateurs)

1-4-9 Echelonnement des réactions d'hydratation

Les divers constituants d'un ciment ont des cinétiques d'hydratation différentes. Celle du laitier et des pouzzolanes étant beaucoup plus lentes, les constituants du clinker pressentent eux même des différences importantes à cet égard (Figure 1-7)..

- L'hydratation de l'aluminate tricalcique est très rapide, pour la modérer qu'on ajoute du gypse.
- Le silicate tricalcique est moins rapide que le C_3A .

- Le silicate bicalcique est moins rapide que le C₃S

On assiste donc à un échelonnement des réactions, sans qu'on puisse pour autant parler d'une succession puisque certains ne sont pas encore terminés, lorsque d'autres ont débuté. [10].

1-5 ACTIVITE POUZZOLANIQUE

L'activité pouzzolanique ou pouzzolanité est l'aptitude de certains matériaux dépourvus de propriétés hydrauliques propres, à fixer l'hydroxyde de calcium en présence d'eau pour donner des hydrates analogues de ceux du ciment Portland. Cette propriété se constate à des degrés variables dans les matériaux riches en silice libre non quartzreuse, quelle que soit leur origine : matériaux naturels (gaize. diatomites. Cendres volantes) matériaux artificiels (cendres volantes. fumées de silice. Argiles calcinées. Cendres de balles de riz).

L'action pouzzolanique se caractérise par deux aspects distincts : [9, 28, 29, 30,31].

- La quantité totale d'hydroxyde de calcium qu'une pouzzolane est capable de fixer
- La rapidité de fixation d'hydroxyde de calcium par la pouzzolane.

1-5-1 Estimation de l'activité pouzzolanique.

L'estimation de l'activité pouzzolanique de l'ajout est déterminée par plusieurs méthodes connues. Citons quelques unes :

- Déterminations chimiques (L'indice d'activité Chapelle).
- Méthodes physiques.
- Essais mécaniques et analyses chimiques.
- Evaluation la pouzzolanité d'un mélange argile calcinée/Ca(OH)₂ =1.

1-5-2 Nature des hydrates formés lors de la réaction pouzzolanique

1-5-2-1 Hydratation des ciments aux pouzzolanes

Un ciment composé à la pouzzolane doit satisfaire les spécification de l'activité pouzzolanique. Notamment la résistance à la compression du ciment composé qui doit présenter un indice d'activité pouzzolanique au moins égale à 75% de la résistance du ciment Portland de référence à 28 jours selon la norme ASTM C618.

La réaction des constituants du ciment à base de pouzzolane se fait par l'intermédiaire d'un processus de Dissolution des produits anhydres dans l'eau interstitielle suivi d'une cristallisation (ou une précipitation) des hydrates, par combinaison des ions présents dans la solution ainsi formée (théories de le Chatelier) [10,13,22,25] .

Les hydrates formés lors de la réaction pouzzolanique sont en général des minéraux mal cristallisés. La nature chimique de ces minéraux dépend :

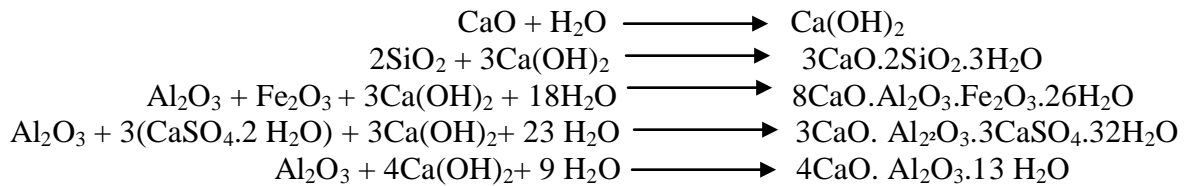
- Des conditions d'hydratation des pâtes mixtes (température, teneur en eau,.....)
- De la nature cristallographique et composition chimique des matériaux pouzzolanique
- De la concentration des ions présents dans la solution.

L'hydroxyde de calcium Ca(OH)_2 libéré en grande quantité pendant l'hydratation du ciment Portland ne se combine pas toujours sous forme d'hydrate et reste disponible pour d'autres réactions avec d'autres composants du ciment, il présente la principale source d'alcalinité pour l'activité hydraulique nécessaire à la conversion de SiO_2 de la pouzzolane en C-S-H .

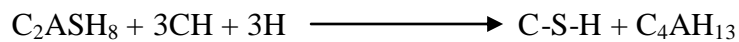
Les hydrates formés lors de la réaction d'hydratation d'un ciment portland sont pratiquement des C-S-H amorphe et non stoechiométrique contenant une quantité d'atomes d'aluminium moins importante que Les C-S-H formés lors de la réaction pouzzolanique. [31].

La vitesse d'hydratation des composés minéraux est d'autant plus grande que la température de conservation des pâtes mixte est élevée. [31] à étudié l'impact de la température sur la formation des produits hydratés lors de la réaction pouzzolanique entre l'argile calcinée et l'hydroxyde de calcium.

Les principaux produits d'hydratations à 20°C sont C_2ASH_8 , C-S-H, C_4AH_{13} , et C_3AH_6 , C-S-H et C_4AH_{13} selon les équations suivantes [9] :



De plus d'après [10] le C_2ASH_8 (géhénite hydraté) se décompose en présence d'une solution saturé en hydroxyde de calcium en C-S-H et C_4AH_{13} stable selon l'équation suivante.



Aussi selon plusieurs travaux de recherches effectués par [10] affirment que la cinétique de l'hydratation des ciments aux pouzzolanes se fait en deux phases.

- La première phase est très rapide, est due à la réaction des alcalins (CaO , K_2O et Na_2O) produits par l'hydratation du ciment Portland.
- La deuxième phase est lente est due aux réaction d'hydroxyde de calcium lors de l'hydratation des pouzzolanes.

1-5-2-2 Propriété des ciments aux pouzzolanes

Les pouzzolanes (argile calcinée) se distinguent par la lenteur de la réaction d'hydratation due à l'effet pouzzolanique, le taux d'accroissement de la résistance mécanique et la chaleur d'hydratation se révèlent faibles. En revanche l'hydratation de C_3S dans le ciment Portland est rapide en un point ou l'accroissement de la résistance et la chaleur d'hydratation y afférents sont élevés. Sans perdre de vu que la réaction pouzzolanique consomme de la chaux (hydroxyde de calcium), alors que d'hydratation du ciment Portland constitue une réaction donnant lieu à une production de la chaux. en outre, selon certains chercheurs [9,32] , le rapport

CaO à SiO₂ dans le C-S-H contenu dans un ciment Portland -pouzzolane hydraté est légèrement supérieur au C-S-H présent dans le ciment Portland hydraté, ainsi il présente une résistance chimique meilleure que celle d'un ciment Portland hydraté.

Aussi selon les travaux de certains chercheurs ce n'est pas la manifestation chimique de l'effet pouzzolanique, mais plutôt sa manifestation physique donnant lieu à l'affinage des pores de la pâte qui revêt probablement la plus grande importance en ce qui a trait à l'augmentation de la durabilité chimique et la résistance mécanique.

1-6 Propriétés des mortiers et béton renfermant des pouzzolanes.

Parmi les propriétés apportées dans les mortiers et bétons à base de ciment Portland - pouzzolane , mentionnant un ralentissement du taux de prise et de durcissement, un accroissement de la résistance finale ,une baisse de la chaleur d'hydratation et une bonne amélioration du rendement en milieu acide.

1-6-1 Temps de prise

L'incorporation d'un ajout pouzzolanique au ciment Portland entraîne une diminution du temps de prise attribuable à la finesse de mouture des grains de l'ajout par différence de dureté avec le clinker et à la nature des composants chimiques.

1-6-2 Chaleur d'hydratation

D'après les travaux de Massazza et Costa et [24, 28,30] l'addition d'une pouzzolane dans un ciment Portland entraîne une nette diminution de la chaleur d'hydratation.

La capacité des ajouts pouzzolanique (déchet de briques) dans le ciment Portland de diminuer la chaleur d'hydratation est largement exploitée dans les constructions en béton de masse (barrage de Jupia Dam au Brésil 1962) [16, 24,32], ou les risques de fissuration attribuables à une variation thermique peuvent constituer un grave problème.

1-6-3 Résistance mécanique

De même les travaux de Massazza et Costa et [30] confirment la lenteur de la réaction chimique entre la pouzzolane et la chaux (hydroxyde de calcium).

Ils concluent que les ciments à la pouzzolane présentent au début une résistance moindre que celle du ciment Portland de référence. La résistance finale (à long terme) peut se révéler supérieure, selon la qualité et la quantité de l'ajout pouzzolanique utilisé dans le ciment. Il s'avère aussi qu'on ne doit pas dépasser certain dosage en ajout pouzzolanique, lorsqu'il conduit à une réduction considérable de la résistance mécanique (moins de 75% de celle d'un CPA à 28 jours), en particulier au début et par temps froid.

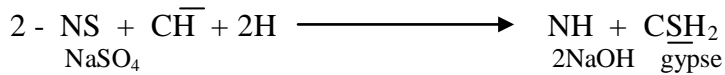
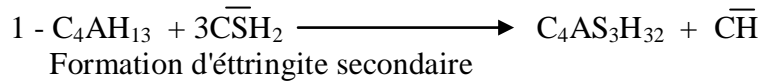
1-6-4 Résistance aux sulfates

D'après DURIEZ.M la durabilité est la résistance des mortiers et bétons à s'opposer aux agents agressifs générés par les agents physiques et chimiques du milieu .et selon

GORCHAKOV.M, la durabilité est un temps pendant lequel le mortier ou le béton est capable d'exécuter ses fonctions.

L'attaque du mortier et béton par les sulfates entraîne d'ordinaire l'expansion ,la fissuration et la perte de la résistance mécanique attribuables à la formation d'étringite et de gypse.

Plusieurs mécanismes sont invoqués pour exprimer l'attaque par les sulfates.



Formation de gypse secondaire.

Ces matériaux se forment par suite d'une interaction entre une eau sulfatée et les produits d'hydratation du ciment, tels le monosulfate hydraté (C₄ASH₁₈) et l'hydroxyde de calcium (CH) L'eau de mer et les eaux souterraines provenant des sols alcalins constituent les plus fréquentes sources de sulfates dans les eaux naturelles .

Pour palier aux insuffisances des ciments portlands, l'utilisation de pouzzolanes, sous forme de mélange de ciment Portland - pouzzolane, favorise la durabilité du mortier et béton exposé à l'eau sulfatée. Elle est attribuable à l'effet pouzzolanique qui réduit la perméabilité et augmente la compacité du mortier et béton, ainsi que la formation de l'hydroxyde de calcium dans la pâte hydraté et du C-S-H présentant un faible rapport de CaO à SiO₂ .Donc il semble bien que plusieurs études et recherches en laboratoire confirment que la pouzzolane améliore la résistance du ciment aux sulfates. [30,32]

1-6-5 Résistance à l'expansion alcali -silice

La réaction entre les minéraux siliceux des granulats et les alcalis que renferme le ciment Portland provoque la destruction interne (expansion et fissuration) du mortier et béton.



Cette réaction dépend de :

- La teneur en alcali.
- La cristallisation de la partie active des granulats et sa nature. Les matériaux les plus réactifs sont ceux qui comportent des phases amorphes.
- La proportion et la taille des grains.

Pour palier à ces risques d'expansion, on utilise un ciment faible en alcalis (pas plus de 0.6% de Na₂O). Quand cela est impossible, le phénomène d'expansion peut être limité par l'incorporation dans le ciment Portland d'un matériau pouzzolanique dont l'efficacité à réduire l'expansion alcali -granulat a été démontré au cours d'essais en laboratoire. [30,32].

1-6-6 Retrait de séchage

Le retrait des produits (pâte, mortier et béton) à base d'un ciment Portland -pouzzolane est généralement supérieur aux produits à base de ciment Portland .Cet écart est prévisible, car le retrait est lié à la formation des C-S-H qui sont relativement élevée dans les ciments Portland pouzzolane (formation d'un C-S-H secondaire). Toutefois de nombreux chercheurs ont noté que la propension de la fissuration des mortiers et bétons renfermant une pouzzolane est moindre que dans les mortiers et bétons sans pouzzolane. [30,32].

1-7 RETRAIT Norme NFP 15-433

La pâte de ciment manifeste des variations dimensionnelles en absence de chargement. Elle ont une relation avec la **dessiccation** (évaporation de l'eau interne) et sa structuration progressive **c'est le retrait endogène** (hydratation du ciment).Les dimensions augmentent ou diminuent, on distingue donc les gonflements et les retraits [10,33].

1-7-1 Facteurs influençant le retrait :

- Composition chimique du ciment
- Le dosage en ciment
- La finesse de mouture
- Le rapport E/C
- Les adjuvants

1-7-2 Types de retrait [10].

- Retrait thermique
- Retrait hydrique endogène
- Retrait hydrique exogène

1-7-2-1 Le retrait thermique.

Il est beaucoup trop rapide pour qu'il ait équilibre à chaque instant entre l'eau interne et la vapeur d'eau de l'atmosphère ambiante Figure 1-18 [10,33].

L'élévation de température provoquée par les réactions d'hydratation augmente les contraintes de compression dans le mortier (béton) et pendant le refroidissement la contrainte thermique chute et passe dans le domaine des tractions.

Donc La température provoque la dilatation et le refroidissement provoque la fissuration

1-7-2-2 Retrait hydrique

On constate deux stades de retraits chacun est lié à la nature des trous de la pâte de ciment Figure 1-18.

- **Retrait hydrique endogène(stade A)** : Il correspond au départ de l'eau des capillaires (Les capillaires : Vestige de la structure de la suspension des grains de ciment dans l'eau) .L'hydratation s'accompagne d'une réduction de volume appelée la contraction Le

Chatelier et d'une diffusion de chaleur exothermique qui provoque la dessiccation interne du réseau des pores capillaires (fonction de E/C) [33].

- **Retrait hydrique exogène (stade B) :** Il correspond au départ de l'eau des pores (Les pores caractéristiques des amas d'hydrates formés). c'est un retrait à long terme dû à l'évaporation de l'excédent d'eau de gâchage non nécessaire à l'hydratation.

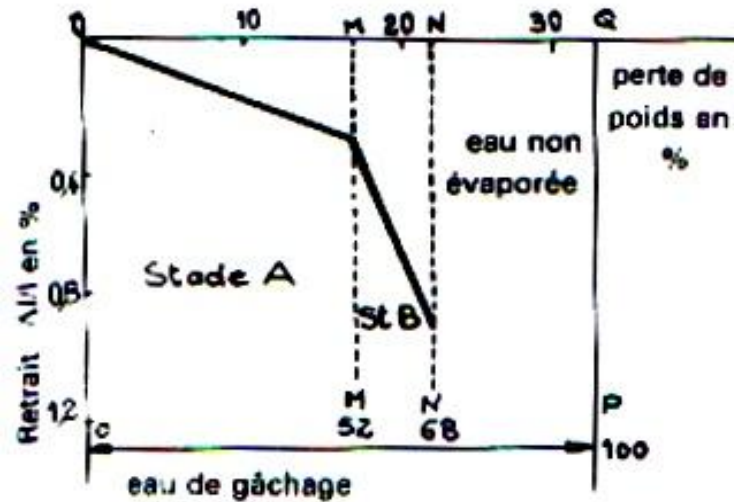


Figure 1-18. Accroissement de retrait en fonction de la perte en poids [10].

Depuis les premières utilisations du liant hydraulique ; c'est la fissuration due au retrait qui constitue en pratique la conséquence la plus préoccupante pour la qualité et la durabilité des matériaux de construction à base de liants hydrauliques.

La Figure 1-19, donne les retrait et les gonflements moyens d'une pâte pure, d'un mortier et d'un béton. Le retrait est mesuré en laboratoire (une ambiance de 20°C et 50% d'hygrométrie relative). L'origine est conventionnellement au d'émouillage à l'âge de 24h.

Dans un temps relativement court ; il y a une superposition de plusieurs phénomènes qui concourent tous vers une diminution de volume apparent du mortier et béton. Le Chatelier (1887), a montré que l'hydratation du ciment portland entraîne une diminution du volume total Dreux G (1985).

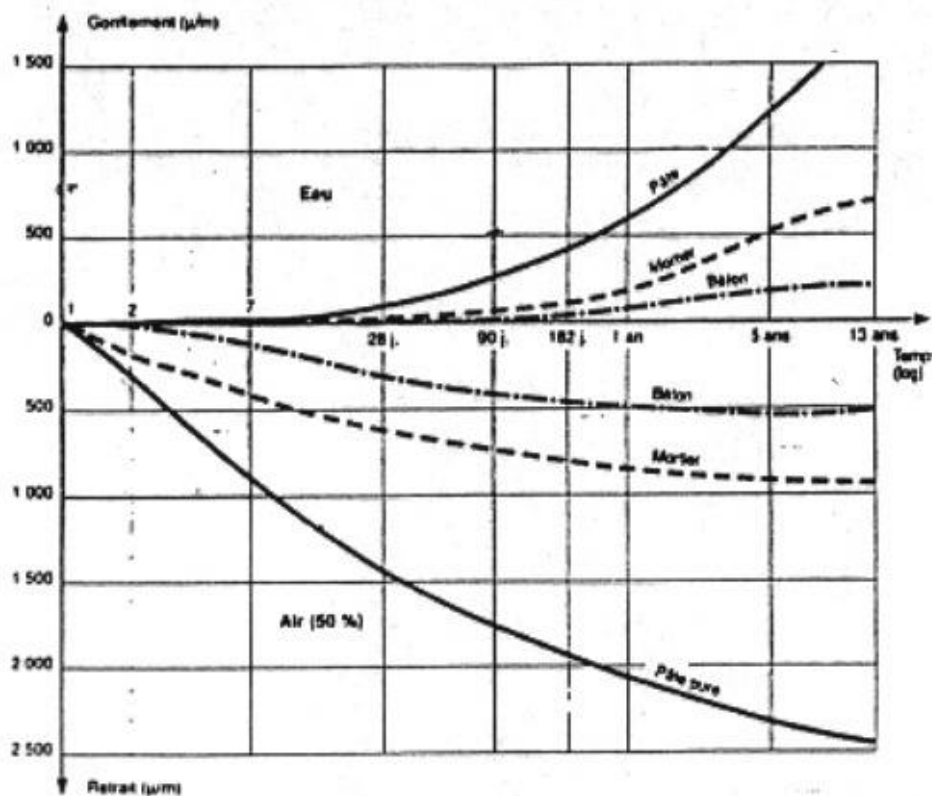


Figure 1-19. Courbes de retrait mesurés en laboratoire sur des pâte pure, mortier et béton (CPA 45) [10].

1-8 INTERET ECONOMIQUE ET TECHNIQUE

1-8-1 Intérêt économique

L'intérêt économique des ajouts aux ciments est évident, puisque les ajouts sont, soit des sous produit (laitier, cendres volantes...) soit des matériaux naturels (pouzzolanes) dont le coût énergétique est pratiquement nul.

Certaines pouzzolanes requièrent toutefois un plus d'énergie de broyage que le clinker. L'utilisation de ces produits constitue une débouché pour ces produits est réduits la mise en crassier et les nuisances qui en résultent.

1-8-2 Intérêt technique

L'intérêt technique des ajouts réside en premier lieu dans le fait qu'ils permettent l'obtention des ciments dont les performances sont aussi bonnes que celle des ciments 'Portland de même classe de résistance sauf à très court terme.

- Présentent l'avantage d'une meilleure résistance aux agressions .La sensibilité à ses agressions à pour origine la solubilité non négligeable de l'oxyde de calcium (portlandite) dans les eaux en contact avec les ouvrages.

- Améliorent la maniabilité, la résistance à long terme et l'imperméabilité du mortier et béton.

Lorsque les eaux sont peu chargées, la dissolution ne provoque pas au delà de quelques dizaines de millimètres et est sans conséquence technique, par contre, si elle contient des sulfates, ceux-ci réagissent avec les aluminates formes de l'étringite de seconde génération (sel de condrot) qui fait se désagréger la couche concernée. Le phénomène se poursuit par dissolution de la portlandite sous-jacente et ainsi de suite .il est d'autant plus marqué que le ciment contient de C₃A.

Lorsque les eaux sont magnésiennes, il se produit une double décomposition entre l'hydroxyde de calcium et le sel de magnésium. L'apparition d'hydroxyde de magnésium par un effet de gonflement qui désagrège la zone superficielle.

Il y a lieu de signaler que les actions chimiques sont réduites quand la portlandite est moins abondante, parce qu'elle a été consommée (ciment à la pouzzolane ou aux cendres volantes).La réduction de la teneur en clinker s'accompagne par ailleurs d'une réduction proportionnelle du taux de C₃A du mélange et par conséquent du risque de dégradation sulfatique.

Le ciment composé sera donc toujours préféré chaque fois que les bétons seront exposés aux eaux agressives (ouvrage à la mer).Il ne faut pas perdre de vue que la portlandite (hydroxyde de calcium) est avantageuse dans la protection des armatures .Elle a pour effet de fixer le PH aux environs de 12.6, zone dans laquelle l'acier est passif.

1-9 DIFFRACTION AUX RAYON X

Le diffractomètre par rayon X est destinée à déterminer la composition et les principaux caractères de la structure cristallographique des matériaux, mais il ne peut identifier une phase amorphe. Un cristal est un arrangement régulier (ordonné) d'atomes (ou d'ions) dans l'espace .On résonne souvent sur un cristal plan plus facile à représenter. Le diffractomètre permet d'explorer toutes les directions de l'espace pour mesurer des pics de diffraction correspondant à chacun des nœuds du réseau donc il forme une véritable signature de la phase cristalline au sein d'un mélange, à condition d'avoir auparavant déterminé la signature de chaque phase. Soit à l'état stable ou en ligne d'une phase intermédiaire, grâce au développement des moyens technologiques.[34] .

Une fois la signature de la phase est déterminée, elle est comparée à la base de données la plus complète à l'heure actuelle est la Power diffraction de l'ICDD (ex-ASTM) qui comprend plus de 150.000 fiches [35] .

1-9-1 Principes de la diffraction (analyse des phases)

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon (les atomes des cristaux) avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des *maxima* (les pics) dans certaines directions (les ondes s'additionnent), et des minima dans d'autres (les ondes s'annulent) ; on parle de phénomène de «diffraction» (Figures 1-20 et 1-21).On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ ("deux θ ") du faisceau ; la courbe

obtenue s'appelle le «diffractogramme» Figure 1-23.

