

N° d'ordre : .....

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE  
ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE DE M'SILA  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
Département de génie civil



**THESE**

**Présentée en vue de l'obtention du Diplôme de  
Doctorat en Sciences  
Spécialité: Génie Civil – Option: Matériaux**

Présentée par:  
**CHIKOUCHE Mohamed Aziz**

**THEME**

---

**Optimisation des ajouts à base d'argiles vaseuses  
et leurs effets sur les propriétés des matériaux cimentaires**

---

Soutenue publiquement le : 14/12/2016

**Devant le jury:**

**AIT TAHAR Kamel  
BIBI Mekki  
GHORBEL Elhem  
MELBOUCI Bachir  
BEDDAR Miloud**

**Prof. Université de Bouira  
Prof. Université de M'sila  
Prof. Université de Cergy-Pontoise  
Prof. Université de Tizi Ouzou  
Prof. Université de M'sila**

**Président  
Rapporteur  
Co-Rapporteur  
Examineur  
Examineur**

*A ma petite famille*

*Ma grande famille*

*A la mémoire de Youcef*

# Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu tout puissant, de m'avoir donné le courage et l'optimisme de finir ce travail.

Je tiens à exprimer mes chaleureux remerciements au Professeur AIT TAHAR Kamal pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse, je le remercie également pour ses encouragements et ses conseils motivants.

J'adresse mes sincères remerciements aux Professeurs BEDDAR Miloud de l'université de M'sila, MELBOUCI Bachir de l'université de Tizi Ouzou, qui nous ont honoré d'avoir accepté de participer à l'évaluation de ce travail.

Je tiens tout particulièrement à remercier Mme GHORBEL Elhem Professeur à l'université de Cergy-Pontoise, pour m'avoir accepté dans son équipe au sein du Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC) ainsi que Mr. BIBI Mekki, Professeur à l'université de M'sila, qui sans leurs patiences, générosités et surtout disciplines, cette thèse n'aurait pas vu le jour.

Enfin, mes sincères remerciements et ma profonde gratitude sont exprimés pour tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

# SOMMAIRE

Titre	Page
Remerciements.....	03
Sommaire.....	04
Listes des figures.....	07
Liste des tableaux.....	10
ملخص.....	11
Résumé.....	12
Abstract.....	13
<b>INRODUCTION</b> .....	15
<b>CHAPITRE I : Barrage et envasement</b>	
<b><i>I-1-Présentation du bassin versant du K'sob</i></b> .....	19
I-1-1- Caractéristique géologique et lithologique du bassin versant du K'sob.....	21
I-1-2-Le climat du bassin versant du K'sob.....	23
<b><i>I-2-Présentation du oued et barrage K'sob</i></b> .....	23
<b><i>I-3-Principaux causes d'envasement en Algérie</i></b> .....	24
3-1-Eutrophisation des retenues de barrages.....	24
3-2-Erosion éolienne.....	25
3-3-Erosion hydrique.....	25
3-4- Défrichement et désertification.....	26
3-5-Le surpâturage.....	28
3-6-La salinisation.....	28
<b><i>I-4-Moyennes de lutte contre l'envasement</i></b> .....	29
4-1-Obstacles immergés.....	29
4-2- Le soutirage.....	29
4-3- barrage de chasse.....	30
4-4- La surélévation des digues.....	30
4-5-Extraction par siphonnement.....	30
4-6-Les banquettes végétales.....	31
4-7-La conservation des sols.....	31
4-8-Le reboisement.....	32
<b>CHAPITRE II : Généralités sur les ciments et les argiles</b>	
Introduction.....	34
<b><i>II-1-Le ciment portland artificiel (CEM I)</i></b> .....	35
<b><i>II-2-Le ciment portland composé (CEM II)</i></b> .....	35
2-1-Les ajouts.....	35
2-1-1-Laitier granulé des hauts fourneaux.....	36
2-1-2-Cendres volantes.....	37
2-1-3-Fumées de silice (D).....	38
2-1-4-Schistes calcinés (T).....	39
2-1-5-Pouzzolanes.....	39
2-1-5-1-Les pouzzolanes naturelles.....	39
a-Les cendres.....	39
b-Les ponces.....	40
c-Les scories.....	40
2-1-5-2-Les pouzzolanes artificielles.....	42
<b><i>II-3-L'argile</i></b> .....	44
3-1-Mécanismes de genèse des argiles.....	44
3-1-1-Héritage et altération.....	44