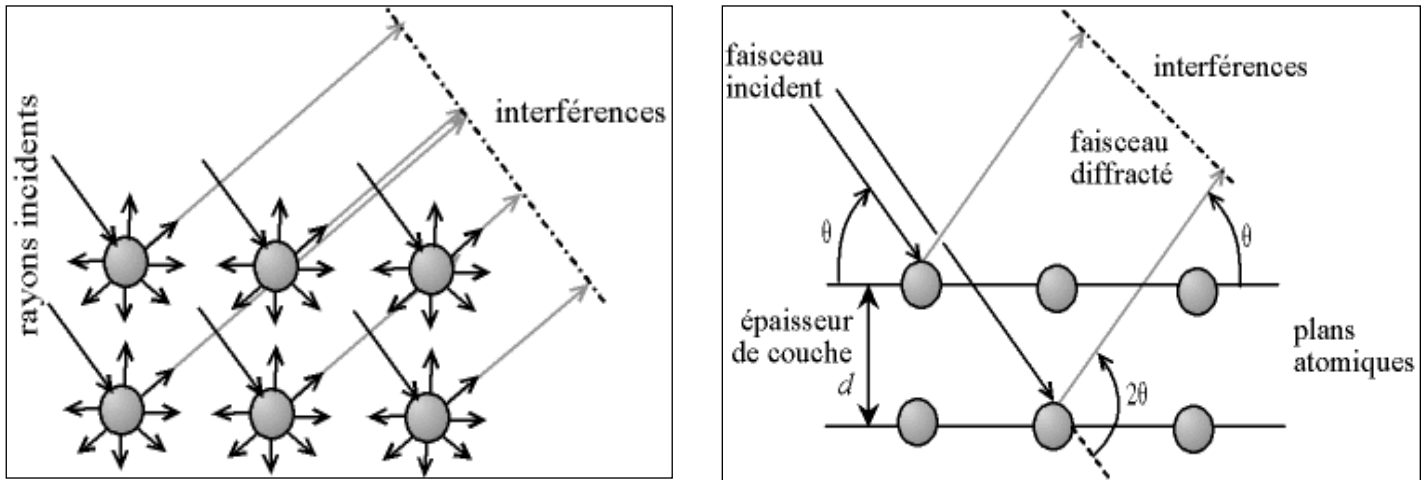


Figure 1-20 Interférence des ondes diffruées – phénomène **Figure 1-21.** loi de Bragg donnant les directions ou les interférences constructrices[34].

Si l'on trace des plans imaginaires parallèles passant par les atomes, et si l'on appelle d_{hkl} la distance entre ces plans (ou «distance interréticulaire») Figure 1-21, alors les interférences sont constructrices si :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

λ est la longueur d'onde du rayonnement X de la source qui est un tube sous vide muni d'un dispositif permettant de ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde monochromatique (filtre monochromateur),

2θ est l'angle de déviation de Bragg mesuré par le diffractomètre (il existe deux montages "thêta thêta" et "thêta -2 thêta") Figure 1-22.

n est un nombre entier appelé «ordre de diffraction» généralement on considère que le premier ordre ($n = 1$).

Donc on peut dire que le pic représente une distance d . ceci présente l'avantage d'être indépendant de la longueur d'onde λ des rayons X utilisés. En effet si l'on mesure un même échantillon avec deux longueurs d'ondes différentes, les positions en 2θ des pics seront différentes, par contre, les d seront les mêmes..

Pour cette raison, de nombreux utilisateurs affichent les diffractogrammes en (d, I) . Par ailleurs les listes de pics des signatures des produits sont toujours indiquées en (d, I) .

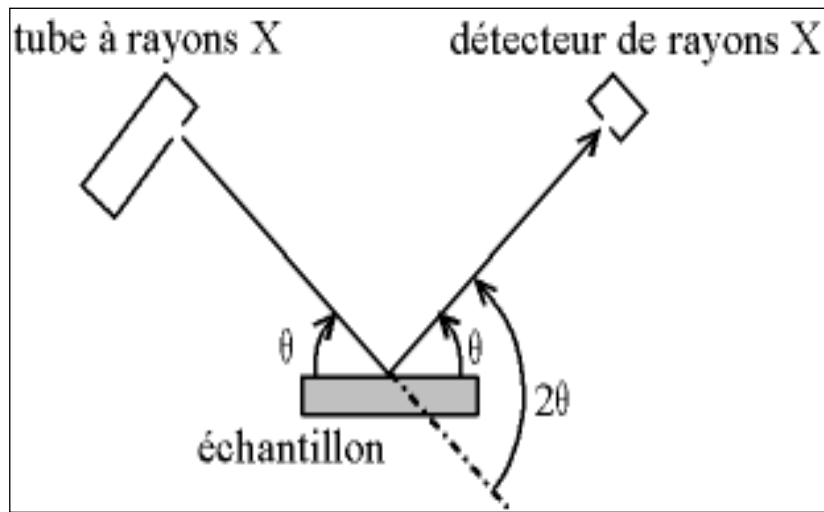


Figure 1-22. Définition des angles dans le montage de Bragg Brentano [34].

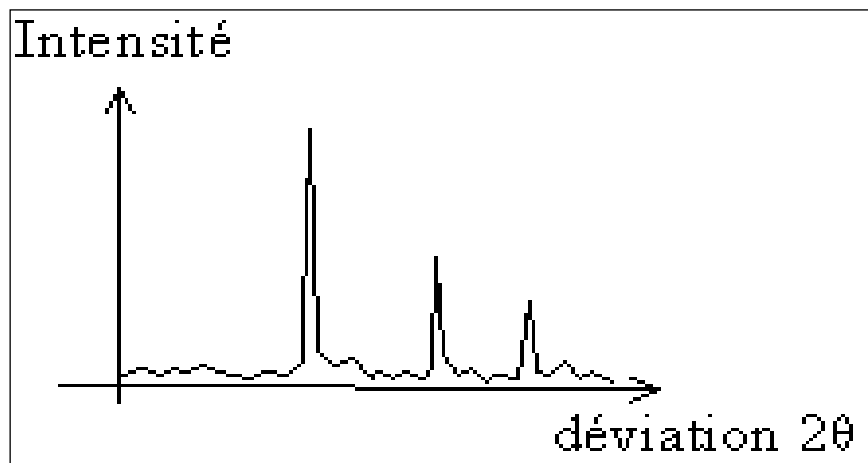


Figure 1-23. Diffractométrie X : mesure de L'intensité en fonction de l'angle 2θ de déviatiion [34].

1-9-2 Avantages d'utilisation du diffractomètre dans l'industrie du ciment.

Pour l'analyse des matériaux, les cimenteries utilisent surtout des techniques de fluorescence par rayons X. L'analyse par fluorescence X a depuis longtemps fait ses preuves mais elle ne permet pas d'accéder à la structure cristalline des matériaux. Or, ce paramètre est important car il conditionne largement les performances du ciment qui est gouvernée par la minéralogie des matériaux, L'aptitude au broyage des matériaux bruts, l'aptitude au chauffage des composés dans le four, l'aptitude au broyage du clinker, ses caractéristiques mécaniques, tous ces paramètres clés d'une cimenterie et des performances du produit découlent de la minéralogie des matériaux *selon* [34]

Actuellement l'analyse par diffraction de rayons X en ligne prend de la place à travers les cimenteries dans le monde au détriment des essais au laboratoire, pour les avantages de contrôle de la qualité et l'économie qu'elle offre. On essaye d'énumérer quelques avantages parmi d'autres.

- Des résultats disponibles toutes les minutes, IL est possible de mieux contrôler la stabilité du produit et donc de réaliser des économies.
- Les opérateurs d'usines peuvent prendre de réelles décisions pour le contrôle de la qualité du produit modifié et écarté. Il y a moins de produit hors spécifications.
- Réduction des tests de laboratoire.
- L'amélioration de la qualité du produit rendue possible par l'analyse en ligne par diffraction de rayons X.
- Gain sur les tarifs obtenus grâce à l'amélioration de la qualité du produit.
- Optimisation des rajouts d'additifs.
- Economie due à l'optimisation du four de cuisson pour une meilleure qualité du clinker.
- Economie d'énergie au niveau des opérations de broyage du ciment (économie rendue possible par le contrôle de la qualité du clinker.

1-10 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Le microscope électronique à balayage permet une analyse chimique élémentaire et ponctuelle de la matière qu'elle soit cristallisée ou amorphe (contrairement à la diffraction des rayons X qui ne permet que l'étude des phases cristallisées). Il permet aussi de déterminer la répartition des oxydes à travers la matière à l'échelle de micron ou les microcristaux à l'échelle d'angström, ainsi que la proportion des oxydes.

Le faisceau d'électrons incidents, focalisé par des lentilles électromagnétiques, constitué d'une source dont le diamètre est de l'ordre de (50 à 100 Å) lui donne une résolution bien supérieure. Les échantillons massifs peuvent être examinés avec une très grande profondeur de champ donnant l'impression d'une vision tridimensionnelle. Chaque type d'interaction électron – matière fournit un signal propre qui apporte des informations sur l'objet examiné. A chaque type de signal peut correspondre un mode de fonctionnement du MEB avec formation d'une image. Le signal choisi, détecté puis amplifié, sert à moduler l'intensité du faisceau d'un oscilloscope ou d'un tube de télévision dont le balayage est synchrone de celui de l'échantillon massif, les images les plus informatives de la microstructure du matériau sont données par des électrons secondaires [10].

DEUXIEME CHAPITRE

EXPERIMENTATION

2-1 INTRODUCTION

Ce chapitre présente d'une part les matériaux utilisés pour la confection des ciments avec ajouts pouzzolaniques ainsi que les modes opératoires des différents essais réalisés.

- * Argile crue.
- * Argile calcinée (déchet de briques cuites).
- * Clinker.
- * Gypse.

2-1-1 Caractéristiques des matériaux utilisés

2-1-1-1 Le ciment avec ajout pouzzolanique

Vu la non disponibilité du ciment CPA sur le marché national, On a été amené à effectuer la préparation des différents types de ciments (avec et sans constituants secondaires) en appliquant la méthode de substitution (remplacement ou substitution pondérale d'une certaine quantité de clinker par de l'ajout pouzzolanique). La préparation des ciments avec et sans additions pouzzolaniques ainsi que la détermination de leurs caractéristiques chimiques et physiques ont été effectués au Centre des Etudes Technologiques et de l'Industrie des matériaux «C.E.T.I.M» situé dans la ville de Boumerdes et les essais mécaniques des mortiers confectionnés à leurs bases ont été réalisés à la cimenterie de Hamam Dalaa près de la ville de M'sila. Par contre les essais minéralogiques «Diffraction aux rayons X : D.R.X» sur les argiles (crue et calcinée), distribution des particules des ciments «Granulométrie à Laser : G.L» et microstructuraux (observation des faciès de mortier) à l'aide de la Microscopie Electronique à Balayage «M.E.B» ont été effectués au Laboratoire de la Sonatrach «D.R.X et G.L» et à l'Institut National de Pétrole «M.E.B » situé dans la ville de Boumerdes.

2-1-1-2 Mélange pouzzolanique (déchet de briques)

Le déchet de briques d'argile cuite utilisé dans notre étude expérimentale comme ajout est récolté d'une Briqueterie située dans la ville de Sidi Aissa. Le ciment a été substitué partiellement à différents pourcentages (0%, 5%, 10%, 15% et 20%) par rapport au poids massique de clinker par un ajout pouzzolanique (argile calcinée). L'argile utilisée dans notre travail a été cuite entre 900 et 1000°C.

2-1-1-3 Calcination de l'argile

La cuisson à été effectuée dans un four horizontale de la briqueterie de Sidi Aissa, dont la température est approximative et non contrôlée avec précision .passant par plusieurs paliers : évaporation de l'eau vers 100°C, puis élimination de l'eau de constitution (déshydroxylation) vers 500°C ensuite une phase de destruction de la structure cristalline (structure amorphe) vers une

température variant de 650 à 850°C et en dernière phase de cuisson une recristallisation vers 950°C et plus.

2-1-1-4 Composition chimique de l'argile crue.

La composition chimique est indiquée dans le Tableau 2.1. Elle a été déterminée par l'essai de Spectrométrie à Fluorescence aux rayons X au Centre des Etudes Technologiques et de l'Industrie des Matériaux de Boumerdes.

L'analyse s'effectue sur un échantillon finement broyé ($\leq 80 \mu\text{m}$), afin de déterminer sa composition chimique.

Elément	CaO	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	MgO	SO₃	K₂O	Na₂O	MnO	PF
Argile crue	6.66	52.03	16.22	6.30	2.71	0.68	2.38	0.96	/	11.07

Tableau 2-1. Composition chimique de l'argile crue de Sidi Aissa

2-1-1-5 Composition chimique de l'argile calcinée

La composition chimique de l'argile calcinée de Sidi Aissa est présentée dans le Tableau 2.2.

Eléments	CaO	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	MgO	SO₃	K₂O	Na₂O	MnO	P.F
Teneurs Argile calcinée	6.06	66.52	14.20	5.45	2.35	0.73	2.09	0.73	/	1.00

Tableau 2-2. Composition chimique de l'argile calcinée de Sidi Aissa.

2-1-1-6 Diffraction par rayons x

La technique de Diffraction aux rayons X a pour but la détermination de l'état de cristallisation des matériaux et leur état d'amorphisation après traitement thermique [WILSON, M.J.,(1987)]. Le matériau testé doit être finement broyé et tamisé à 80 μm . L'analyse des différentes argiles (crue et cuite) à été réalisé au Laboratoire de la Sonatrach (CRD) situé à Boumerdes. Le matériel utilisé dans le laboratoire de la Sonatrach est un Diffractomètre Siemens D 500 (rayonnement λ Cu K α , monochromateur arrière en graphite) piloté par un ordinateur et couplé à un système informatique qui permet l'exploitation automatique des résultats. Le logiciel utilisé pour l'identification des phases cristallines est le DIFFRAC 2001 qui permet d'identifier la phase minérale, sous réserve qu'elle soit bien cristallisée et lorsqu'elle est présente à des teneurs de 2% à 3% en volume.

Longueur d'onde du tube utilisé en cuivre est constante est vaut 1.54. L'angle de diffraction donnant le signal maximum est 2θ , il est détecté par le Diffractomètre. On peut calculer la distance interréticulaire d par la formule de Bragg :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

On peut déterminer la nature des minéraux constituant l'échantillon testé par l'analyse des spectres de la diffraction des rayons X (DRX) et l'analyse quantitative de l'argile crue et calcinée. La composition des phases minérales de l'argile crue montre qu'elle se compose principalement de quartz, d'illite, de chlorite, de kaolinite, de feldspath, et des traces de calcite.

Les phases minérales principales pour l'argile calcinée (Figures 2-1 et 2-2) se compose de quartz, albite et orthoclase.

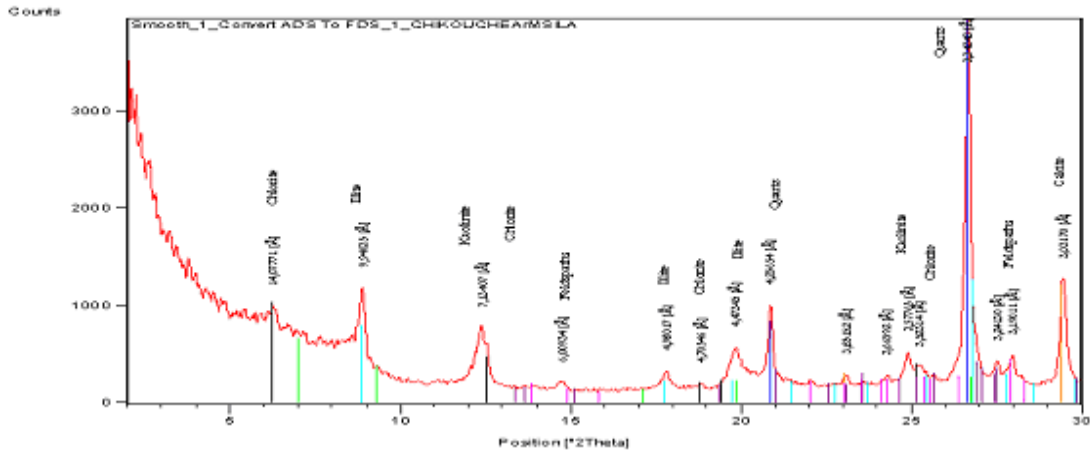


Figure 2-1. Minéralogie (spectre de diffraction des rayons X) de l'argile crue

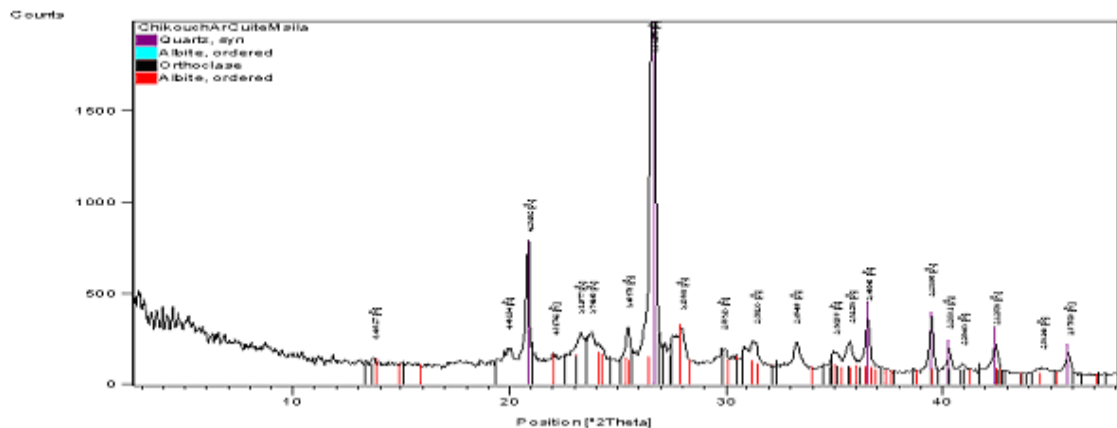


Figure 2-2. Minéralogie (spectre de diffraction des rayons X) de l'argile calcinée

2-1-2 Le clinker

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

Les matières premières utilisées pour la fabrication du clinker de la cimenterie de Hammam Dalaa et les caractéristiques physiques sont indiquées dans le Tableau 2-3.

Clinker	Clinker de Hammam Dalaa (H/D)
Ingédient du clinker	Calcaire
	Argile
	Calcaire
	Minerai de fer
Densité apparente	1.43
Dureté	14.2

Tableau 2-3. Principaux constituants du cru de clinker.

2-1-2-1 Composition chimique

Les compositions chimique et minéralogique du clinker utilisé sont présentées dans les Tableaux 2-4 et 2-5. L'analyse chimique a été effectuée au centre des études technologiques et de l'industrie des matériaux (CETIM) Boumerdes.

Eléments %	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	SO₃	K₂O	Na₂O	CaO libre	P.F
Clinker	21.34	5.05	3.54	65.74	1.96	0.78	0.66	0.11	/	0.48
Exigences	19-25	2.-9	1-5	62.-67	0-3	1-3	0-1.5	0-1.5	< 2	/

Tableau 2-4. Composition chimique du clinker.

2-1-2-2 Composition minéralogique du clinker

Le Tableau 2.5 montre la composition minéralogique déterminée d'après la formule de BOGUE.

Minéraux du clinker	Clinker	Exigences
Alite (C ₃ S) Silicate tricalcique	66.38	50-70
Bélite (C ₂ S) Silicate bicalcique	11.46	10-30
Célite (C ₃ A) Aluminate tricalcique	7.40	2-15
Célite (C ₄ AF) Alumino -ferrite-tétracalcique	10.76	0-15

Tableau 2-5. Composition minéralogique du clinker.

2-1-2-3 Modules caractéristiques du clinker.

Modules caractéristiques	Mh	Ms	Maf	Msat	Hi
Clinker H/Dalaa	2.20	2.48	1.43	0.96	0.39

Tableau 2-6. Modules caractéristiques du clinker.

2-1-3 Le gypse

2-1-3-1 Composition chimique

Le gypse naturel a été utilisé comme régulateur de prise. Sa composition chimique est indiquée dans le Tableau 2-7.

Eléments %	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	SO₃	K₂O	Na₂O	CaO libre	P.F
Gypse	10.55	3.09	1.31	27.49	2.70	31.38	0.76	1.05	/	21.42

Tableau 2-7. Composition chimique du gypse.

2-2 PROCÉDE DE PRÉPARATION DES DIFFÉRENTS CIMENTS

2-2-1 Composition pondérale des différents ciments

Les différents ingrédients (Clinker, Argile calcinée et Gypse) ont été concassés à une dimension inférieure à 1 mm, puis mélangés soigneusement à différentes proportions (Tableau 2-8).

Types de ciments	Clinker (%)	Gypse (%)	Argile calcinée (%)	Finesse S.S.A (cm ² /g)
CEM I	95	5	0	3310
CEM II-1	90	5	5	3328
CEM II-2	85	5	10	3346
CEM II-3	80	5	15	3332
CEM II-4	75	5	20	3368

Tableau 2-8. Compositions pondérales et finesses des cinq ciments préparés.

2-2-2 Le broyage

Les différents types de ciments ont été obtenus par broyage dans un broyeur à boulet d'une capacité de 4kg au centre des études technologiques et de l'industrie des matériaux de Boumerdes. La finesse (surface spécifique) des différents ciments (CEM I, CEM II-1, CEM II-2, CEM II-3 et CEM II-4) a été déterminée par la méthode de Blaine (Perméabilimètre de Blaine) en faisant varier le temps de broyage entre 15 et 20 minutes. On rappelle que la surface spécifique Blaine, caractérise la finesse des ciments. Cette finesse est une caractéristique importante, lors du gâchage, plus la surface du ciment en contact avec l'eau est grande et plus l'hydratation est rapide et complète.

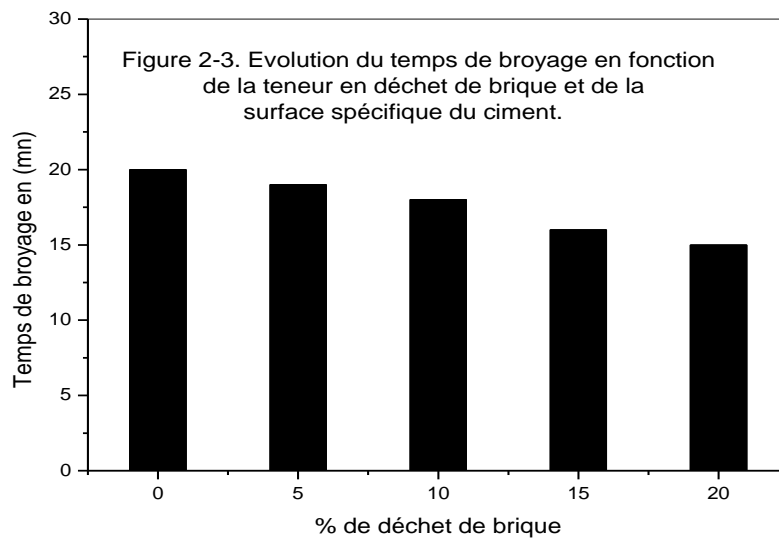
2-2-3 Evolution du temps de broyage

Le temps de broyage des ciments testés dépend essentiellement de la proportion de l'ajout incorporé dans le ciment et de la surface spécifique désirée (Tableau 2-9 et Figure 2-3). La fragmentation fine (broyage) des différents ciments préparés présente deux avantages importants : diminution du temps de broyage avec l'augmentation du taux d'ajout pouzzolanique incorporé dans le ciment (Dureté élevée du clinker par rapport à celle de l'ajout minéral) et gain d'énergie de broyage (intérêt économique).

Types de ciments	CPA	CEM II-1 (5%)	CEM II-2 (10%)	CEM II-(15%)	CEM II-4 (20%)
Clinker H/Dalaa	20	19	18	16	15

Tableau 2-9. Variation du temps de broyage en fonction de la teneur en argile calcinée.

$$\text{Rapport de dureté} = \frac{\text{dureté.clinker}}{\text{dureté.dudéchetde.brique}} = \frac{14.2}{2.1} = 6.762$$



2-2-4 Analyses chimiques des différents ciments préparés.

Les résultats de la composition chimique des cinq ciments préparés sont présentés dans le Tableau 2-10. L'ajout pouzzolanique substitué à divers pourcentages (0%, 5%, 10%, 15% et 20%) est le déchet de briques cuites récoltés d'une briqueterie (usine de fabrication des briques). Dans cette étude, nous avons fait varier le pourcentage de l'ajout pouzzolanique (déchet de briques) dans le ciment par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par l'argile calcinée) afin d'étudier son effet sur les propriétés physico-chimiques du ciment confectionné avec l'addition minérale et le comportement mécanique du mortier. Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et l'état hydraté (composition chimique, temps de broyage, poids spécifique, finesse, distribution des particules, consistance des pâtes de ciment et temps de prise), ainsi que les caractéristiques des mortiers préparés à leurs bases, telles que, le retrait, le gonflement, le comportement mécanique (résistances mécaniques à la compression et à la flexion) et la microstructure du mortier ont été étudiées.

L'incorporation des additions pouzzolaniques (déchets industriels) dans le clinker à différents pourcentages (0%, 5%, 10%, 15% et 20%) augmente le pourcentage des oxydes (SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3) et diminue le taux d'oxyde de chaux (CaO). Le pourcentage d'ajout dans le ciment ne doit pas dépasser 35% conformément à la norme NF-EN-197-1 qui stipule que les ciments composés CPJ-CEMII doivent contenir au minimum 65% de clinker.

Eléments %	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O
CEM I	21.31	5.00	3.38	60.94	1.91	2.04	0.54	0.09
CEM II-1	26.31	5.95	3.90	56.03	2.02	2.03	0.62	0.14
CEM II-2	27.89	6.25	3.98	54.49	1.99	1.93	0.65	0.14
CEM II-3	29.20	6.49	4.19	52.91	2.03	1.93	0.65	0.15
CEM II-4	31.18	6.91	4.51	50.96	2.04	1.80	0.70	0.15

Tableau 2-10. Composition chimique des ciments préparés.

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

2-3 L'EAU DE GACHAGE

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est une eau potable (eau de robinet). Elle est dépourvue de matières sucrées, organique, d'acides ; de sels et de vases.

2-4 LES GRALNULATS FINS (SABLE DE DUNE)

Le sable utilisé dans cette étude provient des abords de l'oued Maïter. Cet oued est situé entre les collines de Boussaâda, entre lesquelles souffle un vent provenant du sud chargé de grains fins.

L'avancée du désert a permis donc au fil des ans le dépôt du sable dans l'oued, qui par la suite a assuré son transport et son étalement.

Ce sable est d'origine éolienne, c'est un sable de dune , du moins ses grains fins.

Le sable de dune de Boussaâda, siliceux, ses grains roulés de formes arrondies et de surfaces lisses, est caractérisé par sa finesse, sa granulométrie et son diamètre maximal qui n'excède pas 3,0 mm.

Les caractéristiques physiques ont été déterminée au laboratoire central des travaux publics de M'sila.

Les caractéristiques physiques du sable de dune testé sont présentées dans le Tableau 2-11.

Matériaux	Densité Absolue Kg/dm³	Densité apparente Kg/dm³	Compacité (%)	Porosité (%)	Equivalent de sable
Sable de dune	02.56	01.64	64.06	35.94	76/78

Tableau 2-11. Caractéristiques physiques du sable de dune.

2-4-1 Caractéristique physique du sable

Masse volumique absolue

Elle est déterminée par la pesée hydrostatique (application de la loi d'Archimède : déplacement de liquide). La masse spécifique est déterminée par la relation suivante :

$$\gamma_{\text{sable}} = m/v = m(v_2 - v_1)$$

avec :

m : masse du sable

v : volume absolu du sable

v₁ : volume de l'eau (volume initial).

v₂ : volume du sable + volume d'eau (volume final).

La valeur moyenne de la masse volumique absolue est de $\gamma_s = 2.56.\text{kg/m}^3$

Masse volumique apparente

La masse volumique apparente est déterminée suivant la relation :

$$\rho_{\text{sable}} = m/v = (m_2 - m_1)/v$$

avec :

m : poids du sable dans le récipient

m₁ : masse du récipient vide

m₂ : masse du récipient et du sable

v : volume du récipient

La valeur moyenne de la masse volumique apparente est de $\rho_s = 1.64 \text{ kg/m}^3$

Equivalent de sable (Norme NF P18-598)

Cet essai consiste à déterminer la proportion d'impuretés argileuse, limoneuse ou ultra - fine dans le sable.

Le principe de la mesure repose sur la différence de vitesse de sédimentation des grains contenus dans le sable.

L'essai consiste à plonger 120 g de sable 0/5mm dans une solution flocculante. Après agitation, on laisse décanter le mélange pendant 20 minutes .Ensuite on mesure la hauteur dans l'éprouvette normalisée du sédiment (H₁) et du sédiment + le floculat (H₂).

$$E.S = \frac{H_1}{H_2} \times 100$$

L'équivalent de sable est autant plus élevé que la teneur en argile est plus faible.

Dans notre cas

E.S à vue = 76%

E.S à piston = 78%

Le sable est propre et de faible pourcentage de fines et convient aux bétons de qualité (-Dreux G, 1985).

La porosité

La porosité d'un matériau est le rapport du volume des vides au volume total, elle est déterminée par la relation suivante:

$$P_s (\%) = (1 - (\rho/\gamma)) \times 100$$

Pour le cas de notre sable. P_s = 35.94%

2-4-2 Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique a pour objet de déterminer la grosseur des grains qui constituent les granulats (dans notre cas le sable) et le pourcentage de chaque grosseur.

L'essai granulométrique consiste à fractionner au moyen d'une série de tamis un matériau pulvérulent en plusieurs classes granulaires.

La Figure 2.4 présente la courbe granulométrique du sable testé en comparaison avec le fuseau préférentiel prévu par la norme russe.

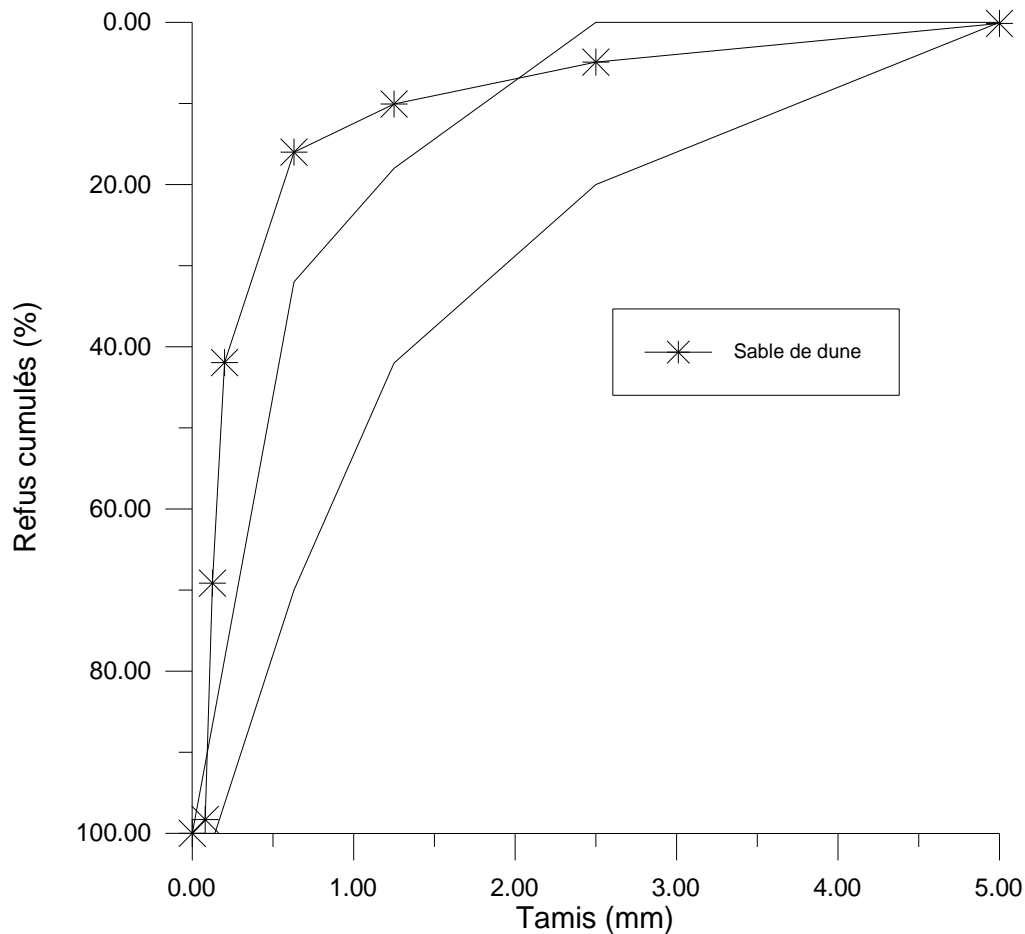


Figure 2.4 Courbe granulométrique du sable testé dans le fuseau préférentiel prévu par la norme russe.

Module de finesse (norme NF P18-304).

Le module de finesse d'un sable est égale au 1/100 de la somme des refus exprimés en pourcentage sur les différents tamis de la série suivante : 0.16-0.315-0.63-1.25-2.5-5 pour notre cas on a trouvé un module de finesse de **1.76** ce qui correspond à un sable fin..

2-4-3 Analyse chimique

La composition chimique est déterminée sur des grains inférieurs à 80µm au centre des études technologiques et de l'industrie des matériaux Boumerdes.

Les résultats de l'analyse chimique obtenue par la méthode d'essai "Fluorescence aux rayons X" sont donnés par le Tableau 2-12.

Eléments	Teneurs (%)
Silice (SiO ₂)	94,00
Alumine (Al ₂ O ₃)	0,88
Oxyde ferrique (Fe ₂ O ₃)	0,37
Oxyde de magnésium (MgO)	0,11
Oxyde de calcium (CaO)	2,96
Perte au feu (P.A.F)	1,50

Tableau 2-12. Composition chimique du sable de dune.

2-5 METHODES D'ESSAIS

2-5-1 Essai sur ciment anhydre

2-5-1-1 Masse volumique absolue.

Il s'agit de déterminer la masse volumique absolue des cinq (05) types de ciments utilisés dans notre étude. La technique expérimentale utilisée est celle de l'appareil appelé "le Densimètre de Le Chatelier". Les résultats sont présentés dans le Tableau 2-13.

Conduite de l'essai.

- Peser 64 g de ciment
- Introduire le benzène (liquide non réactif avec le ciment) jusqu'à la graduation inférieure trait marqué 0 soit V₀
- Placer le densimètre dans un bain thermostatique à température constante (20±2°C)
- Attendre 20 minutes et corrigé le niveau si nécessaire après stabilisation de la température.
- Introduire la poudre de ciment dans le densimètre
- Agité doucement en faisant tourner le densimètre pour chasser l'air entraîné par la poudre

Remettre le densimètre dans le bain thermostatique.

- Après stabilisation du niveau lire le volume après introduction du ciment dans le densimètre soit V₁
- Calcul de la masse volumique absolue par la relation :

$$\gamma_c = \frac{m}{(V_1 - V_0)}$$

Type de ciment	CEM I	CEM II-1	CEM II-2	CEM II-3	CEM II-4
Masse volumique	3.1683	3.1219	3.0769	3.0331	3.0188

Tableau 2-13. Masse volumique absolue des ciments.

2-5-1-2 Mesure de la finesse du ciment (norme NF P 15-442 -EN-196-6)

Objectif de l'essai.

Consiste à la mesure de la surface des grains contenus dans une masse unité de poudre, elle s'exprime en cm²/g .

Principe de l'essai

Elle consiste à mesurer le temps mis par une quantité fixée d'air pour traverser un lit de ciment compacté à une dimension et une porosité spécifiées. La surface massique est proportionnelle au temps mis pour traverser la couche de ciment.

Conduite de l'essai.

- Peser une quantité de ciment pour obtenir un lit de ciment de porosité $e=0.500$.
- Mettre la poudre de ciment dans la cellule puis compacter à l'aide du piston
- Placer la surface conique de la cellule dans le rodage conique au sommet du manomètre
- Obturer le dessus du cylindre avec bouchon adéquat. Ouvrir le robinet d'arrêt en amenant le niveau du liquide à la première ligne.
- Fermer le robinet d'arrêt et enlever le bouchon du cylindre.
- Démarrer le chronomètre dès que le liquide atteint la deuxième ligne.
- Arrêter le chronomètre dès que le liquide atteint le troisième repère.
- Relever le temps à 0.2s près et la température à 1°C près.
- Calculer la surface spécifique du ciment par la formule.

$$SSB = \frac{K \sqrt{e} \sqrt{3} \sqrt{t}}{\gamma_c (1 - e) \sqrt{0.1 \eta}}$$

Avec K: constante de l'appareil ($K= 2.1977$)

γ : Masse volumique du ciment en g/cm^3

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

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

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

$m = \gamma_c \cdot v \cdot e$

v= 1.837 volume de la cellule

e = porosité du ciment dans la cellule

2-5-1-3 Analyse granulométrique

L'analyse des échantillons des ciments composés a été réalisée au laboratoire de la Sonatrach (C.R.D) situé dans la ville de Boumerdes à l'aide d'un **GRANULOMETRE A LASER DE TYPE MASTERSIZER « S »** (Figure 2-5) qui est un kit composé des éléments suivants :

- Un analyseur de type (banc long) composé essentiellement d'un générateur de source LASER (He-Ne 633 nm).
- de différentes lentilles interchangeables relatives aux largeurs de gammes granulométriques ($0.05\mu m$ à $900\mu m$, $0.5\mu m$ à $900\mu m$, $5\mu m$ à $3.5mm$).
- 44 détecteurs
- carte électronique d'interface.
- Deux échantillonneurs et deux chambres d'analyses (voie humide et voie sèche).
- Un logiciel MALVERN, pour le traitement des données .

Méthodologie.

Paramètres utilisés :

Les statistiques de la distribution sont calculés d'après les résultats, en utilisant les dérivés $D[m,n]$:

D(v,0.1), D(v,0.5) et D(v,0.9) sont des mesures standards de l'analyse.

D(v,0.5) est la taille de particules pour la quelle 50% de l'échantillon à une taille inférieure et 50% de l'échantillon à une taille supérieure à cette taille, et également connue sous le nom de *MMD (Mass Median Diameter)*.

D(v,0.1) est la taille de particules pour laquelle 10% de l'échantillon se trouve en dessous de cette dimension.

D(v,0.9) est la taille de particules pour laquelle 90% de l'échantillon se trouve en dessous de cette dimension.

D(4.3) est le diamètre moyen (volume).

D(3.2) est le diamètre moyen pondéré en surface. Cette valeur est également connue sous le nom de diamètre de Sauter.

Le **span** est la mesure de la largeur de la distribution, plus cette valeur est faible plus la distribution est étroite. La largeur se calcule par la formule suivante:

$$\text{Span} = \frac{D(0.9) - D(0.1)}{D(0.5)}$$

Concentration est la concentration volumique. Elle se calcule selon la loi de Beer-Lambert et s'exprime sous forme de pourcentages.

Distribution indique le type de distribution qui a été utilisée pour l'analyse.

Obscuration aide à fixer la concentration de l'échantillon lorsque celui-ci est ajouté au dispersant. C'est une mesure de la qualité de lumière laser perdue, due à l'introduction de l'échantillon dans le faisceau laser. La plage idéale s'étend de 10% à 30%.

Uniformité est une mesure de l'écart absolu à partir de la médiane.

Résultats

Lecture du rapport :

Size Low (μm) et In (%) : Représentent respectivement le diamètre des grains et les fractions équivalentes (fréquence).

Size High (μm) et under (%) : Montrent le diamètre des grains et les pourcentages cumulés.

Lecture de la courbe :

Le graphe se présente en échelle logarithmique.

L'abscisse(X) indique le diamètre des grains en μm et l'ordonnée (Y) avec deux échelles, dont l'échelle de gauche est relative aux pourcentages (%) des fractions lues sur la courbe de fréquence (*forme de cloche*); l'échelle de droite, indique le pourcentage (%) cumulé dans le cas où une courbe cumulative est représentée (*forme de «S»*).

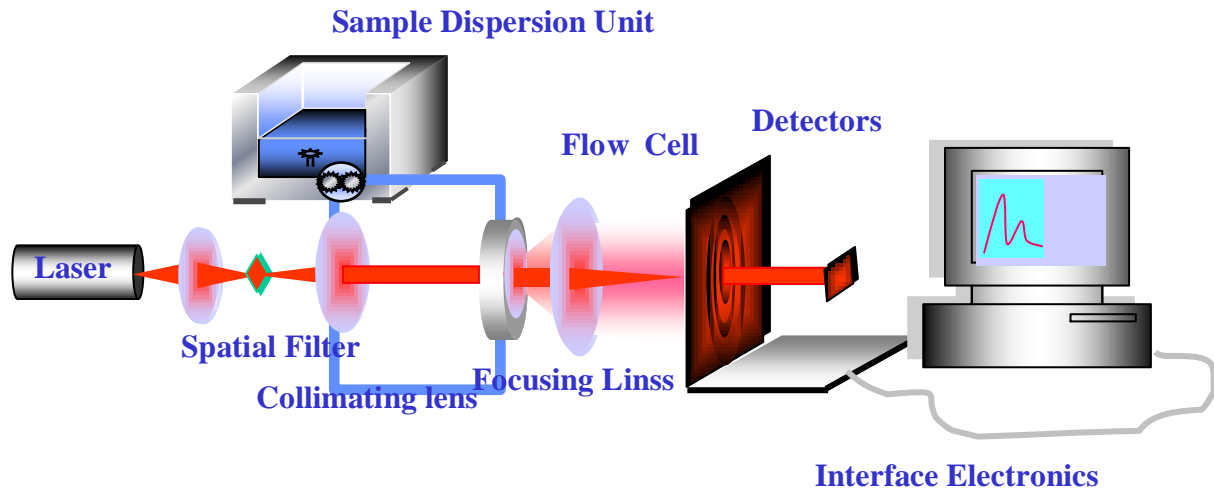


Figure 2-5. Schéma de principe d'un Granulomètre à Laser.

2-5-2 Essais sur ciment hydraté (pâtes de ciment)

2-5-2-1 Essai De Consistance (Norme EN 196-3)

L'essai consiste à déterminer la quantité d'eau de gâchage optimale qui définit une consistance dite normalisée elle est fonction du rapport E/C. L'essai a été réalisé avec l'appareil de Vicat selon la norme EN 196-3 Figures 2-6.

Objectif de l'essai.

La consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps. Pour pouvoir apprécier cette évolution qui est fonction de la teneur en ajout (chamotte) dans le ciment et la quantité d'eau de gâchage ; il faut partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

Principe de l'essai.

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

Conduite de l'essai.

- Verser la quantité d'eau dans la cuve du malaxeur .La température dans la salle doit être de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative supérieure ou égale à 50%.
- Verser 500 g de ciment au centre de la cuve en un temps compris entre 5 et 10 secondes. La fin du versement correspond au temps 0
- Mettre immédiatement le malaxeur en marche à vitesse lente pendant 90 s
- Arrêt du malaxage pendant 15 s, faire le raclage de la pâte
- Remettre le malaxeur en marche pendant 90s à vitesse lente

- Introduire la pâte immédiatement dans le moule tronconique de hauteur 40mm et de diamètre 70 et 80 mm posé sur une plaque en verre huilée sans tassement ni vibration excessives
- Enlever l'excès de la pâte par un mouvement de va et vient avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface du moule.
- Placer l'ensemble sur la platine de l'appareil de Vicat.
- La sonde de diamètre $\varnothing = 10$ mm est amenée à la surface de la pâte et lâchée sans vitesse initiale. La sonde s'enfonce dans la pâte. Quand elle s'immobilise; ou au plus tard 30s après l'avoir relâchée,
- Mesurer la distance d entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule, cette distance d caractérise la consistance.

Si $d = 6\text{mm} \pm 1$; c'est la consistance normalisée

Si d est différente de cette valeur, on refait l'essai avec un nouveau rapport E/C jusqu'à l'obtention de la valeur recherchée.

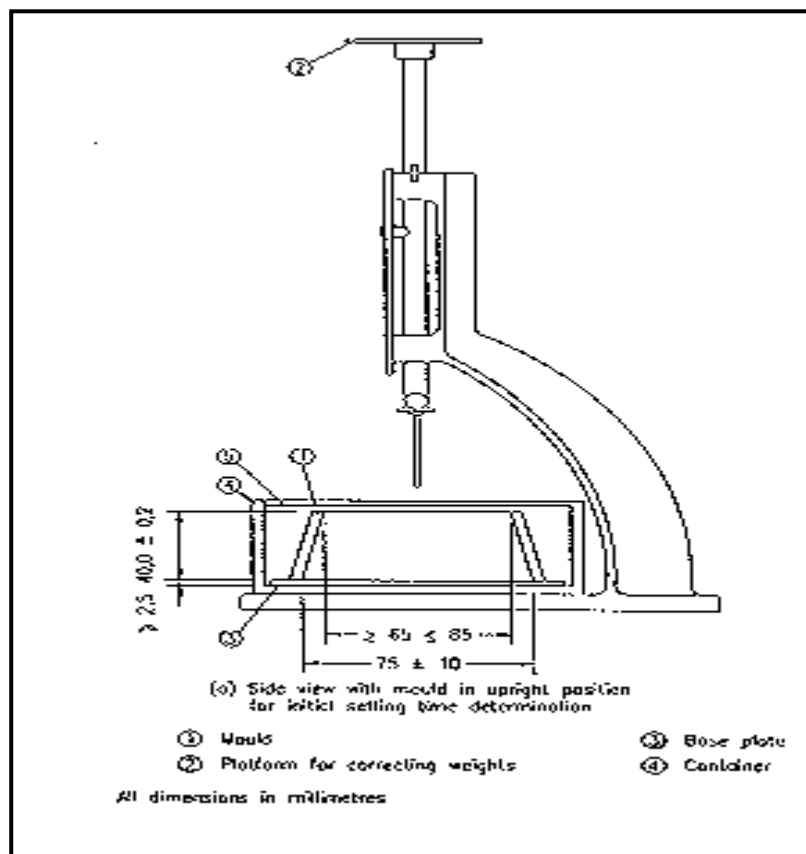


Figure 2-6. Appareil de Vicat pour mesure de la consistance.

2-5-2-2 ESSAI DE PRISE

Objectif de l'essai.

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

Principe de l'essai.