3-1-2-Les néoformations.....	44
3-1-3-Les transformations.....	45
3-2-Classification des argiles.....	45
3-2-1-Groupe Kaolinite-serpentine (0.7nm).....	46
3-2-2-Groupe Talc-micas-monmorillonite.....	47
3-2-3-Groupe de chlorite (1.4nm).....	49
3-3-La Calcination.....	50
3-3-1-La calcination flash.....	50
3-3-2-La calcination traditionnelle.....	51
3-4- Transformation des argiles pendant un traitement thermique.....	51

### **CHAPITRE III : Propriétés du ciment**

<b>III-1-Hydratation du ciment</b> .....	54
1-1-Hydratation des silicates.....	54
1-2-Hydratation des aluminates.....	55
1-3-Mécanismes d'hydratation d'un ciment Portland.....	56
<b>III-2-Mesure du coefficient de diffusion des chlorures</b> .....	59
2-1-Mesure en diffusion naturelle.....	60
2-1-1-Essai de diffusion en régime stationnaire.....	60
2-1-2-Essai de diffusion en régime transitoire.....	61
2-2-Mesure sous champ électrique.....	61
2-2-1-Essai de migration en régime stationnaire.....	61
2-2-2-Essai de migration en régime transitoire.....	62
<b>III-3-La porosité et la structure poreuse</b> .....	65
3-1- Comparaison entre les matériaux à base de ciment ordinaire et composé.....	65
<b>III-4-Le retrait</b> .....	67
4-1-Types de retrait.....	67
4-1-1-Retrait chimique.....	67
4-1-2-Le retrait endogène.....	68
4-1-3- Le retrait thermique.....	68
4-1-4-Le retrait plastique.....	69
483-1-5-Le retrait de dessiccation.....	69
<b>III-5-Le temps de prise</b> .....	71
<b>III-6-L'activité pouzzolanique</b> .....	73
6-1-Les méthodes directes.....	73
6-2-Les méthodes indirectes.....	75
<b>III-7-La rhéologie</b> .....	76

### **CHAPITRE IV : Méthodes expérimentales, résultats et discussions**

<b>IV-1-Méthodes expérimentales</b> .....	80
1-1- L'analyse DRX et XRF.....	80
1-2- L'analyse DSC et TG.....	80
1-3-L'analyse Infra-Rouge à transformé de Fourier.....	81
1-4- Mesure de la matière organique.....	81
1-5- Densité et finesse.....	82
1-6- Mesure de la consistance.....	82
1-7- Chaleur d'hydratation.....	83
1-8-Elaboration des mortiers.....	83
1-9- Essai de migration des chlorures en régime non-stationnaire.....	83
1-10- La porosité accessible à l'eau par pesée hydrostatique.....	84
1-11-Le retrait libre.....	85
1-12-La rhéologie des mortiers frais.....	86

<b>IV-2-Matériaux utilisés</b> .....	87
2-1-Clinker et gypse.....	88
2-2-Caractérisation des boues naturelles et traitées thermiquement.....	88
2-2-1-Caractérisation de la boue naturelle.....	88
2-2-2-Les effets des cycles de traitement thermique sur les propriétés physico-chimiques de la boue.....	91
<b>IV-3-Caractéristiques physico-chimique des ciments à base des boues activées</b> .....	96
3-1-Optimisation de la composition des ciments composés.....	96
3-2-Caractéristiques physico-chimiques des ciments composés basés sur 10% des boues activées.....	98
3-3-Temps de prise et chaleur d'hydratation.....	100
3-4-Indice de résistance à la compression (IRC) des mortiers normalisés.....	103
3-5- La production de la portlandite.....	105
3-6-Mesure de la porosité accessible à l'eau.....	107
3-7- Calcul du Coefficient de migration des chlorures en régime non-stationnaire.....	108
3-8-Le retrait libre.....	110
3-9-La rhéologie des mortiers frais.....	112
<b>CONCLUSION</b> .....	116
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	119