L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat équipée d'une aiguille de 1.13mm de diamètre ; sous l'effet d'une charge de 300g l'aiguille s'enfonce à une distance d du fond du moule.

$$\text{Si } d = 4\text{mm} \pm 1$$

On dit que c'est le début de prise, le temps est mesuré à partir du temps 0 du début de malaxage. Si l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte vaut $d = 0.5\text{mm}$. On dit que c'est la fin de prise, alors la pâte devient un bloc rigide.

Equipement utilisé.

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

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

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

On recommence l'opération à intervalle de temps convenablement espacés jusqu'à ce que $d = 4\text{mm} \pm 1 \text{ mm}$ cet instant mesuré à 5 mn près correspond au temps de début de prise.

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

2-5-2-3 Essai de stabilité

Objectif de l'essai.

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

Principe de l'essai.

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

Equipement nécessaire.

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

Une bouilloire dans laquelle les éprouvettes sont immergées et la température de l'eau est portée de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à ébullition en $3\text{h} \pm 5\text{mn}$

Deux moules en laiton élastique appelés "appareil le Chatelier". Ces moules sont fondus de façon à pouvoir s'ouvrir en cas d'augmentation de volume de la pâte.

Conduite de l'essai.

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

Conservation des moules pendant 24h dans l'armoire humide .Au bout de ce temps on mesure à 0.5mm près l'écartement **A** des pointes des aiguilles

Le moule est entreposé dans la bouilloire pendant $3h \pm 5mn$ 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

$$\text{Stabilité} = C-A$$

$$\text{Expansion} = B-A$$

2-5-3 Essai sur mortier

2-5-3-1 Mortier normal à E/C variable

Dans le but de confirmer l'activité pouzzolanique de déchet de briques par la variation de l'évolution des résistances mécaniques .Des éprouvettes contenant un mélange ciment Portland et déchet de briques ont été coulés selon la norme EN 196-3 et EN 196-1 .L'incorporation de déchet de briques dans les ciments permet une meilleure hydratation des anhydres .Nous avons choisi un taux de substitution du ciment Portland de 0%, 5%,10%, 15% et 20%, selon la norme EN 196-1 NFP18-508 .Nous avons choisi de travailler à rhéologie constante, par conséquent nous avons travaillé à E/C variable de 0.5 à 0.53 pour le sable normalisé afin d'obtenir une maniabilité identique au mortier de référence voir Tableau 2-14 . Les indices d'activité pouzzolanique, rapports entre les résistances en compression des mortiers du CPA contenant l'ajout (déchet de briques) pouzzolanique et ceux n'en contenant pas, ont été calculés.

Soit une formulation :

Type de ciment	Clinker (%)	Gypse (%)	Déchet de briques (%)	Eau (ml)	Sable (g)
CEM I	95	5	0	225	1350
CEM II-1	90	5	5	225	1350
CEM II-2	85	5	10	230	1350
CEM II-3	80	5	15	235	1350
CEM II-4	75	5	20	238	1350

Tableau 2-14. Composition des mortiers (sable normalisé –déchet de briques).

2-5-3-2 Préparation des éprouvettes et déroulement des essais mécaniques.

Les essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes prismatiques de dimensions 4x4x16 cm selon la norme EN 196-1 .Méthodes d'essai des ciments et compactés mécaniquement à l'aide d'une table à choc Les éprouvettes sont au nombre de trois par moule . Elle sont stockées dans leurs moules pendant 24 heures dans une pièce de 20°C±2°C et une humidité de 50% .Ensuite elles sont démoulées .Les éprouvettes prismatiques sont plongées dans des bains saturés en chaux afin d'éviter la migration d'hydroxyde de calcium dans l'eau , dans des récipients fermés et stockés dans une pièce à 20°C±2°C et 50% d'humidité [3,5].Avant d'effectuer les essais ,les éprouvettes sont exposées à l'air libre pendant 20 minutes pour qu'elles acquièrent l'état normal d'humidité. Les essais sont d'abord effectués en flexion sur une presse

permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10Kn asservie en chargement de 50N/s \pm 10 N/s. Les essais de compression sont effectués par une presse de type Perrier d'une charge de 200Kn asservie en chargement de 2400N/s \pm 200N/s. Les essais mécaniques ont lieu sur 3 éprouvettes et sont testés en flexion et en compression à 7,28 et 90 jours.

2-5-3-3 Mesure du retrait sur éprouvette de mortier normal

Objectif de l'essai.

L'essai consiste à suivre l'évolution des changements dimensionnels d'une éprouvette de mortier normal conservé à l'air pour le retrait et à l'eau pour le gonflement. Donc le retrait est une réduction de longueur d'un échantillon provoqué par la dessiccation, le gonflement est une augmentation de longueur d'un échantillon provoqué par l'immersion dans l'eau. Trois prismes (4x4x16 cm³) sont préparés pour chaque essai de retrait et de gonflement.

Principe de l'essai.

Après le démoulage de l'éprouvette de dimension 4*4*16 cm, on procède immédiatement à la mesure de sa longueur puis à 3,7 et 28 jours.

Equipement nécessaire utilisé.

Il est décrit dans la norme NF P15-433.

Une salle maintenue à une température de 20 \pm 2°C

Un malaxeur normalisé.

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 μ m.

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

Conduite de l'essai.

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

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

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

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

$$\Delta l(t) = L(t) - L_0 = dl(t) - dl(t_0)$$

La variation relative de la longueur est :

$$\varepsilon(t) = \Delta l(t)/L_0 = [dl(t) - dl(t_0)]/L_0$$

$\Delta l(t)$ est la moyenne des trois éprouvettes issues de la même confection du mortier.

Si les éprouvettes sont conservées dans l'air, $\Delta l(t)$ est négatif et on parle de retrait.

Si les éprouvettes sont conservées dans l'eau, $\Delta l(t)$ est positif et on parle de gonflement.

2-5-3-4 Analyse des paramètres physiques des mortiers

2-5-3-4-1 Microscope électronique à balayage

Le principe du MEB consiste à utiliser les électrons émis par la surface d'un solide lorsqu'elle est bombardée par un faisceau d'électrons dont l'énergie est de l'ordre de quelques Kev. Le faisceau d'électrons émis par un filament de tungstène est d'abord accéléré puis concentré. Un dispositif intermédiaire permet au faisceau de balayer la surface à examiner. Au point d'impact, plusieurs rayonnements sont émis, mais seuls les électrons secondaires et rétrodiffusés contribuent à la formation de l'image de topographie de l'échantillon. Cette technique apporte des informations sur la morphologie des matières premières au cours du durcissement des pâtes de ciment ou mortiers. Les essais ont été réalisés avec un microscope électronique à balayage de l'institut Algérien de pétrole (I.A.P) de Boumerdes de marque TESCAN piloté par un logiciel RONTEC, pour le traitement des données tel que la topographie, la composition chimique et la répartition des oxydes dans l'échantillon. Sur une pastille en lame mince préalablement recouverte d'une mince couche d'argent par métallisation sous vide pour obtenir des images en électrons secondaires.

2-5-4 Mortier à base de matériaux locaux

2-5-4-1 Mortier frais

On tient à signaler que les essais des résistances mécaniques ont été réalisés à la cimenterie de Hamam Dalaa. La composition pondérale du mortier normal (fraction pondérale ou massique : C/S = 1/3) à base de sable de dune (Tableau 2-15) est la suivante :

3 parties de sable 1350 g

1 partie de ciment 450 g

Le rapport E/C est variable (Il dépend de la finesse et de la quantité de l'ajout)

Le rapport E/C varie de 0.55 à 0.58 à cause du pourcentage de l'ajout incorporé dans le ciment.

Type de ciment	Clinker (%)	Gypse (%)	Argile calcinée	Eau (ml)	Sable (g)
CEM I	95	5	0	248	1350
CEM II-1	90	5	5	248	1350
CEM II-2	85	5	10	252	1350
CEM II-3	80	5	15	255	1350
CEM II-4	75	5	20	260	1350

Tableau 2-15 Composition des mortiers (sable de dune - déchet de briques)

2-5-4-2 Consistance du mortier frais.

La consistance ou fluidité est la capacité du mortier de couler sous son propre poids. Cette caractéristique rhéologique du mortier a été contrôlée au cours des essais pour s'assurer que les 5 mortiers étudiés ont la même consistance.

2-5-4-3 Résistances mécaniques (flexion et compression)

Le principe de l'essai, l'équipement utilisé et la conduite de l'essai sont décrits par la norme EN 196-1 comme indiqué au 2-5-3-1 et 2-5-3-2.

2-5-4-4 Essai de compression.

L'équipement utilisé est une presse hydraulique décrite par la norme EN 196-1. Les demi-éprouvettes obtenues après ruptures en flexion sont rompues en compression.

Si P est la charge de rupture de la demi-éprouvette.

La contrainte à la compression est : $R_c = \frac{P}{1600}$ (N/mm²)

2-5-4-5 Essai de flexion

L'essai de flexion centrée est effectué sur une machine de flexion qui peut appliquer des charges jusqu'à 10 Kn avec une vitesse de 50N/s ± 10 N/s, sollicitant l'éprouvette de dimensions 4x4x16. Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes doivent être exposées à l'air libre pendant 20 minutes pour qu'elles acquièrent l'état normal d'humidité.

Pendant les essais les valeurs sont lues directement sur l'écran de l'appareil d'essai. La charge de rupture (P en Newton), la contrainte de flexion (R_f en N/mm²).

TROISIEME CHAPITRE

RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

3-1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre; on expose les différents résultats expérimentaux des essais effectués sur les différents composants du ciment anhydre et les mortiers, suivi par des discussions et interprétations basé sur la littérature.

3-2 FACTEURS DE QUALITE DU CLINKER

3-2-1 Broyabilité du clinker

D'après le Tableau 3-1, le clinker de la cimenterie de Hamam Dalaa à une broyabilité plus facile (plus le coefficient est grand plus la broyabilité demande moins d'énergie) ce qui favorise l'obtention d'une granulométrie plus fine.

Nature du clinker	Clinker de H/Dalaa
Coefficient de broyabilité	4.28

Tableau 3-1 Coefficient de Broyabilité.

3-2-2 Qualité du clinker

D'après le Tableau 3-2, on constate que le coefficient de saturation en chaux vaut 0.966 (proche de 1) donc presque toute la chaux est consommée et par conséquent on obtient un ciment qui ne présente aucun risque d'expansion .Donc notre clinker est de bonne qualité.

Nature du clinker	Clinker de H/Dalaa
Coefficient de qualité	0.966

Tableau 3-2. Coefficient de saturation en chaux du clinker

3-3 Influence de la teneur en argile calcinée sur le temps de broyage du ciment

Le temps de broyage diminue proportionnellement avec l'augmentation du taux l'addition minérale (argile calcinée) dans le ciment étudié (Figure 3-1). Ceci montre la faible propriété abrasive de l'argile calcinée (l'argile calcinée est moins dur que le clinker). Le mélange pouzzolanique (argile calcinée) joue le rôle de l'agent de broyage. Il facilite le processus du broyage et diminue le temps pour l'obtention des finesses qui se rapprochent (presque identiques).

Les finesses de Blaine (surfaces spécifiques) des cinq ciments préparés avec et sans constituants secondaires (briques d'argile cuite) ont été déterminées par le Perméabilimètre de Blaine. Les finesses des différents ciments testés présentent des valeurs rapprochées (Tableau 2-8).

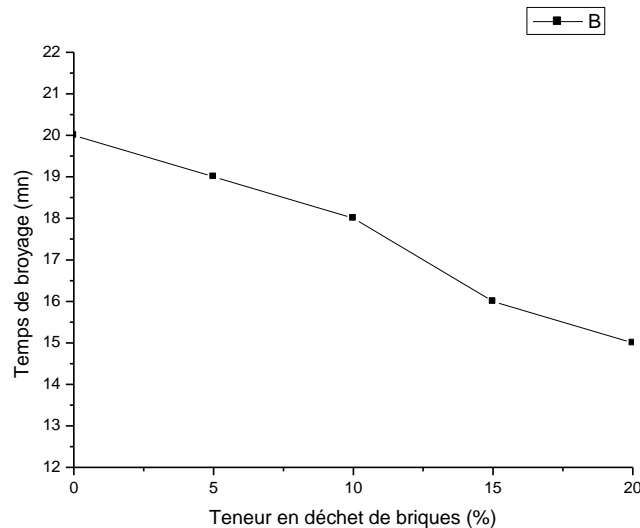


Figure 3-1. Variation du temps de broyage en fonction de la teneur de l'argile calcinée.

3-4 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LE POIDS SPECIFIQUE DU CIMENT

Les résultats du Tableau 3-3 et la Figure 3-2 présentent l'effet de l'addition minérale (déchet de briques) sur le poids spécifique du ciment. Les conclusions suivantes peuvent être tirées. :

- Une réduction du poids spécifique avec l'augmentation du pourcentage d'ajout de l'argile calcinée dans le ciment.
- Réduction des temps (début et fin) de prise

Selon les résultats obtenus, on note que l'augmentation de la quantité de l'ajout de l'argile calcinée incorporé dans le ciment à un effet significatif sur le poids spécifique de ciment. Ceci peut être dû à la porosité créée par la substitution partielle du clinker par l'argile calcinée (taux de substitution de l'argile calcinée) et la faible densité de l'ajout.

Types de ciments	C.P.A	C.P.J₁	C.P.J₂	C.P.J₃	C.P.J₄
Pourcentage d'argile Calcinée	0	5	10	15	20
Finesse (cm ² /g)	3310	3328	3346	3332	3368
Poids spécifique (t/m ³)	3.1683	3.1419	3.0769	3.0331	3.0188

Tableau 3-3. Poids spécifique des ciments préparés.

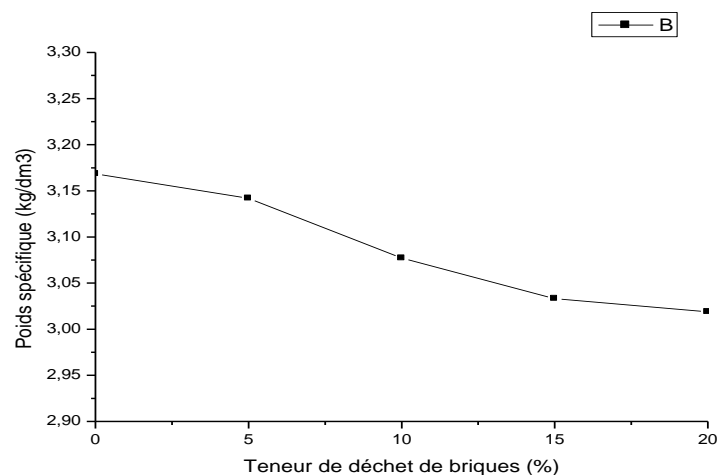


Figure 3-2. Variation du poids spécifique de ciment en fonction de la teneur de l'argile calcinée.

3-5 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LA PATE DE CIMENT

3-5-1 Influence de la teneur en argile sur la consistance et la prise

Les résultats expérimentaux obtenus (Tableau 3-4 et Figures 3-3 et 3-4) présentent l'effet de la teneur de l'argile calcinée (déchet de briques) sur la consistance normale de la pâte de ciment. La demande de l'eau des pâtes de ciments préparées avec les différents pourcentages de l'argile calcinée (substitution partielle de : 0%, 5%, 10%, 15% et 20%) est mesurée en utilisant l'essai d'aiguille de Vicat. L'influence de la quantité de l'ajout pouzzolanique (argile calcinée) sur la pâte de ciment est exprimée par les variations du rapport de demande en eau pour obtenir une consistance normale.

Selon les résultats obtenus (Figures 3-3 et 3-4), on note que l'augmentation du pourcentage de l'ajout de l'argile calcinée (déchet de briques) incorporé dans le ciment a un double effet :

- Augmentation de la quantité de l'eau requise pour avoir une consistance normale de la pâte de ciment.
- Diminution des temps de début et fin de prise.

On note également que l'addition progressive de l'ajout pouzzolanique (argile calcinée) influence sensiblement la demande de l'eau, ceci à comme conséquence une augmentation de la quantité de l'eau en fonction du pourcentage de l'addition minérale utilisée. Ceci peut être dû à la porosité de l'ajout de l'argile calcinée et donc un fort appel aux molécules d'eau afin de mouiller toute la surface. De la même manière, on note que les temps (les temps de début et fin de prise) diminuent proportionnellement avec l'augmentation de la quantité de l'argile calcinée. Ainsi, le ciment contenant 10 et 20% de pouzzolane artificielle présente une diminution de 17 et 23% pour le début de prise et de 9 et 11% pour la fin de prise par rapport au liant sans pouzzolane artificielle. Cette diminution est due probablement à l'augmentation de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et la diminution de la chaux (CaO).

Consistance normale (%)	Pourcentage de l'ajout				
	CEM I	CEM II-1	CEM II-2	CEM II-3	CEM II-4
Dosage en eau (ml)	137	141	142	144	146
Début de prise (minute)	162	156	135	129	124
Fin de prise (minute)	274	254	250	248	243
Expansion à chaud (mm)	1.0	2.0	2.2	2.0	2.0

Tableau 3-4 Propriétés physiques des ciments préparés.

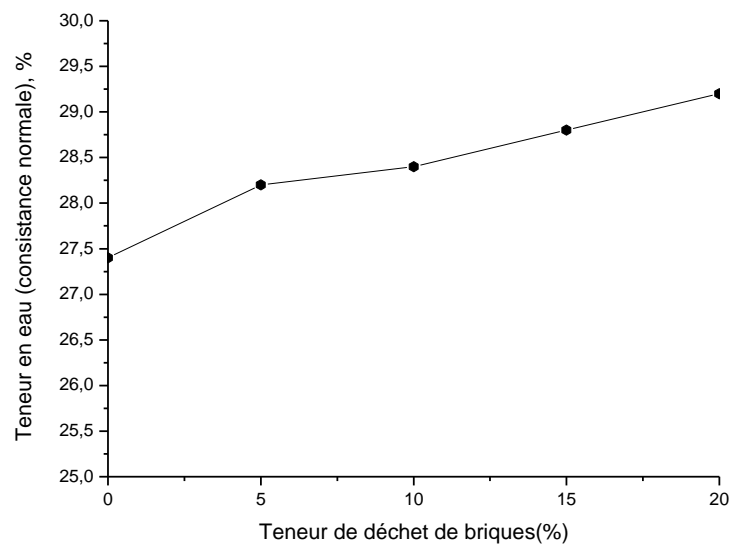


Figure 3-3. Variation du rapport E/C (consistance normale) en fonction de la teneur de déchet de briques.

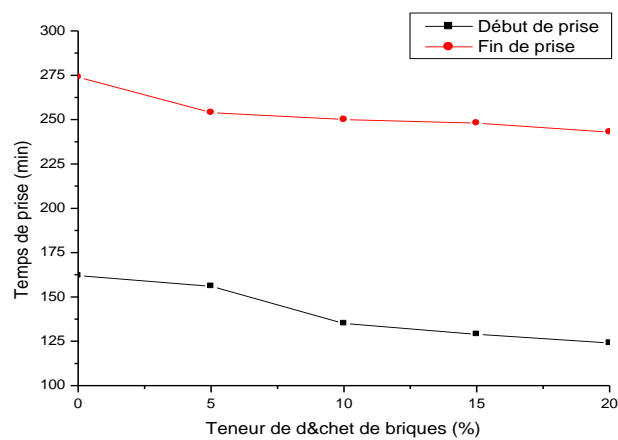


Figure 3-4. Variation des temps de prise en fonction de la teneur de l'argile calcinée.

3-5-2 Influence de la teneur en argile calcinée sur la stabilité du ciment.

Les résultats du Tableau 3-4 et la Figure 3-5 indiquent que l'expansion à chaud (hydratation accéléré par traitement thermique) augmente avec l'augmentation du dosage de la pouzzolane artificielle d'une façon relativement linéaire et n'a pas d'effet significatif sur la stabilité du ciment et reste inférieure à la limite maximale imposée par la norme NA 442 [7] et EN 193-3 qui est d'environ 10mm. Cette augmentation de l'expansion peut être expliquée par la présence d'impuretés ainsi que d'autres éléments tel que le MgO qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée.

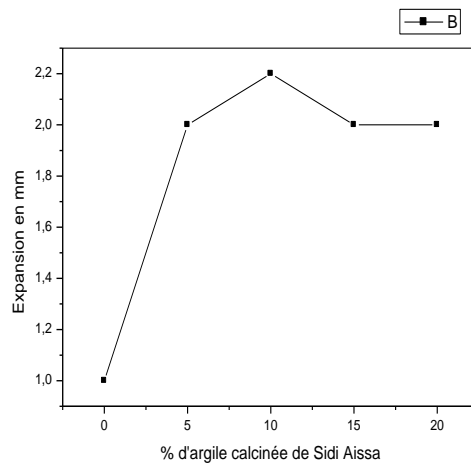


Figure 3-5...Effet de la teneur en argile calcinée sur l'expansion du ciment

3-5-3 Influence de la teneur en argile sur les teneurs en oxydes.

Le Tableau 2-10 et la Figure 3-6 représentent la variation des taux des principaux oxydes (la silice, la chaux, le fer et l'alumine) dans le ciment en fonction de la teneur en argile calcinée .Le taux de la silice, le fer et l'alumine augmente et celui de la chaux CaO diminue proportionnellement avec l'augmentation de la teneur de l'ajout, ce qui explique les faibles résultats de la résistance à la compression à court terme.

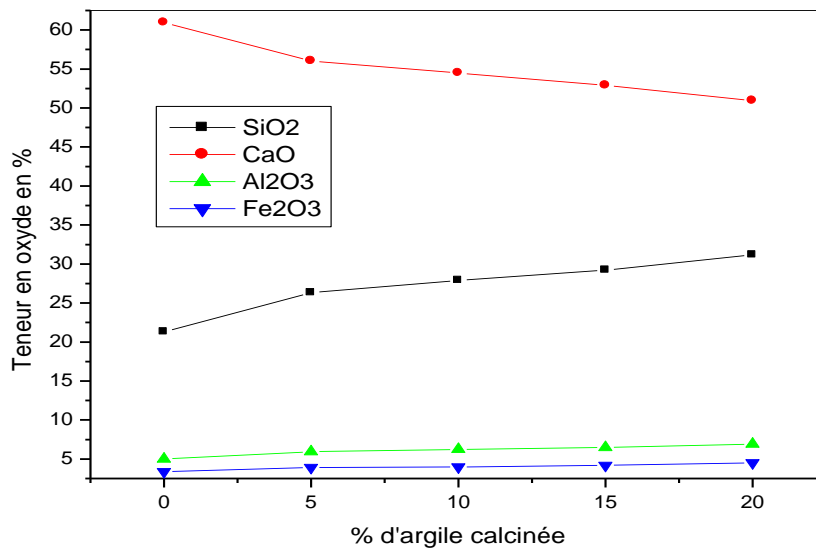


Figure 3-6. Variation de la teneur des oxydes en fonction du % de déchet de briques.

3-6 INFLUENCE DE L'ARGILE CALCINEE SUR LE MORTIER NORMAL A BASE DE SABLE NORMALISE

3-6-1 Résistance à la compression

Le Tableau 3-5 et la Figure 3-7 montrent le développement des performances des mortiers contenant différents pourcentages de la pouzzolane artificielle (déchet de briques) par substitution (remplacement partiel du ciment par les déchets de briques) dans le ciment (effet chimique) en fonction des différents âges. On remarque que les résistances de tous les mortiers augmentent régulièrement avec l'âge. La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage d'ajout au jeune âge 7 et 28 jours (à court et moyen terme). Cette diminution de la résistance est considérable surtout au jeune âge et augmente lorsque le pourcentage de l'ajout augmente. Le remplacement du ciment par 10 et 20% de déchet de briques diminue la résistance à la compression de 18 et 34. % à 7 jours et 18 et 32% à 28 jours. Cette diminution de la résistance est due au fait que la réaction pouzzolanique n'est pas prédominante aux jeunes âges, ceci mène à une hydratation du minéral C_3S (silicate tricalcique) et C_2S (silicate bicalcique) moins intense aux jeunes âges en induisant de faibles résistances. Ces derniers sont les deux principaux minerais qui assurent le développement des résistances à court et à moyen terme. A long terme, la réaction pouzzolanique continue son effet en formant des C-S-H supplémentaires qui améliorent l'interface pâte - granulat, donnant par la suite des résistances comparables et parfois élevées par rapport à celles du mortier contrôle (de référence) à l'âge de 90 jours, pour un pourcentage de 5% enregistre une augmentation de la résistance à l'âge de 90 jours de 1%. Ceci confirme le rôle de la réaction pouzzolanique du déchet de briques dans l'hydratation du ciment (activité pouzzolanique) par la consommation de $Ca(OH)_2$ libérés pendant l'hydratation du ciment - argile calcinée (déchet de briques).

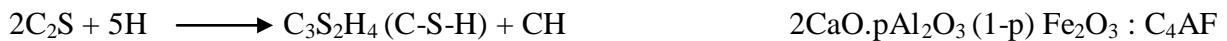
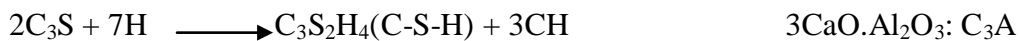
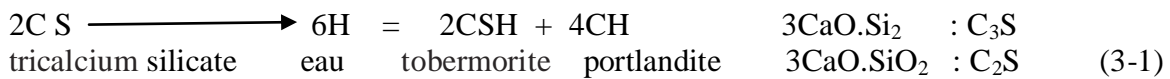
L'argile calcinée est une pouzzolane artificielles qui peut s'hydrater en présence de $Ca(OH)_2$. Cette réaction pouzzolanique donne un deuxième C-S-H supplémentaire, responsable du durcissement et de la résistance du mortier.

Le mortier contenant jusqu' à 10% d'argile calcinée (déchet de briques) atteindra la résistance comparable à celle du mortier de référence (mortier témoin sans argile calcinée).

D'autre part les résultats obtenus à 90 jours des mortiers contenant 15% et 20% d'argile calcinée ont des résistances mécaniques au-dessous de celle de 28 jours. Cette réduction est due aux pourcentage d'ajout qui influe sur le processus d'hydratation " effet chimique" et la mauvaise calcination de l'argile (recristallisation) qui la rend moins réactive et par conséquent une faible production des C-S-H secondaire pendant la réaction d'hydratation pouzzolanique.

Quelque soit la nature de l'argile calcinée utilisée, aucun des mortiers mixtes n'obtient des résistances comparables à celles obtenues par le mortier de références (normalisé) à 7 jours. Plus l'argile est calcinée correctement (structure amorphe), plus les résistances à 28 et 90 jours sont élevées.

En effet, en présence d'eau, les composés principaux du clinker à savoir: C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF réagissent suivant des réactions qui produisent de grandes quantités de chaux hydraté appelée portlandite, comme l'illustre les équations suivantes(3-1):



C = CaO, S = SiO₂, H = H₂O

La portlandite (CH) libérée lors des réactions d'hydratation du ciment réagit avec les poudres de déchet de briques suivant les réactions pouzzolaniques fournissant ainsi les silicates, aluminates et aluminosilicates de calcium hydraté qui contribuent aux résistances mécaniques du mortier. Les indices d'activité pouzzolanique des éprouvettes contenant de l'argile calcinée sont inférieurs à ceux du ciment contrôle à l'âge de 7 et 28 jours. Cela pourrait s'expliquer par la lenteur de la réaction pouzzolanique. Car, plus le pourcentage de substitution du ciment par le matériau pouzzolanique est grand, plus les résistances des mortiers ainsi obtenus prennent du temps pour rattraper celles du mortier de référence. Les ciments ayant des ajouts pouzzolaniques ont l'avantage de fournir des mortiers dont les résistances augmentent à long terme (mortiers durables).

Nature du ciment	7 jours		28 jours		90 jours	
	Comp	flexion	Comp	flexion	Comp	flexion
CEM I	36,90	5,60	47,00	7,68	50,40	7,96
CEM II-1	33,50	5,35	44,90	7,42	51,00	8,00
CEM II-2	30,40	5,12	38,70	7,26	48,60	7,72
CEM II-3	25,30	5,00	36,50	7,15	34,50	7,06
CEM II-4	24,40	4,72	31,90	7,02	31,00	6,76

Tableau 3-5. Evolution des résistances à la compression et à la flexion du mortier en fonction de la teneur de l'argile calcinée (sable normalisé).

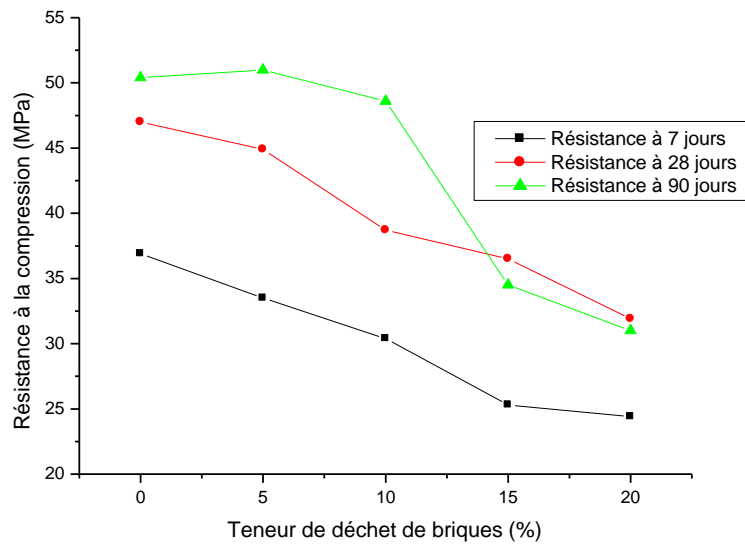


Figure 3-7. Effet de déchet de briques sur la résistance à la compression.

3-6-2- Résistance à la flexion.

Le Tableau 3-6 et la Figure 3-8 montrent l'influence de l'incorporation de la pouzzolane artificielle sur la résistance à la flexion des mortiers à l'âge de 7, 28 et 90 jours. On constate aussi comme dans le cas de la résistance à la compression, une augmentation régulière des résistances à la flexion de tous les mortiers avec l'âge. Les mortiers pouzzolaniques développent leurs résistances plus faiblement que le mortier de référence. En effet, la résistance à la flexion d'un mortier contenant 10 et 20% de déchet de brique diminue de 9 et 16 % ; 5 et 9 % et de 3 et 15 % à l'âge de 7, 28 et 90 jours par rapport au mortier de référence, les mortiers contenant de la pouzzolane artificielle ont des résistances qui dépassent celle du mortier de référence. Ainsi, la résistance à la flexion à 90 jours d'un mortier contenant 5% de déchet de brique dépasse la résistance du mortier de référence de 1%.

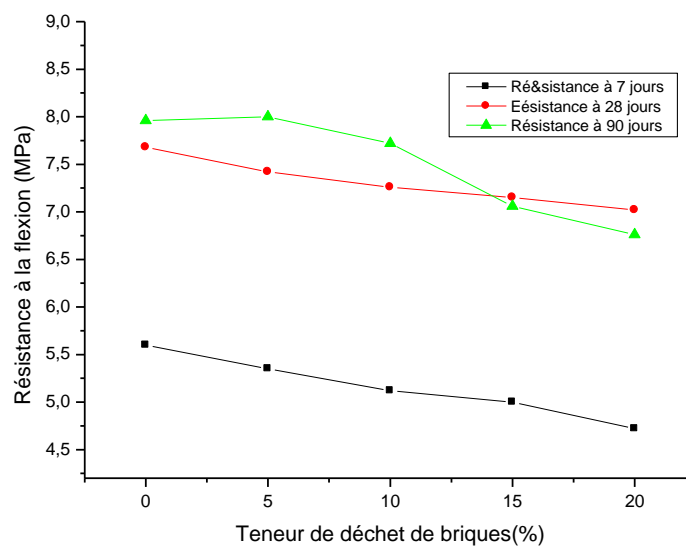


Figure 3-8. Effet de déchet de briques cuites sur la résistance à la flexion.

3-7 EFFET DE LA TENEUR DE L'AJOUT POUZZOLANIQUE (EFFET CHIMIQUE) SUR LE RETRAIT ET LE GONFLEMENT

La variation du retrait et du gonflement du mortier normal en fonction de l'ajout pouzzolanique (argile calcinée) sont représentées dans le Tableau 3-6 et les Figures 3-8 et 3-9.

D'après les résultats obtenus, on peut affirmer que tous les ciments étudiés provoquent un faible retrait et gonflement sur les mortiers étudiés.

Types de ciments	Retrait en ($\mu\text{m}/\text{m}$)			Gonflement en ($\mu\text{m}/\text{m}$)		
	3 jours	7 jours	28 jours	3 jours	7 jours	28 jours
CEM I	175.00	374.00	623.00	50.00	87.50	112.35
CEM II-1	203.00	401.00	678.00	58.30	95.00	131.25
CEM II-2	258.00	456.00	694.00	68.75	110.00	162.50
CEM II-3	298.00	496.00	705.00	72.50	119.25	178.25
CEM II-4	326.00	536.00	728.00	82.75	127.00	182.15

Tableau 3-6. Retrait et gonflement du mortier normal en fonction du % de l'argile calcinée

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

$$\leq 800 \mu\text{m}/\text{m} \text{ pour la classe } 32.5$$

$$\leq 1000 \mu\text{m}/\text{m} \text{ pour la classe } 42.5$$

Les principales remarques relatives au retrait et gonflement observées 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. En effet d'après J.AMBROISE et al (1994) le diamètre des pores d'un mortier mixte (ciment argile calcinée) donne de très petites valeurs de l'ordre de $0.01 \mu\text{m}$. Au début les capillaires sont saturés en eau, le phénomène d'hydratation consomme l'eau présente dans les gros capillaires en provoquant un assèchement (la cinétique de la réaction devient très rapidement à l'intérieur de la pâte du ciment hydraté). Cela conduit à la formation de ménisques ou se développent des résistances d'attractions provoquant le retrait.

Les retraits des ciments avec ajouts de l'argile calcinée sont supérieurs à ceux du ciment Portland (sans ajout). Ceci peut s'expliquer par la diminution du nombre et du diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté, ainsi qu'à la formation d'un C-S-H secondaire.

La Figure3-9 illustre la variation des déformations de retrait des ciments; on remarque que la vitesse de retrait est lente jusqu'à 7 jours et rapide entre l'âge de 7 à 28 jours. Cette cinétique de retrait est due à l'hydratation tardive de l'ajout pouzzolanique.

Le gonflement observé sur les éprouvettes contenant comme ajout de l'argile calcinée (déchet de briques) est supérieur au gonflement dû au ciment Portland, ceci est dû à la consommation de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et à la combinaison de l'oxyde de magnésium et à l'épuisement de la chaux libre pendant les réactions d'hydratation avec l'ajout incorporé dans le ciment à lent terme (formation du deuxième (C-S-H)

La Figure 3-10 illustre la variation des déformations du gonflement des ciments; on remarque que la vitesse de gonflement est relativement linéaire entre 3 et 28 jours pour les teneurs de 5,10,15% et 20%.

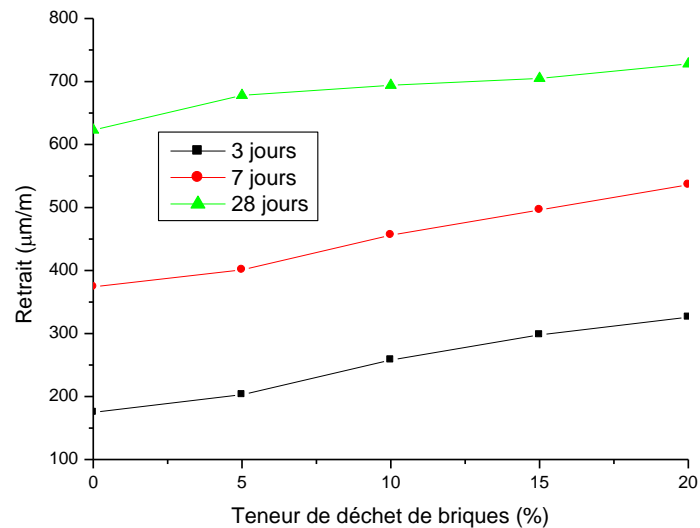


Figure 3-9. Evolution du retrait du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée

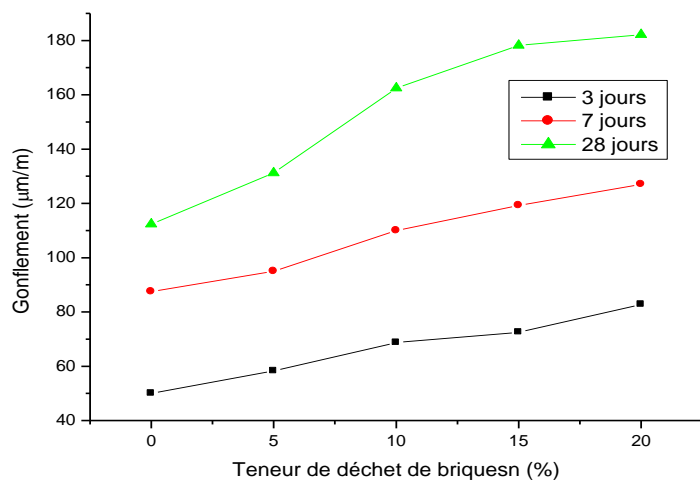


Figure 3-10. Evolution du gonflement du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée

3-8 COMPORTEMENT MECANIQUE DU MORTIER A BASE DE SABLE DE DUNE

3-8-1 Influence de la teneur en argile calcinée sur la résistance à la compression et la flexion du mortier

Les résultats des essais mécaniques de compression et flexion réalisés sur des éprouvettes de 4x4x16 de mortier à base de sable de dune en fonction du pourcentage d'argile calcinée (déchet de briques) incorporé dans le ciment.(0%,05%,10%,15% et 20%) aux différents âges de durcissement (7,28 et 90 jours) sont représentés dans le Tableau 3-9 et les Figures 3-11 et 3-12.

On remarque que l'accroissement des résistances mécaniques en fonction de l'âge de durcissement est pratiquement identique pour tous les échantillons testés.

Le mortier contenant jusqu' à 5% d'argile calcinée (déchet de briques) atteindra la résistance comparable à celle du mortier de référence (mortier témoin sans argile calcinée).

On constate d'après les résultats obtenus des essais mécaniques (compression et flexion) des mortiers confectionnés à base de sable de dune que l'incorporation de l'ajout pouzzolanique dans le ciment entraîne une diminution des résistances mécaniques ceci est dû au fait que l'incorporation de déchet de briques dans le ciment entraîne une réduction des minéraux C₃S et C₂S. Ces derniers sont les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances à court et moyen terme.

Nature du ciment	Résistance à 7 jours		Résistance à 28 jours		Résistance à 90 jours	
	Comp	flexion	Comp	flexion	Comp	flexion
CEM I	32.4	4.92	42.3	6.48	45.2	6.88
CEM II-1	26.2	4.63	37.4	6.46	43.4	7.01
CEM II-2	23.3	4.44	36.3	6.08	40.8	6.32
CEM II-3	21.5	4.02	32.6	5.94	30.2	5.52
CEM II-4	19.6	3.72	28.5	5.68	25.2	5.14

Tableau 3-7. Evolution de la résistance du mortier en fonction de la teneur de déchet de briques à différents âges (sable de dune)

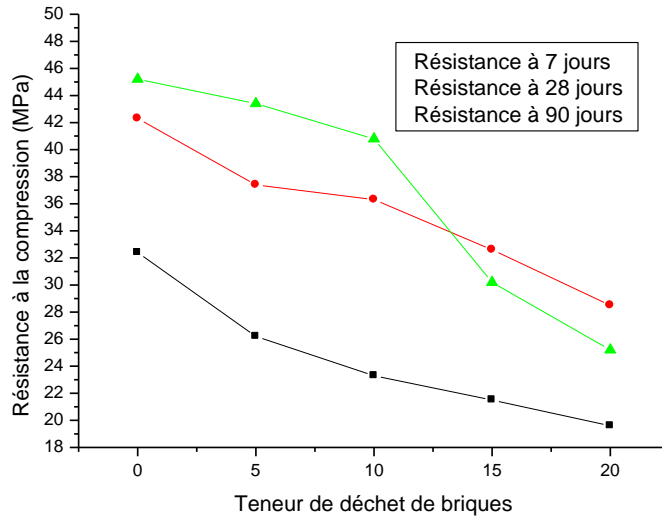


Figure 3-11. Evolution de la résistance à la compression du mortier normal en fonction de la teneur de l'argile calcinée.

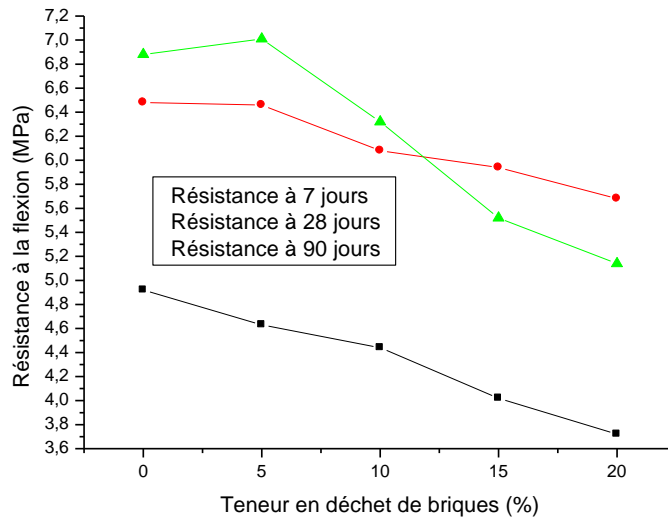


Figure 3-12. Evolution de la résistance à la flexion du mortier normal en fonction de la teneur de l'argile calcinée.

On constate que les résistances à la compression à l'âge de 7 et 28 jours diminuent en fonction de l'augmentation du pourcentage de substitution de l'argile calcinée, néanmoins les résistances observées sont toutes acceptables pour tous les types de ciment avec ou sans ajout sauf pour les dosages de 15 et 20% d'argile calcinée à l'âge de 90 jours. Les constatations et conclusions sont identiques à ceux du mortier confectionné à base de sable normalisé, néanmoins on traite en détail les variations des résistances à différents âge et différents dosages en ajout.

En effet le rapport des résistances à la compression d'éprouvettes normalisées de mortier de même âge à la résistance d'une éprouvette de référence diminue en fonction de l'augmentation de l'ajout de l'argile calcinée jusqu'à l'âge de 90 jours.

La résistance à la compression du mortier à 7 jours contenant du déchet de briques. Elles atteignent 81, 72, 66 et 60 % de celle de la résistance du mortier de référence pour des teneurs de 5, 10, 15 et 20%.

La résistance à la compression du mortier à 28 jours contenant du déchet de briques. Elle atteignent 88, 86,77 et 67 % de celle du mortier de référence pour une teneur de 5, 10%, 15 et 20%.

La résistance à la compression du mortier à 90 jours contenant du déchet de brique atteignent 96, 90,67 et 56 % de celle du mortier de référence pour une teneur de 5, 10%, 15 et 20%.

On constate que le développement des résistances à la flexion à l'âge de 7, 28 et 90 jours n'atteignent jamais celle du mortier de référence (mortier confectionné avec du ciment sans ajout).

3-9 AVANTAGE DES CIMENTS AUX POUZZOLANES

L'hydratation de C_3S et C_2S conduit à la formation d'hydroxyde de calcium qui est un composé hydrosoluble. Cette solubilité devient un risque d'augmentation de la porosité qui peut devenir une cause de diminution des performances mécaniques. L'hydroxyde de calcium génère un milieu basique permettant de passiver les armatures. Il se carbonate facilement. Le carbonate de calcium génère un milieu acide entraînant ainsi la corrosion des armatures métalliques contenues dans les ouvrages. En surface. La carbonatation de l'hydroxyde de calcium favorise l'apparition de "taches blanches" (efflorescences). L'hydroxyde de calcium réagit également avec des acides et des sulfates ce qui induit encore des risques de corrosion chimique. Lorsqu'il est en contact avec de l'acide sulfurique. Il engendre du gypse qui est un composé expansif. Qui peut entraîner une détérioration de la matrice cimentaire et une diminution des performances mécaniques. Une solution intéressante pour limiter la quantité d'hydroxyde de calcium produite est l'ajout de pouzzolanes (déchet de briques) dans les mortiers car elles sont capables de consommer l'hydroxyde de calcium résiduel produit par l'hydratation des C_3S et C_2S .

Néanmoins, l'amélioration de la résistance au jeune âge peut s'obtenir par un prolongement du broyage (finesse très élevée), une température de cure élevée ou avec l'utilisation des activants chimiques.

3-10 DIFFRACTION PAR RAYON X

3-10-1 Analyse de l'argile crue

L'analyse par diffraction aux rayons X (**D.R.X**) des deux échantillons permet de caractériser la nature des phases minérales cristallisées présentes dans l'argile (déchet de briques). La Figure 2-1 montre que le déchet de briques contient plusieurs minéraux tel que l'illite, la kaolinite, chlorite, feldspaths, montmorillonite et le Quartz, on voit que le pic du quartz est intense à $2\theta=27^\circ$ et d'une équidistance entre feuillets de 3.3\AA (silice sous forme de quartz) ce qui confirme que ce déchet de brique est siliceux, il est clair que le plus grand pic se situe à $2\theta=12^\circ$, pour la kaolinite et d'une équidistance entre feuillets de 7\AA , tandis que le pic de l'illite à $2\theta=8^\circ$ et d'une équidistance entre feuillets de 10\AA . Le pic de la chlorite se situe à $2\theta=6^\circ$, et d'une équidistance entre feuillets de 14\AA . Le pic de feldspaths se trouve à $2\theta=15^\circ$ et d'une équidistance entre feuillets de 6\AA . On enregistre des traces de montmorillonite au delà de l'angle de 30° qui n'est pas présentée dans le diffractogramme, car il est difficile de détecter les raies de diffraction pour la simple raison due au changement de l'équidistance entre les feuillets selon le degré d'hydratation.

3-10-2 Composition approchée des déchets de briques

Les résultats obtenus par la composition chimique par fluorescence des rayons X (F.R.X) et la diffraction des rayons X (D.R.X), permet l'évaluation quantitative des minéraux contenus dans l'argile crue de la briqueterie de Sidi Aissa (déchet de briques).

Pour l'argile crue Les pourcentages des minéraux ont été déterminés par logiciel au niveau du laboratoire de la Sonatrach Boumerdes (Tableau3-8).

<i>Illite</i>	<i>kaolinite</i>	<i>quartz</i>	<i>chlorite</i>	<i>calcite</i>	<i>feldspaths</i>	<i>Montmorillonite</i>
25.70	12.90%	29.70%	7.9%	5.00%	3.0%	15.80%

Tableau 3-8. Composition minéralogique des déchets de briques

Après analyse des spectres de la diffraction de l' argile .On peut constater que les minéraux de l'argile calcinée sont partiellement recristallisés, ce qui diminue leurs réactivités pouzzolaniques, La structure est restée partiellement amorphe ,et donc réagit moins vite , par conséquent elle possède une réactivité pouzzolanique moins importante ,elle peut donner d'excellentes résistances à 28 et 90 jours si elle est calcinée entre 650 et 850°C .Seul les minéraux du quartz restent totalement cristallisés du fait que leurs réseaux cristallins se détruit vers 1400°C.

Toute fois il faut signaler qu'une erreur, malheureusement répandue en génie civil, que de vouloir résoudre de nombreux problèmes par analyse chimique .Or , la plus part des propriétés des matériaux sont liées aux minéraux et non aux éléments chimiques et c'est bien l'analyse diffractométrique qu'il faut choisir.

3-11 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

La morphologie des cristaux (taille et forme) observée au microscope électronique à balayage (M.E.B) de la pastille de mortier de ciment de référence et les pastilles de mortier à 10% d'ajout de déchet de briques sont représentées sur les Figures 3-13. et 3-14 montre une forte oxydation (hydratation) parce que les zones noirs en chimie sont due à une oxydation intense des éléments de la matière(cristaux du silicate de calcium) dans les pores par rapport aux cristaux d'aluminat de calcium (évolution ou accroissement des phases minérales dans les cavités et les zones d'interfaces). Ainsi on voit que les oxydes présents dans nos ciments sont très bien réparties sur l'ensemble de la matière .Certaines microfissures apparaissent qui sont due probablement à l'effet de l'écrasement des éprouvettes . La Figure 3-15 montre le spectre à rayon X qui confirme la présence des oxydes tel que la silice, l'alumine, le calcium, l'oxygène et des traces de manganèse.

L'interprétation du degré de carbonatation et de la distribution des phases carbonatées observées dans la Figure 3-13 et la présence de l'hydrate de silicate de calcium et de l'aluminat de calcium est meilleure dans le mortier sans ajout en comparaison avec celui à base d'ajout pouzzolanique (10% de briques d'argile cuites) à 90 jours de durcissement observée dans la Figure 3-14 .

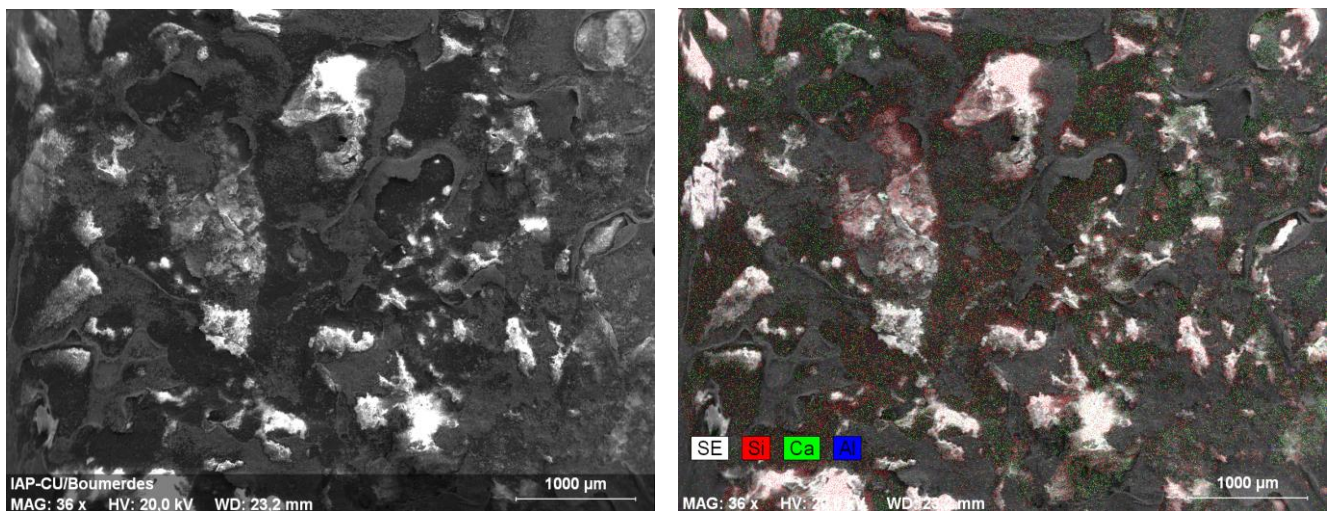


Figure 3-13 .Microstructure d'un mortier de ciment sans ajout (CPA) à 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes.

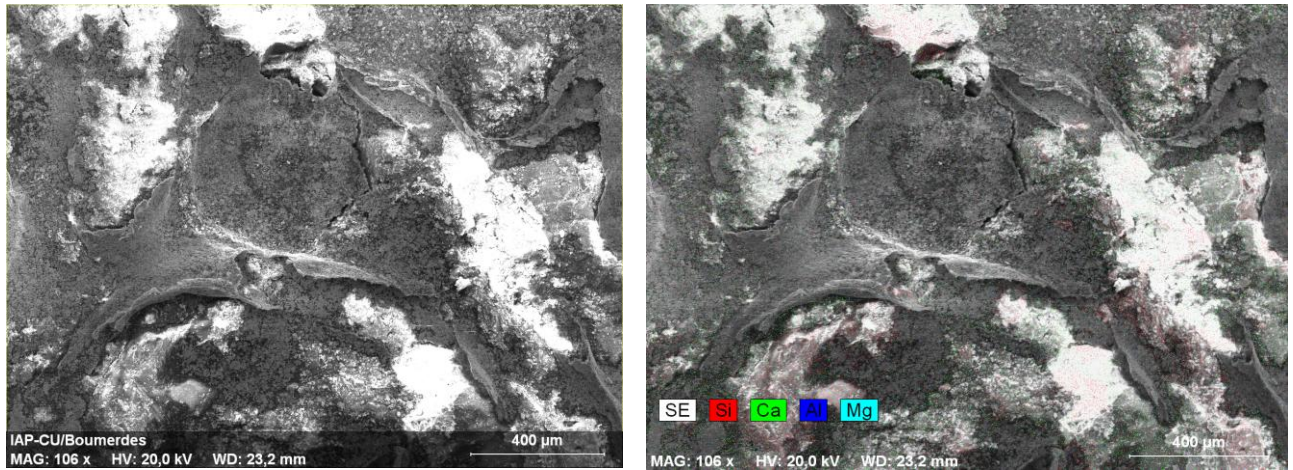


Figure 3-14. Microstructure d'un mortier de ciment avec 10% ajout (CPJ) après 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes.

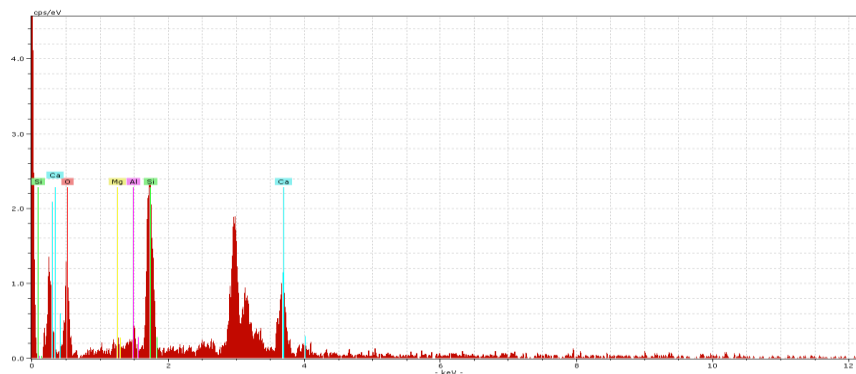


Figure 3-15. Répartition des oxydes d'un mortier de ciment sans ajout après 90 jours de durcissement

3-12 GRANULOMETRIE A LASER.

Les courbes granulométriques des cinq types de ciment préparés avec et sans constituants secondaires sont représentées sur les Figures 3-16 et 3-17. On remarque que le diamètre médian $D(0.50)$ du ciment-déchet de briques dans les teneurs suivantes (00,-05 ,10,15 et 20%) est inférieur à $28\mu\text{m}$, par contre le $D(0.90)$ pour les ciments contenant le déchet de briques est inférieur à $78\mu\text{m}$.

Trois paramètres principaux qui caractérisent la distribution de la taille des grains (Tableau 3-9) sont :

- Temps de broyage
- Poids spécifique
- Finesse de Blaine (surface spécifique).

La Figure 3-15 montre que la distribution des dimensions des particules obtenues par le Granulomètre à laser des ciments utilisés dans notre travail varie entre $0,05\mu\text{m}$ à $258\mu\text{m}$ pour le plus gros grain. Un ciment qui peut donner d'excellentes résistances mécaniques doit avoir un $D(0.50)$ égale ou se rapproche de $10\mu\text{m}$.

Nom de l'échantillon	D(v,0.10) μm	D(v,0.50) μm	D(v,0.90) μm
CEM I	2,92	19,51	63,58
CEM II-1	3,04	22,48	70,27
CEM II-2	3,16	26,52	76,91
CEM II-3	3,08	24,05	72,96
CEM II-4	3,36	28,36	78,67

Tableau 3-9. Caractéristiques de la granulométrie des différents ciments –déchets de briques

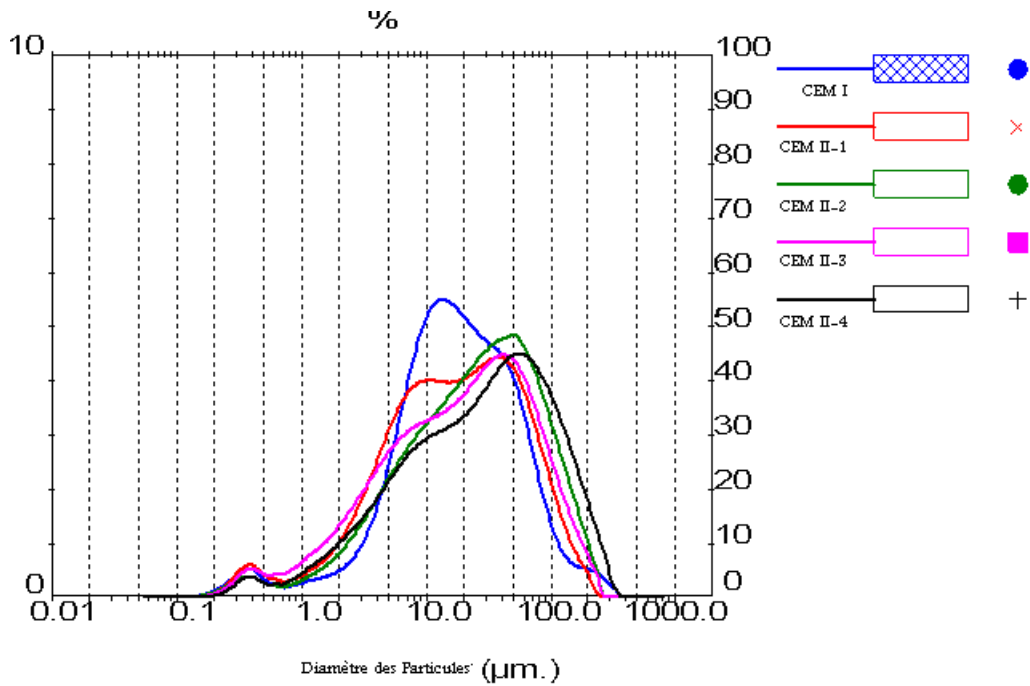


Figure 3-16. Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe de fréquence)

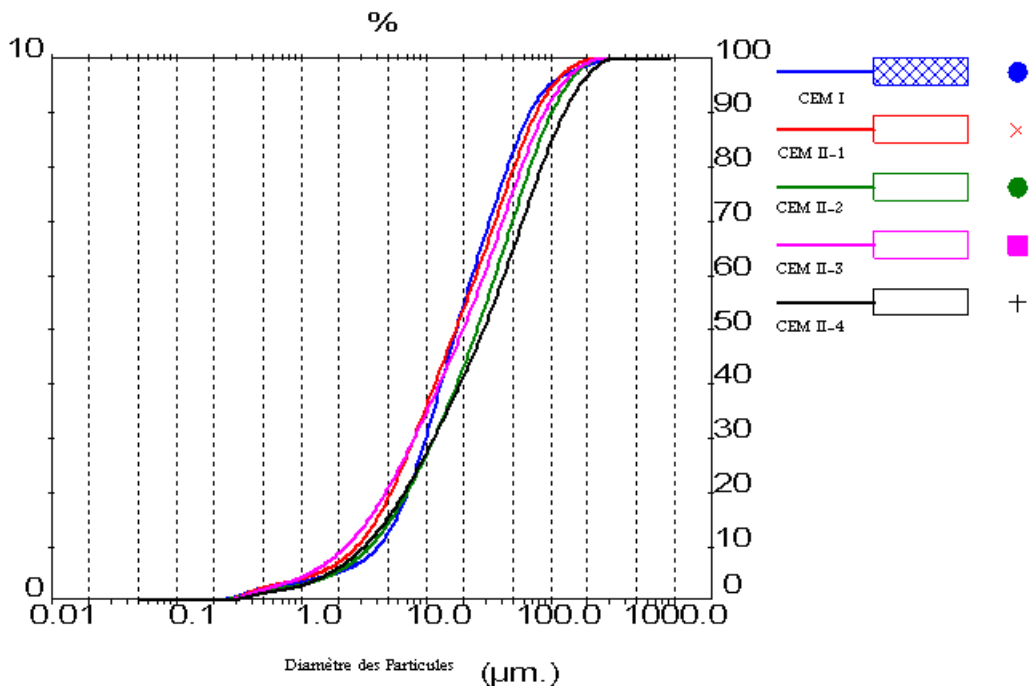


Figure 3-17. Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe cumulative)

3-13 EVALUATION DE L'ACTIVITE POUZZOLANIQUE

3.13-1 Evaluation de l'activité pouzzolanique.

Dans le but d'évaluer la contribution du déchet de briques au développement des résistances des mortiers par l'effet pouzzolanique, René Féret a, dès 1888, établi les principes de la composition optimale, car les propriétés d'un mortier dépendent de sa composition, c'est-à-dire des quantités des divers éléments contenus dans un volume défini de pâte. Deux paramètres sont calculés.

Le premier, représente le gain de résistance (GR_p) qui est défini par Eq. (3-2):

$$GR_p = R_p - R_0 \left(\frac{m_c}{m_c + m_p} \right) \quad (3-2)$$

où R_p représente la résistance d'un mortier contenant un dosage p de la pouzzolane artificielle à un âge donné et R₀ représente la résistance du mortier de référence au même âge. m_c et m_p sont les poids du ciment et de la pouzzolane dans le liant, respectivement.

Le deuxième paramètre calculé pour évaluer l'activité pouzzolanique du déchet de briques est le rapport d'activité pouzzolanique (rapport d'efficacité pouzzolanique). Définit par Eq. (3-3) :

$$R = \frac{R_p}{R_0} \quad (3-3)$$

3-13-2 Gains de résistance pour les différents mortiers.

Les Tableaux 3-10 et 3-11 et les Figures 3-18 et 3-19 montrent le développement du gain de résistance en fonction de l'âge pour les différents pourcentages de l'ajout pouzzolanique. On remarque qu'à sept jours tous les mortiers présentent une perte de résistance croissante en fonction du taux de substitution de l'argile calcinée.

Le gain de résistance ne peut être obtenu qu'à partir de l'âge de 28 jours pour le mortier à base de déchet de briques et sable normalisé et pour une addition de 5% à l'exception des taux de substitutions de 10,15 et 20% .Le gain de résistance à 90 jours est atteint pour les pourcentages de 5 et 10% à des indices qui diffèrent selon le taux de l'ajout. Ce gain de résistance revient à la structure partiellement amorphe de ajout selon l'analyse par diffraction par rayon X.

Pour les mortiers à base de sable de dune, on remarque qu'a l'âge de 7 et 28 jours tous les mortiers présentent une perte de gain de résistance en fonction du pourcentage de l'ajout de l'argile calcinée .A l'âge de 90 jours, on enregistre un gain de résistance pour les dosages de 5 et 10%.

Type de ciment	7 jours	28 jours	90 jours
CEM I	1.00	1.00	1.00
CEM II-1	-1.56	0.25	3.12
CEM II-2	-2.81	-3.60	3.24
CEM II-3	-6.07	-3.45	-8.34
CEM II-4	-5.12	-5.70	-9.32

Tableau 3-10. Développement du Gain de résistance de mortier de ciment en fonction de l'age (Sable normalisé)

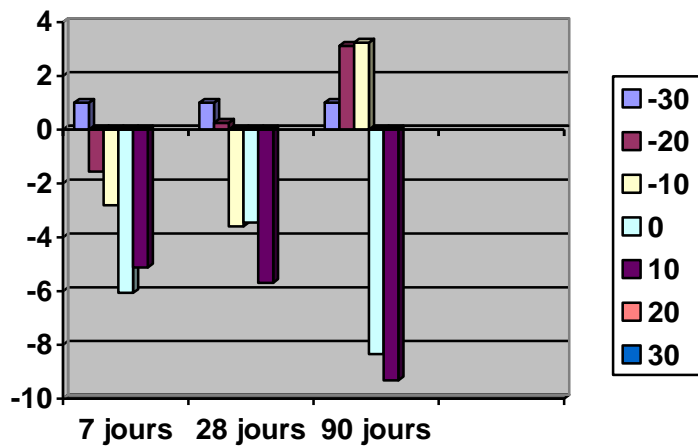


Figure 3-18. Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable normalisé).

Type de ciment	7 jours	28 jours	90 jours
CEM I	1.00	1.00	1.00
CEM II-1	-4.58	-2.79	0.46
CEM II-2	-5.86	-1.77	0.12
CEM II-3	-6.04	-3.36	-8.22
CEM II-4	-6.32	-5.34	-10.96

Tableau 3.11. Développement du Gain de résistance en fonction de ciment –déchet de briques (Sable de dune)

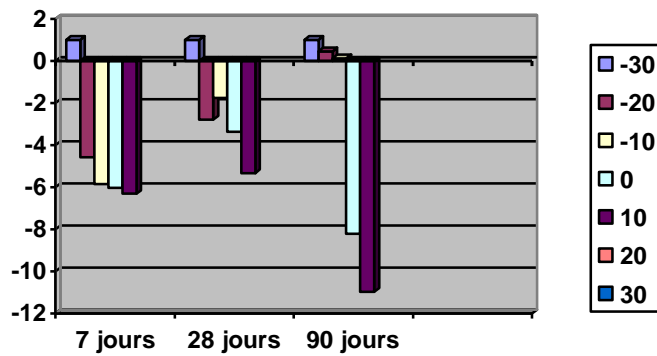


Figure 3-19 Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable de dune).

3-13-3 Indice d'activité pouzzolanique (selon la norme NF-EN 206-1 concernant les additions minérales)

L'indice d'activité pouzzolanique est le rapport des résistances à la compression d'éprouvettes normalisées de mortier de même âge à la résistance d'une éprouvette de référence. On remarque d'après les Tableaux 3-12 et 3-13 et les Figures 3-20 et 3-21 que:

Seul les éprouvettes contenant un remplacement partiel du CPA par 20 % de déchet de brique -sable normalisé et sable de dune affichent des indices d'activité pouzzolanique inférieures à 75% à l'âge de 28 jours. Celles des mélanges contenant 15 et 20% de déchet de briques-sable normalisé et sable de dune de Boussaâda affichent des indices inférieurs à 75 % à l'âge de 90 jours. Tout les indices sont supérieurs à 75% pour les autres éprouvettes à l'age de 7,28 et 90 jours pour les remplacements du ciment par de l'ajout de déchet de briques. La norme ASTM C 618 prévoit un minimum d'indice d'activité pouzzolanique de 75 % à 28 jours d'âge avec le ciment Portland artificiel [14].

<i>Type de ciment</i>	<i>7 jours</i>	<i>28 jours</i>	<i>90 jours</i>
CEM I	1.00	1.00	1.00
CEM II-1	0.91	0.96	1.01
CEM II-2	0.82	0.82	0.96
CEM II-3	0.69	0.78	0.70
CEM II-4	0.66	0.68	0.62

Tableau 3-12. Développement des Indices d'activité pouzzolanique du Mortier à base de sable normalisé.

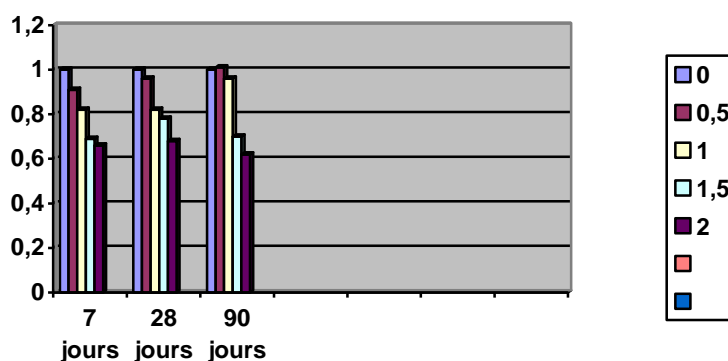


Figure 3-20. Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable normalisé

<i>Type de ciment</i>	<i>7 jours</i>	<i>28 jours</i>	<i>90 jours</i>
CEM I	1.00	1.00	1.00
CEM II-1	0.81	0.88	0.96
CEM II-2	0.72	0.86	0.90
CEM II-3	0.66	0.77	0.67
CEM II-4	0.60	0.67	0.56

Tableau 3-13. Développement des Indices d'activités pouzzolaniques du Mortier à base de sable de dune.

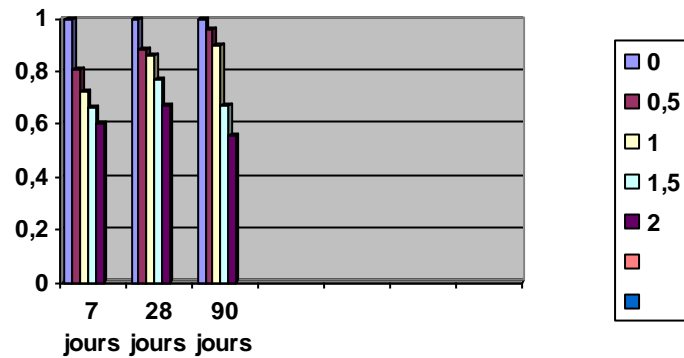


Figure 3-21.Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable de dune

Ainsi, on peut conclure que l'activité pouzzolanique augmente avec l'âge et ne peut être efficace qu'à partir de 28 jours. Ceci montre que l'activité des pouzzolanes artificielle est très lente. Cet effet est dû au fait qu'à long terme, la réaction pouzzolanique continue son effet en formant un deuxième CSH supplémentaire, et augmente de cette manière avec le dosage de l'ajout pouzzolanique sans dépasser dans notre cas de dosage de 10% d'ajout de déchet de briques..

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

CONCLUSION GENERALE

Nous venons de mettre en évidence, à partir des essais mécaniques couplés aux résultats obtenus par la diffraction aux rayons X (D.R.X) que le développement des résistances mécaniques des mortiers contenant les ajouts de 5% à 20% de déchet de briques en substitution de ciment Portland, ne semble pas être dû complètement à la structure minéralogique des déchets de briques. Le développement des résistances mécaniques à 90 jours semble être relié à l'état d'endommagement du réseau cristallin c'est-à-dire au degré d'hydroxylation du réseau et par conséquent à l'état amorphe de la structure. *Ainsi on peut dire à la lumière du deuxième et troisième chapitre que :*

- L'argile calcinée est un matériau à caractère pouzzolanique, car il n'entre en réaction avec les composants du ciment Portland qu'après l'hydratation et la formation de la portlandite $Ca(OH)_2$.
- *La température de cuisson à une grande influence sur la réactivité pouzzolanique des argiles calcinées .En effet les indices d'activités pouzzolaniques du déchet de briques ne sont pas très élevés, ce qui confirme la faible pouzzolanicité, car il a une structure partiellement amorphe. On constate que l'argile calcinée (déchet de briques) en tant qu'addition minérale améliorent les performances mécaniques des mortiers, elles ont été calcinées au four de l'usine de la briqueterie pour une température variant entre 900 à 950°C. La structure partiellement amorphe (structure recristallisée) du déchet de briques est due à une mauvaise calcination. Plusieurs chercheurs ont étudiés l'effet de la température et l'activité pouzzolanique dans les différentes zones de température pour l'activité maximale données dans la littérature et ils ont conclu que l'activité pouzzolanique peut être améliorée si ces argiles sont calcinées entre 650 – 800 °C.*

Le développement de la résistance des mortiers contenant les déchets de briques est fonction de

- *La composition minéralogique du clinker, un bon clinker contient un taux élevé de C_3S .*
- *La finesse du ciment, plus elle est élevée plus l'activation est meilleure.*
- *La composition chimique et surtout minéralogique de l'argile calcinée.*
- *L'état de vitrification (amorphisation) de la structure de l'argile calcinée .Plus la structure est amorphe, plus la résistance est meilleure.*

Les travaux réalisés par différents chercheurs, sur les ciments –argiles calcinées ont montré qu'il est possible d'activer ces ciments par étuvage (traitement thermique).

L'activation thermique induit une forte accélération de l'hydratation des ciments -argiles calcinées à court terme et une réduction de l'accroissement de résistance à long terme.

- *Les résistances à la compression aux premiers jours sont moins élevées pour les ciments aux pouzzolanes, mais les rattrapent souvent à long terme à $20\pm 2^{\circ}\text{C}$, c'est-à-dire après 28 jours de durcissement.*

Le mortier et le béton utilisant du ciment aux pouzzolanes (déchet de briques) présentent de nombreuses caractéristiques favorables par rapport au ciment Portland sans ajout :

- *Résistance à la compression à long terme supérieure à celle du ciment Portland sans ajout jusqu'à 10%.*
- *Densité plus élevée par rapport au ciment Portland.*
- *Chaleur d'hydratation moins intense qu'un ciment Portland. Il en résulte que le risque de fissuration est moindre.*
- *Les ciments aux pouzzolanes ont des temps de prise plus court que les ciments Portlands sans ajouts (CPA).*
- *Le seul inconvénient est la faible résistance aux jeunes âges.*
- *Les mortiers contenant du ciment et de l'argile calcinée sont plus visqueux et maniables que les mortiers contenant uniquement du ciment portland lorsqu'ils sont formulés avec un ratio eau/liant identique.*
- *L'hydratation provoque l'apparition de porosité fermée (absence de connexion des pores. favorable à la résistance mécanique et à la durabilité due à la formation d'une plus grande quantité de C-S-H.*
- *Augmentation de la quantité d'eau nécessaire suivant la teneur en argile calcinée pour obtenir une consistance normale de la pâte.*
- *Le retrait et le gonflement du mortier sont inférieurs aux limites imposées par la norme NF P 15-433.*
- *L'incorporation progressive de l'argile calcinée dans le ciment augmente les résistances à long terme jusqu'à certain pourcentage dans notre cas 10%.*
- *Les résistances du ciment -argile calcinée augmentent à long terme (au delà de 28 jours).*
- *Les résistances à la flexion des mortiers mixtes (ciments -argiles calcinées) sont comparables pour tous les types avec celle du ciment Portland.*
- *Formulé dans un mortier à 5%, la résistance mécanique à 90 jours est de 51.00 MPa est supérieure à celle du mortier de référence (50.40 Mpa) pour le mortier contenant le sable normalisé .*
- *Formulés dans un mortier à 10% , leur résistances mécaniques à 28 jours sont de 38.70 MPa , 37.40 Mpa sont inférieures à celle du mortier de référence (47 Mpa et 42.30 MPa) respectivement pour le mortier contenant le sable normalisé et de dune.*
- *Formulés dans un mortier à 10%, leur résistances mécaniques à 90 jours sont de 48.60 MPa ,40.80 Mpa sont inférieures à celle du mortier de référence (50.40 Mpa et 45.20 MPa) respectivement pour le mortier contenant le sable normalisé et de dune.*

La chaux hydratée (portlandite) formée lors de l'hydratation des composés du ciment réagit avec l'ajout pouzzolanique (déchet de briques) pour donner les silicates, aluminates et aluminosilicates de calcium hydraté (deuxième C-S-H) responsables de cette augmentation de résistance. On peut dire que l'argile calcinée apparaît comme un matériau important, couramment utilisé dans le monde, il a fait ses preuves dans le monde dans de grands projets réalisés tel que

le barrage de Jupia en Brésil. Donc le doute ne subsiste plus, quand à ses performances et ses avantages qu'elle présente si elle est calcinée à une température proche de 800°C.

Sa valorisation permet :

- L'obtention d'une grande variété de ciments.
- Des économies d'énergie importantes pendant la phase de broyage.
- La préservation des ressources naturelles et la protection de l'environnement.

PERSPECTIVES (FUTURS TRAVAUX)

En perspective nous proposons les axes de recherches suivants :

- 1- Influence de la calcination des argiles sur les propriétés physico-chimiques des ciments aux ajouts minéraux et les performances mécaniques des matériaux cimentaires.
- 2- Analyse des caractéristiques chimique, physique et thermique des argiles naturelle et artificielle.
- 3- Caractérisation physico-chimique et microstructurale des différents types des argiles calcinées.
- 4- Influence de l'activation mécanique sur les propriétés des ciments aux additions pouzzolaniques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **SIMONE CAILLERE** .*Minéralogie des argiles* P355.
- [2] **JEAN-PIERRE MAGNAN**. *Mécanique des sols et des roches*.2000. vol 1.
- [3] **MESSI. A.** Propriétés des ciments pouzzolaniques élaborées à partir de latérites actives.
- [4] **SADR-MONTAZI A.** *Conception de nouveaux ciments composés. Thèse .Lyon: INSA de Lyon 1988,p256.*
- [5] **AMBROISE J.** *Elaboration de liants pouzzolaniques à moyenne température et études de leurs propriétés physico-chimique et mécaniques. Thèse . Lyon :INSA de Lyon, 1984,165p*
- [6] **BRINDLEY G.W, NAKAHIRA M.** The kaolinite - mullite reaction series: I Survey of outstanding problems .II The high temperature phase .Journal of American ceramic society,1959,vol.42,p311-324
- [7] **HORVATH I, KRANZ G.A** .Thermoanalytical study of high temperature dehydration of kaolinites with various structural arrangements .Silikaty, 1980,vol 24.p149-156
- [8] **GNIEWEK J.** Réactivité des montmorillonites calcinées .Utilisation dans le génie civil. Thèse .Lyon: INSA de Lyon, 1987,184p.
- [9] **BICH.CHRISTEL**, Contribution à l'étude l'activation thermique du kaolin: évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique . Thèse, MEGA de Lyon , 2005, p264
- [10] **BARRON J. SAUTEREY R.** Le béton hydraulique .Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées Paris.p559.
- [11] **A KOMAR.** Matériaux et éléments de construction, Editions Mir Moscou 1976, p540.
- [12] **KAKALI G, PERRAKIT, TSIVILLIS, et al.** Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. Applied Clay Science, 2001, vol 20, p73-80
- [13] **MASSAZZA F.** Chimie des additions pouzzolaniques et des ciments mélangés. II Cemento, 1976, vol 1. p3-38.
- [14] **FRACHEBOURG J** .Contribution à l'étude de quelques pouzzolanes naturelles et Artificielles en vue de la fabrication des ciments de pouzzolanes. Thèse Lausanne .1965, p134.
- [15] **CHINJE MELO, U. et BILLONG N.** Activité pouzzolanique des déchets de briques et tuiles cuites. African journal of science and technology 2004. n° 1.vol 5.p92-100.
- [16] **BARONIO G , BINDA L.** Study of the pouzzolaniqueity of some bricks and clays, Construction and Building Materials, Vol. 11, (1997), 70-78.

- [17] **F.DE LARRARD, P.ACKER et al** .Module Matériau béton et armatures . *ENTP, Paris1993*
- [18] **HERMAN K**, les ajouts, bulletin du ciment, n° 04, Paris 1995.
- [19] **PELRIER R, PASQUET A**. bulletin de liaison des laboratoires routiers spécial O. LCPC, juin 1970.
- [20] **GEORGES DREUX, JEAN FESTA**. Nouveau guide du béton et de ses constituants. Huitième Édition Eyrolles 2002, p32-38.
- [21] **SOROKA I**, Concrete in hot environment, Ed. E and FN SPON, London, 1993.
- [22] **SKALNY J. YOUNG J.F**, Mécanisme d'hydratation du ciment portland, sous thème 7^{ème} congrès international de la chimie des ciments, vol 1, Paris 1980.
- [23] **PLISKIN L.P**, La fabrication du ciment, éditions Eyrolles 1993.
- [24] **M.N OUDJIT**, Influence des ajouts naturels et artificiels sur la prise et le durcissement des bétons et mortiers, DEA, INSA de Toulouse, 1981.
- [25] **AMBROISE J , MURAT M, PERA J** , Hydratation reaction and hardening of calcined clays and related minerals .IV-Experimental conditions for strength improvment on métakaolinite minicylinders. cement and concrete research ,1985, vol 15,n° 2 , p83-88.
- [26] **CAMILLE DEFOSSE**, *Chimie du ciment, valorisation des déchets en cimenterie, Université libre de Bruvelles, site "CHIM 315 Partie 32004"*.
- [27] **J.SKALNY, J.F.YOUNG**, Mécanique d'hydratation du ciment Portland, sous thème II-1,7ème congrès international de la chimie des ciments, Vol1.Paris 1980.
- [28] **RAVERDY M, BRIVOT F, PAILLERE AM, DRON R**, Appréciation de l'activité pouzzolanique des constituants secondaires.7th congrès on cement chemistry, 1980, Paris vol 4, p36.
- [29] **SCHNINDLER AK,FOLLIARD KJ**, Influence of supplementary cementing materials on heat htdratation of concrete, Advanced in cement and concrete IX Conference,Colorado, PP.10-14,2003.
- [30] **BLOMBLED J.P**, liants à bas coût pour les pays en développement Lyon:INSA.1985,123p.Rapport de fin de contrat REXCOOP.
- [31] **[SILVA P.S, GLASSER F.P et al. (1992)** , pozzolanic activation of métakaolin advances in cement research ,1992,vol.4,n°16,p167-178.
- [32] **MOULI M, BENAICHE F ,Pr.A.BELAIDI,CHEGGAG , H. BENZAAMA** , Pouzzolane de Beni-Saf .Dept of civil Engineering ENSET ORAN ALGERIA ,Internet (N65.pdf).

[33] **BUIL.M**, Contribution à l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissante, rapport de recherche L.P.C, n° 92, Paris 1979.

[34] LAURAT. J.P, Enseignement expérimental de physique des rayons X., Paris Onze Edition Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay.

[35] *MM.* MADSEN, SCARLETT, Industrial application of X-Ray diffraction.Edition Chung et Smith ,.Etats-Unis.

IV.3.METHODES D'ESSAIS ET LIEUX DE REALISATION

OBJET SOUMIS A L'ESSAI	PROPRIETES MESUREES	LIEUX DE REALISATION
ARGILES	DÉTERMINATION DES MINÉRAUX	C-R-D – SONATRACH BOUMERDES
CIMENTS	DÉTERMINATION DE LA CONSISTANCE NORMALISÉE	LABORATOIRE CIMENTERIE HAMAM DALAA M'SILA LABORATOIRE
	DÉTERMINATION DU TEMPS DE PRISE	
	DÉTERMINATION DE LA FINESSE PAR PERMÉABILITÉ DE L'AIR (MÉTHODE BLAINE)	
	CHAUX LIBRE	
	ANALYSE CHIMIQUE – SPECTROMÉTRIE F-R-X	
	MASSE VOLUMIQUE ABSOLUE	LABORATOIRE C.E.T.I.M BOUMERDES
	ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE PAR DIFFRACTION (LASER)	LABORATOIRE C-R-D –SONATRACH BOUMERDES
	SABLE	EQUIVALENT DE SABLE DÉTERMINATION DE LA GRANULARITÉ
MORTIER	RÉSISTANCE À LA FLEXION	LABORATOIRE CIMENTERIE HAMAM DALAA M'SILA
	RÉSISTANCE À LA COMPRESSION	
	ESSAIS DE RETRAIT	LABORATOIRE C.E.T.I.M BOUMERDES
	ESSAIS DE GONFLEMENT	

1- INDEX DES TABLEAUX

N° Tableau	Intitulé	N° Page
PREMIER CHAPITRE		
I-1	Classification des phyllosilicates	06
I-2	Les minéraux inter- stratifiés naturels les plus courants.	06
I-3	Relation entre la taille et la nature des minéraux	08
I-4	<i>Composition chimique : pourcentage des principaux composants</i>	08
I-5	<i>Composition chimique : pourcentage des principaux composants</i>	09
I-6	<i>Composition chimique : pourcentage des principaux composants</i>	10
I-7	Principales catégories de ciment	18
I-8	Composition chimique du clinker	19
I-9	Compositions minéralogiques des clinkers	21
I-10	Composition potentielle d'après <i>Bogue</i>	22
I-11	Composition potentielle par Diffraction	22
I-12	Microstructure élémentaire des quatre minéraux.. [10]	22
I-12	Chaleur d'hydratation des principaux minéraux du ciment	34
DEUXIEME CHAPITRE		
II-1	Composition chimique de l'argile crue	48
II-2	Composition chimique de l'argile calcinée	48
II-3	Principaux constituants du cru de clinker	49
II-4	Composition chimique du clinker	50
II-5	Composition minéralogique du clinker	50
II-6	Modules caractéristiques du clinker.	50
II-7	Composition chimique du gypse	50
II-8	Compositions pondérales et finesses des cinq ciments préparés	51
II-9	Variation du temps de broyage en fonction de la teneur en argile calcinée	52
II-10	Composition chimique des ciments préparés	52
II.11	Caractéristiques physiques du sable de dune	53
II.12	Composition chimique du sable de dune	56
II.13	Masse volumique absolue des ciments	56
II-14	Composition des mortiers (sable normalisé -déchet de briques).	62
II.15	Composition des mortiers (sable de dune - déchet de briques).	64
TROISIEME CHAPITRE		
III.1	Coefficient de Broyabilité des clinkers	66
III.2	Coefficient de saturation en chaux du clinker	66
III.3	Poids spécifique des ciments	67
III.4	Propriétés physiques des liants étudiés	69
III.5	Evolution des résistances à la compression et à la flexion du mortier On fonction de la teneur de l'argile calcinée.	72
III.6	Retrait et gonflement du mortier normal en fonction du % de l'argile calciné	74
III.7	Evolution de la résistance du mortier en fonction de la teneur de déchet de briques à différents âges	76

N° Tableau	SUITE TROISIEME CHAPITRE	N° Page
III.8	Composition minéralogique des déchet de briques	78
III.9	Caractéristiques de la granulométrie des différents ciments –déchet de briques	81
III.10	Développement du Gain de résistance de mortier de ciment en fonction de l'age (sable normalisé)	82
III.11	Développement du Gain de résistance de mortier de ciment en fonction de l'age (sable de dune)	83
III.12	Développement du Gain de résistance en fonction de dé ciment –déchet de briques (Sable de dune)	84
III.13	Développement des Indices d'activité pouzzolanique du Mortier à base de sable normalisé	84

2- INDEX DES FIGURES

N° Figure	Intitulé	N° page
	PREMIER CHAPITRE	
I-1	constitution d'un tétraèdre et d'un octaèdre	4
I-2	Notion de feuillet, inter feuillet (structure) et de distance réticulaire d pour un minéral de type 1:1 (groupe de kaolinite).	4
I-3	Fractographie de granules de clinker industriel broyée	17
I-4	Image de clinker en microscope optique (section polie)	21
I-5	Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X (phase anhydre)	23
I-6	Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X. (phase hydraté).	23
I-7	Vitesse d'hydratation des principaux constituants du ciment d'après (F.M.LEA)	24
I-8	Cinétique de l'hydratation du C ₃ S	25
I-9	Résistance des différents constituants du clinker d'après Bogue et Lerch	26
II-10	Schéma d'hydratation initiale de C ₃ S d'après les résultats XPS	27
II-11	Influence du rapport C ₃ A/disponibilité en SO ₄ sur la prise selon LAUCHER	28
I-12	Solubilité de Ca (OH) ₂ en fonction de la température [16]	29
I-13	Modèle schématique de l'hydratation d'un grain de ciment (SOROKA.I, 1993)	31
I-14	Modèle schématique de la formation de la structure dans la prise de la pâte de ciment (SOROKA.I, 1993).	32
I-15	Influence du gypse dans l'hydratation de C ₃ A	33
I-16	Courbes calorimétriques d'un C ₃ S obtenues au calorimètre à conduction thermique	34
I-17	Effet de la pouzzolane sur la chaleur d'hydratation du ciment.	34
I-18	Accroissement de retrait en fonction de la perte en poids	41
I-19	Courbes de retrait mesurés en laboratoire sur des pâte pure, mortier et béton (CPA 45),(Nectoux .D.1993)	42
I-20	Interférence des ondes diffruées – phénomène de diffraction	44
I-21	Loi de Bragg donnant les directions ou les interférences sont constructives	44
I-22	Définition des angles dans le montage de Bragg Brentano	45
I-23	Diffraction X : mesure de l'intensité en fonction de l'angle 2θ de déviation	45

N° Figure	Intitulé	N° page
	DEUXIEME CHAPITRE	
II-1	Minéralogie (modèles de DRX) d'argile crue	<u>49</u>
II-2	Minéralogie (modèles de DRX) d'argile calcinée	<u>49</u>
II-3	Evolution du temps de broyage en fonction de la teneur en déchet de brique et de la surface spécifique du ciment.	<u>52</u>
II-4	Courbe granulométrique du sable testé dans le fuseau préférentiel prévu par la norme russe.	<u>55</u>
II-5	Schéma de principe d'un granulométrie à laser.	<u>59</u>
II-6	Appareil de Vicat pour mesure de la consistance	<u>60</u>
TROISIEME CHAPITRE		
III-1	Variation du temps de broyage en fonction de la teneur de l'argile calcinée	67
III-2	Variation du poids spécifique de ciment en fonction de la teneur de l'argile calcinée	68
III-3	Variation du rapport E/C (consistance normale) en fonction de la teneur de déchet de briques.	69
III-4	Variation des temps de prise en fonction de la teneur de l'argile calcinée	69
III-5	Effet de la teneur en argile calcinée sur l'expansion du ciment	70
III-6	Variation de la teneur des oxydes en fonction de % de déchet de briques.	71
III-7	Effet de déchet de briques cuites sur la résistance à la compression.	73
III-8	Effet de déchet de briques cuites sur la résistance à la flexion.	73
III-9	Evolution du retrait du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée	75
III-10	Evolution du gonflement du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée	75
III-11	Evolution de la résistance à la compression du mortier en fonction de la teneur de l'argile calcinée.	76
III-12	Evolution de la résistance à la flexion du mortier en fonction de la teneur de l'argile calcinée.	77
III-13	<i>Microstructure d'un mortier de ciment sans ajout (CPA) à 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes.</i>	79
III-14	<i>Microstructure d'un mortier de ciment avec 10% ajout (CPJ) après 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes</i>	80
III-15	<i>Répartition des oxydes d'un mortier de ciment sans ajout après 90 jours de durcissement</i>	80
III-16	Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe de fréquence)	81
III-17	Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe) cumulative	81
III-18	<i>. Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable normalisé).</i>	83
III-19	<i>Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable de dune).</i>	83
III-20	Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable normalisé	84
III-21	Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable de dune	85
CONCLUSION GENERALES ET PERSPECTIVES		
IV-1	Conclusion générale	86
IV-2	Perspectives	86
IV-3	Références bibliographiques	88
IV-4	annexe "méthodes d'essais et lieux de réalisation"	

SOMMAIRE

RESUME	I
ABSTRACT	II
ملخص	III
INTRODUCTION.....	1

PREMIER CHAPITRE SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1-1 LES ARGILES	3
1-1-1 Les grande familles de minéraux argileux	4
1-1-2 Classification et nomenclature des minéraux argileux.....	5
1-1-2-1 Les types de minéraux argileux.....	5
1-1-2-2 Les espèces des minéraux	5
1-1-2-3 La famille des minéraux interstratifiés.....	6
1-1-2-4 Les minéraux à couches discontinues et à faciès fibreux.....	7
1-1-2-5 Relation entre la taille entre des particules fines et leur nature minéralogique	7
1-1-2-6 <i>Minéraux argileux assembles en feuillets</i>	8
1-1-2-6-1 <i>La kaolinite</i>	8
1-1-2-6-2 <i>L'illite</i>	9
1-1-2-6-3 <i>La montmorillonite</i>	9
1-1-2-7 <i>Les minéraux associés aux minéraux argileux</i>	10
1-1-2-7-1 <i>Les minéraux du fer</i>	10
1-1-2-7-2 <i>Le quartz</i>	10
1-1-3 Argile calcinée	10
1-1-3-1 Mode d'obtention	10
1-1-3-2 Composition chimique.....	11
1-1-3-3 Composition minéralogique	11
1-1-4 Domaine d'utilisation	12
1-1-4-1 Matériaux de construction.....	12
1-1-4-2 Ciments composes.....	12
1-1-4-3 Utilisation générales	12
1-1-4-4 Les méthodes d'études des minéraux argileux	13
1-1-5 Rôle d'argile calcinée	14
1-1-6 Réactivité pouzzolanique des argiles calcinée	14
1-2 LES AJOUTS MINERAUX	14
1-2-1 Additions a propriétés hydrauliques	15
1-2-2 Additions a propriétés pouzzolaniques	15
1-2-3 Le sulfate de calcium.....	16
1-3 LIANTS HYDRAULIQUES : LE CIMENT	16
1-3-1 Le clinker	17
1-3-1-1 <i>Préparation de la matière première</i>	17
1-3-1-2 Broyabilité du clinker	17
1-3-1-3 Qualité du clinker	18
1-3-1-4 Principales catégories de ciments.....	18
1-3-2- Les constituants anhydres du ciment (CPA)	18

1-3-2-1 Composition chimique	18
1-3-2-2 Performances des ciments	19
1-3-2-3 Composition minéralogique.....	20
1-3-2-4 Fiabilité de la composition potentielle de bogue	21
1-3-2-5 Composition chimique des minéraux	22
1-3-3 Réactivité hydraulique des constituants du clinker	22
1-4 HYDRATATION DU CIMENT PORTLAND (CPA)	24
1-4-1 Théories de la prise et du durcissement du ciment	24
1-4-2 Théorie de le chatelier	30
1-4-3 Théorie de micaellis	30
1-4-4 Recherche en cours	30
1-4-5 Conclusion.....	31
1-4-6 Evolution de la structure de la pâte de ciment portland	31
1-4-7 Chaleur d'hydratation	33
1-4-8 Facteurs influençant la cinétique d'hydratation	35
1-4-8-1 La classe du ciment	35
1-4-8-2 La granulométrie.....	35
1-4-8-3 La température.....	35
1-4-8-4 L'eau de gâchage	35
1-4-8-5 Composes solubles	35
1-4-9 Echelonnement des réactions d'hydratation.....	35
1-5 ACTIVITE POZZOLANIQUE	36
1-5-1 Estimation de l'activité pouzzolanique	36
1-5-2 Nature des hydrates formes lors de la réaction pouzzolanique	36
1-5-2-1 Hydratation des ciments aux pouzzolanes	36
1-5-2-2 Propriétés des ciments aux pouzzolanes	37
1-6 PROPRIETE DES MORTIERS ET BETONS RENFERMANT DES POZZOLANES	38
1-6-1 Temps de prise	38
1-6-2 Chaleur d'hydratation	38
1-6-3 Résistance mécanique	38
1-6-4 Résistance aux sulfates	38
1-6-5 Résistance a l'expansion alcali -silice.....	39
1-6-6 Retrait de séchage.....	40
1-7 RETRAIT	40
1-7-1 Facteurs influençant le retrait.....	40
1-7-2 Types de retrait.....	40
1-7-2-1 1 Le retrait thermique	40
1-7-2-2 Retrait hydrique.....	40
1-8 INTERET ECONOMIQUE ET TECHNIQUE	42
1-8-1 Intérêt économique	42
1-8-2 Intérêt technique	42
1-9 DIFFRACTION PAR RAYON X.....	43
1-9-1 Principes de la diffraction (analyse des phases)	43
1-9-2 Avantages d'utilisation du diffractomètre dans l'industrie du ciment	45
1-10 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	46

DEUXIEME CHAPITRE EXPERIMENTATION

2-1 INTRODUCTION	47
2-1-1 Caractérisation des matériaux utilisés	47
2-1-1-1 Ciment avec ajout pouzzolanique (déchet de briques)	47
2-1-1-2 Mélange pouzzolanique (déchet de briques)	47
2-1-1-3 Calcination d'argile	47
2-1-1-4 Composition chimique de l'argile crue	48
2-1-1-5 Composition chimique de l'argile calcinée	48
2-1-1-6 Diffraction par rayons x	48
2-1-2 Le clinker	49
2-1-2-1 Composition chimique	50
2-1-2-2 Composition minéralogique	50
2-1-2-3 Modules caractéristiques	50
2-1-3 Le gypse	50
2-1-3-1 Composition chimique	50
2-2 PROCEDE DE PREPARATION DES DIFFERENTS TYPES DE CEMENTS	51
2-2-1 Composition pondérale des différents ciments	51
2-2-2 Le broyage	51
2-2-3 Evolution du temps de broyage	51
2-2-4 Analyse chimique des différents ciments préparés	52
2-3 L'EAU DE GACHAGE	53
2-4 LES GRANULATS (sable)	53
2-4-1 Caractéristiques physiques du sable	53
2-4-2 Analyse granulométrique	54
2-4-3 Analyse chimique	55
2-5 METHODES D'ESSAIS	56
2-5-1 Essais sur ciment anhydre	56
2-5-1-1 Masse volumique absolue	56
2-5-1-2 Mesure de la finesse du ciment	56
2-5-1-3 Analyse granulométrique	57
2-5-2 Essais sur ciment hydrate	59
2-5-2-1 Essai de consistance	59
2-5-2-2 Essai de prise	60
2-5-2-3 Essai de stabilité	61
2-5-3 Essais sur mortiers	62
2-5-3-1 Mortier normal a e/c variable	62
2-5-3-2 Préparation des éprouvettes et déroulement des essais	62
2-5-3-3 Mesure du retrait sur éprouvette de mortier normal	63
2-5-3-4 Analyse des paramètres physiques des mortiers	64
2-5-3-4-1 Microscope électronique a balayage	64
2-5-4 Mortier a base de matériaux locaux	64
2-5-4-1 Mortier frais	64
2-5-4-2 Consistance du mortier frais	64
2-5-4-3 Résistance a la flexion et a la compression	65
2-5-4-4 Essai de compression	65
2-5-4-5 Essai de flexion	65

TROISIEME CHAPITRE RESULTAT EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

3-1 INTRODUCTION	66
3-2 FACTEURS DE QUALITE DU CLINKER	66
3-2-1 Broyabilité du clinker	66
3-2-2 Qualité du clinker.....	66
3-3 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LE TEMPS DE BROYAGE DU CIMENT	66
3-4 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LE POIDS SPECIFIQUE DU CIMENT.....	67
3-5 INFLUENCE DE LA TENEUR EN ARGILE CALCINEE SUR LA PATE DE CIMENT	68
3-5-1 Influence de la teneur en argile calcinée sur la consistance et la prise	68
3-5-2 Influence de la teneur en argile calcinée sur la stabilité du ciment	70
3-5-3 Influence de la teneur en argile calcinée sur les teneurs en oxydes	70
3-6 INFLUENCE D'ARGILE CALCINEE SUR LE MORTIER NORMAL	71
3-6-1 Résistance a la compression.....	71
3-6-2 Résistance a la flexion	73
3-7 EFFET DE LA TENEUR DE L'AJOUT POUZZOLANIQUE (EFFET CHIMIQUE) SUR LE RETRAIT ET LE GONFLEMENT	74
3-8 COMPORTEMENT MECANIQUE DU MORTIER A BASE DE SABLE DE DUNE	75
3-8-1 Influence de la teneur de l'argile calcinée sur la résistance a la compression et la flexion.....	75
3-9 AVANTAGE DES CIMENTS AUX POUZZOLANES	78
3-10 Diffraction par rayon X	78
3-10-1 Analyse de l'argile crue	78
3-10-2 Composition Approchée Des Déchets De Brique	78
3-11 MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	79
3-12 GRANULOMETRIE A LASER.....	80
3-13 EVALUATION DE L'ACTIVITE POUZZOLANIQUE	82
3-13-1 Evaluation de l'activité pouzzolanique	82
3-13-2 Gains de résistance pour les différents mortiers	82
3-13-4 Indice d'activité pouzzolaniques.....	83

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives	86
1 Conclusion générale	86
2 Perspectives (futurs travaux)	88

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXE

INDEX DES TABLEAUX

INDEX DES FIGURES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **SIMONE CAILLÈRE** .*Minéralogie des argiles* P355.
- [2] **JEAN-PIERRE MAGNAN**. *Mécanique des sols et des roches*.2000. vol 1.
- [3] **MESSI. A.** Propriétés des ciments pouzzolaniques élaborées à partir de latérites actives.
- [4] **SADR-MONTAZI A.** *Conception de nouveaux ciments composés. Thèse .Lyon: INSA de Lyon 1988,p256.*
- [5] **AMBROISE J.** *Elaboration de liants pouzzolaniques à moyenne température et études de leurs propriétés physico-chimique et mécaniques. Thèse . Lyon :INSA de Lyon, 1984,165p*
- [6] **BRINDLEY G.W, NAKAHIRA M.** The kaolinite - mullite reaction series: I Survey of outstanding problems .II The high temperature phase .Journal of American ceramic society,1959,vol.42,p311-324
- [7] **HORVATH I, KRANZ G.A** .Thermoanalytical study of high temperature dehydration of kaolinites with various structural arrangements .Silikaty, 1980,vol 24.p149-156
- [8] **GNIEWEK J.** Réactivité des montmorillonites calcinées .Utilisation dans le génie civil. Thèse .Lyon: INSA de Lyon, 1987,184p.
- [9] **BICH.CHRISTEL**, Contribution à l'étude l'activation thermique du kaolin: évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique . Thèse, MEGA de Lyon , 2005, p264
- [10] **BARRON J. SAUTEREY R.** Le béton hydraulique .Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées Paris.p559.
- [11] **A KOMAR.** Matériaux et éléments de construction, Editions Mir Moscou 1976, p540.
- [12] **KAKALI G, PERRAKIT, TSIVILLIS, et al.** Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. Applied Clay Science, 2001, vol 20, p73-80
- [13] **MASSAZZA F.** Chimie des additions pouzzolaniques et des ciments mélangés. II Cemento, 1976, vol 1. p3-38.
- [14] **FRACHEBOURG J** .Contribution à l'étude de quelques pouzzolanes naturelles et Artificielles en vue de la fabrication des ciments de pouzzolanes. Thèse Lausanne .1965, p134.
- [15] **CHINJE MELO, U. et BILLONG N.** Activité pouzzolanique des déchets de briques et tuiles cuites. African journal of science and technology 2004. n° 1.vol 5.p92-100.
- [16] **BARONIO G , BINDA L.** Study of the pouzzolaniqueity of some bricks and clays, Construction and Building Materials, Vol. 11, (1997), 70-78.

- [17] **F.DE LARRARD, P.ACKER et al** .Module Matériau béton et armatures . *ENTP, Paris1993*
- [18] **HERMAN K**, les ajouts, bulletin du ciment, n° 04, Paris 1995.
- [19] **PELRIER R, PASQUET A**. bulletin de liaison des laboratoires routiers spécial O. LCPC, juin 1970.
- [20] **GEORGES DREUX, JEAN FESTA**. Nouveau guide du béton et de ses constituants. Huitième Édition Eyrolles 2002, p32-38.
- [21] **SOROKA I**, Concrete in hot environment, Ed. E and FN SPON, London, 1993.
- [22] **SKALNY J. YOUNG J.F**, Mécanisme d'hydratation du ciment portland, sous thème 7^{ème} congrès international de la chimie des ciments, vol 1, Paris 1980.
- [23] **PLISKIN L.P**, La fabrication du ciment, éditions Eyrolles 1993.
- [24] **M.N OUDJIT**, Influence des ajouts naturels et artificiels sur la prise et le durcissement des bétons et mortiers, DEA, INSA de Toulouse, 1981.
- [25] **AMBROISE J , MURAT M, PERA J** , Hydratation reaction and hardening of calcined clays and related minerals .IV-Experimental conditions for strength improvment on métakaolinite minicylinders. cement and concrete research ,1985, vol 15,n° 2 , p83-88.
- [26] **CAMILLE DEFOSSE**, *Chimie du ciment, valorisation des déchets en cimenterie, Université libre de Bruvelles, site "CHIM 315 Partie 32004"*.
- [27] **J.SKALNY, J.F.YOUNG**, Mécanique d'hydratation du ciment Portland, sous thème II-1,7ème congrès international de la chimie des ciments, Vol1.Paris 1980.
- [28] **RAVERDY M, BRIVOT F, PAILLERE AM, DRON R**, Appréciation de l'activité pouzzolanique des constituants secondaires.7th congrès on cement chemistry, 1980, Paris vol 4, p36.
- [29] **SCHNINDLER AK,FOLLIARD KJ**, Influence of supplementary cementing materials on heat htdratation of concrete, Advanced in cement and concrete IX Conference,Colorado, PP.10-14,2003.
- [30] **BLOMBLED J.P**, liants à bas coût pour les pays en développement Lyon:INSA.1985,123p.Rapport de fin de contrat REXCOOP.
- [31] **[SILVA P.S, GLASSER F.P et al. (1992)** , pozzolanic activation of métakaolin advances in cement research ,1992,vol.4,n°16,p167-178.
- [32] **MOULI M, BENAICHE F ,Pr.A.BELAIDI,CHEGGAG , H. BENZAAMA** , Pouzzolane de Beni-Saf .Dept of civil Engineering ENSET ORAN ALGERIA ,Internet (N65.pdf).

[33] **BUIL.M**, Contribution à l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissante, rapport de recherche L.P.C, n° 92, Paris 1979.

[34] LAURAT. J.P, Enseignement expérimental de physique des rayons X., Paris Onze Edition Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay.

[35] *MM.* MADSEN, SCARLETT, Industrial application of X-Ray diffraction.Edition Chung et Smith ,.Etats-Unis.

Objet soumis à l'essai	Propriétés mesurées	Lieux de réalisation
Argiles	Détermination des minéraux	C-R-D – Sonatrach Boumerdes
Ciments	Détermination de la consistance normalisée	Laboratoire Cimenterie Hamam Dalaa M'sila Laboratoire
	Détermination du temps de prise Détermination de la finesse par perméabilité de l'air (méthode Blaine)	
	Chaux libre Analyse chimique –spectrométrie F-R-X	
	<i>Masse volumique absolue</i>	Laboratoire C.E.T.I.M Boumerdes
	Analyse granulométrique par diffraction (laser)	LABORATOIRE C-R-D –Sonatrach Boumerdes
sable	Equivalent de sable Determination de la granularité	L.C.T.P - M'sila
Mortier	Résistance à la flexion	Laboratoire Cimenterie Hamam Dalaa M'sila
	Résistance à la compression	
	Essais de retrait	Laboratoire C.E.T.I.M Boumerdes
	Essais de gonflement	

I. INDEXE DES TABLEAUX

N° Tableau	Intitulé	N° Page
	<i>CHAPITRE I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</i>	
I-1	Classification des phyllosilicates	
I-2	Les minéraux inter- stratifiés naturels les plus courants.	
I-3	Relation entre la taille et la nature des minéraux	
I-4	Relation entre la taille et la nature des minéraux	
I-5	<i>Composition chimique : pourcentage des principaux composants</i>	
I-6	<i>Composition chimique : pourcentage des principaux composants</i>	
I-7	Principales catégories de ciment	
I-8	Composition chimique du clinker	
I-9	Compositions minéralogiques des clinkers	
I-10	Composition potentielle d'après	
I-11	Microstructure élémentaire des quatre minéraux.. [10]	
I-12	Chaleur d'hydratation des principaux minéraux du ciment	
	<i>CHAPITRE.II. METHODES D'ESSAIS</i>	
II-1	Composition chimique de l'argile crue	
II-2	Composition chimique de l'argile calcinée	
II-3	Principaux constituants du cru de clinker des différents ciments étudiés	
II-4	Composition chimique des clinkers et gypse étudiés	
II-5	Composition minéralogique des clinkers étudiés des différents ciments	
II-6	Modules caractéristiques des clinkers étudiés.	
II-7	Composition chimique du gypse étudié.	
II-8	Composition des mélanges et finesses des cinq ciments préparés.	
II-9	Evolution du temps de broyage en fonction de la teneur en argile calcinée	
II-10	Composition chimique des ciments	
II.11	Caractéristiques du sable de dune utilisé dans les essais.	
II.12	Analyse granulométrique du sable de dune	
II.13	Composition chimique du sable de dune	
II-14	Masse volumique absolue des ciments avec ajout	
II.15	Composition des mortiers (sable normalisé -déchet de briques).	
II.16	Composition des mortiers (sable de dune - déchet de briques).	

N° Tableau	CHAPITRE.III. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS	N° Page
<i>III.1</i>	Coefficient de Broyabilité des clinkers	
<i>III.2</i>	Coefficient de saturation en chaux du clinker	
<i>III.3</i>	Poids spécifique des ciments	
<i>III.4</i>	Propriétés physiques des liants étudiés	
<i>III.5</i>	Evolution des résistances à la compression et à la flexion du mortier on fonction de la teneur de l'argile calcinée.	
<i>III.6</i>	Retrait et gonflement du mortier normal en fonction du % de l'argile calciné	
<i>III.7</i>	Evolution de la résistance du mortier en fonction de la teneur de déchet de briques à différents âges	
<i>III.8</i>	<i>Composition minéralogique des déchet de briques</i>	
<i>III.9</i>	<i>Caractéristiques de la granulométrie des différents ciments –déchet de briques</i>	
<i>III.10</i>	<i>Développement du Gain de résistance de mortier de ciment en fonction de l'age (sable normalisé)</i>	
<i>III.11</i>	<i>Développement du Gain de résistance en fonction de dé ciment –déchet de briques (Sable de dune)</i>	
<i>III.12</i>	Développement du rapport d'efficacité pouzzolanique déchet de Brique -sable normalisé	
<i>III.13</i>	Développement du rapport d'efficacité pouzzolanique déchet de Briques -sable de dune à différents âges.	
<i>III.14</i>	<i>Développement des Indices d'activité pouzzolanique du Mortier à base de sable normalisé</i>	
<i>III.15</i>	<i>Développement des Indices d'activité pouzzolanique du Mortier à base de sable de dune.</i>	

II- INDEX DES FIGURES

<i>CHAPITRE .I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</i>		
N° Figure	INTITULE	N° page
I-1	<i>constitution d'un tétraèdre et d'un octaèdre</i>	
I-2	Notion de feuillet, inter feuillet (structure) et de distance réticulaire d pour un minéral de type 1:1 (groupe de kaolinite).	
I-3	Fractographie de granules de clinker industriel broyée	
I-4	Image de clinker en microscope optique (section polie)	
I-5	Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X (phase anhydre)	
I-6	Etude cinétique de l'hydratation du ciment Portland par diffraction des rayons X. (phase hydraté).	
I-7	Vitesse d'hydratation des principaux constituants du ciment d'après (F.M.LEA)	
I-8	Cinétique de l'hydratation du C ₃ S	

I-9	<i>Résistance des différents constituants du clinker d'après Bogue et Lerch</i>	
II-10	Schéma d'hydratation initiale de C ₃ S d'après les résultats XPS	
II-11	Influence du rapport C ₃ A/disponibilité en SO ₄ sur la prise selon LAUCHER	
I-12	Solubilité de Ca (OH) ₂ en fonction de la température [16]	
I-13	Modèle schématique de l'hydratation d'un grain de ciment (SOROKA.I, 1993)	
I-14	Modèle schématique de la formation de la structure dans la prise de la pâte de ciment (SOROKA.I, 1993).	
I-15	Influence du gypse dans l'hydratation de C ₃ A	
I-16	Courbes calorimétriques d'un C ₃ S obtenues au calorimètre à conduction thermique	
I-17	Effet de la pouzzolane sur la chaleur d'hydratation du ciment.	
I-18	Vitesse d'hydratation des principaux constituants du ciment Portland (d'après F.M.LEA)	
I-19	Accroissement de retrait en fonction de la perte en poids	
I-20	Courbes de retrait mesurés en laboratoire sur des pâte pure, mortier et béton (CPA 45),(Nectoux .D.1993)	
I-21	<i>Interférence des ondes diffractées – phénomène de diffraction</i>	
I-22	<i>Loi de Bragg donnant les directions ou les interférences sont constructrices</i>	
I-23	<i>Définition des angles dans le montage de Bragg Brentano</i>	
I-24	<i>Diffraction X : mesure de l'intensité en fonction de l'angle 2θ de déviation</i>	

<i>CHAPITRE.II. METHODES D'ESSAIS</i>		
N° Figure	Intitulé	N° page
II-1	Minéralogie (modèles de DRX) d'argile crue	
II-2	Minéralogie (modèles de DRX) d'argile calcinée	
II-3	Evolution du temps de broyage en fonction de la teneur en déchet de brique et de la surface spécifique du ciment.	
II-4	Schéma de principe d'un granulométrie à laser.	
II-5	Appareil de Vicat pour mesure de la consistance	
<i>CHAPITRE.III. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS</i>		
III-1	Variation du temps de broyage en fonction de la teneur de l'argile calcinée	
III-2	Variation du poids spécifique de ciment en fonction de la teneur de l'argile calcinée	
III-3	Variation du rapport E/C (consistance normale) en fonction de la teneur de déchet de briques.	
III-4	Variation des temps de prise en fonction de la teneur de l'argile calcinée	
III-5	Effet de la teneur en argile calcinée sur l'expansion du ciment	

III-6	Variation de la teneur des oxydes en fonction de % de déchet de briques.	
III-7	Effet de déchet de briques cuites sur la résistance à la compression.	
III-8	Effet de déchet de briques cuites sur la résistance à la flexion.	
III-9	Evolution du retrait du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée	
III-10	Evolution du gonflement du mortier en fonction de la teneur en argile calcinée	
III-11	Evolution de la résistance à la compression du mortier en fonction de la teneur de l'argile calcinée.	
III-12	Evolution de la résistance à la flexion du mortier en fonction de la teneur de l'argile calcinée.	
III-13	<i>Microstructure d'un mortier de ciment sans ajout (CPA) à 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes.</i>	
III-14	<i>Microstructure d'un mortier de ciment avec 10% ajout (CPJ) après 90 jours de durcissement : Répartition des cristaux et des oxydes</i>	
III-15	<i>Répartition des oxydes d'un mortier de ciment sans ajout après 90 jours de durcissement</i>	
III-16	Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe de fréquence)	
III-17	Courbes granulométriques des grains de ciment (courbe) cumulative	
III-18	<i>. Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable normalisé).</i>	

<i>SUITE CHAPITRE.III</i>		
N°Figure	Intitulé	N° page
III-19	<i>Gain de résistance de mortier avec ajout pouzzolanique (Déchet de briques -Sable de dune).</i>	
III-20	Rapport d'efficacité pouzzolanique en fonction de l'ajout de déchet de briques –sable normalisé à différents 'âges.	
III-21	Rapport d'efficacité pouzzolanique en fonction de l'âge	
III-22	Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable normalisé	
III-23	Indice d'activité pouzzolanique en fonction de l'âge -sable de dune	
CONCLUSION GENERALES ET PERSPECTIVES		
IV-1	Conclusion générale	
IV-2	Perspectives	
IV-3	References bibliographiques	
IV-4	Annexe	
IV-5	Indice des tableaux	
IV-6	Indice des figures	