# LISTE DES FIGURES

Titre	Page
<b>CHAPITRE I : Barrage et envasement</b>	19
Figure I.1. Carte de localisation des grands ensembles du Nord de l'Algérie.....	19
Figure I.2. Les 5 bassins hydrographiques.....	20
Figure I.3. Situation géographique du bassin versant du ksob.....	21
Figure I.4. Vue en 3D de l'image Alsat-2A montrant la discordance angulaire de la montagne de Maadid.....	22
Figure I.5. La carte lithologique du bassin versant du k'sob.....	23
Figure I.6. Vue sur le barrage K'sob lors de sa construction.....	24
Figure I.7. Photomicrographie des cyanobactéries observées au barrage Mexa, Algérie.....	25
Figure I.8. Différents modes d'entraînement des particules par le vent.....	25
Figure I.9. Niveaux de désertification de quelque wilaya.....	27
Figure I.10. Délimitation des steppes algérienne.....	27
Figure I.11. Disposition des obstacles en chicane.....	29
Figure I.12. Propagation du courant de densité.....	30
Figure I.13. Schéma d'installation du siphon évacuateur.....	31
Figure I.14. Seuil de sédimentation en gabions et en pierres sèches.....	32
 <b>CHAPITRE II : Généralités sur les ciment et les argiles</b>	
Figure II.1. La production du ciment pendant le 20 <sup>ème</sup> siècle.....	34
Figure II.2. Laitier de haut fourneau ; a) Cristallisé. b) Vitrifié.....	36
Figure II.3. Résistance à la compression du mortier en fonction de la teneur et de la finesse du ciment.....	37
Figure II.4. Vue par MEB d'une cendre silico-alumineuse.....	38
Figure II.5. Bordj Khalifa réalisé par un béton à fumée de silice.....	39
Figure II.6. Pierre ponce volcanique.....	40
Figure II.7. Spectre de diffraction des rayons X de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf.....	41
Figure II.8. Résistance à la perméabilité aux ions chlorure a) à 28jours et b) à 90jours..	41
Figure II.9. Spectre de diffraction des rayons X de l'andésite.....	42
Figure II.10. L'activité pouzzolanique de l'andésite selon les tests ; a) Frattini et b) Chaux saturée.....	42
Figure II.11. Indice d'activité pouzzolanique des boues de papeteries à a) 28jours et b) 90jours.....	43
Figure II-12. Activité pouzzolanique d'une boue de papeterie traitée et une metakaolinite commerciale.....	43
Figure II.13. Résistance à la compression à 7 et 28jours ; a) traitée à différent température et b) à différentes finesses.....	44
Figure II.14. Couche de tétraèdres organisée en anneaux.....	45
Figure II.15. Les silicates avec groupement OH <sup>-</sup> au centre.....	45
Figure II.16. Structure octaédrique vue de cotée.....	46
Figure II.17. Couche octaédrique tronquée vue de coté.....	46
Figure II.18. Structure de la kaolinite.....	46
Figure II.19. Structure de l'illite.....	48
Figure II.20. Structure du chlorite.....	49
Figure II-21. Représentation d'un four flash pour la production du métakaolin.....	50
Figure II-22. courbe thermique différentielle pour la kaolinite.....	52

### CHAPITRE III : Propriétés du ciment

Figure III. 1. Évolution du dégagement de chaleur et de la conductivité électrique lors de l'hydratation d'une pâte de C3S.....	54
Figure III. 2. Image MEB –Gauche : Ettringite AFt – Droite :monosulfoaluminate de calcium Afm.....	56
Figure III.3. Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment.....	57
Figure III.4. Dégagement de chaleur du mélange binaire et ternaire avec les particules à 5µm.....	58
Figure III.5. Dégagement de chaleur du mélange binaire et ternaire avec les particules à 20µm.....	58
Figure III.6. Dégagement de chaleur d'un mélange ciment Portland-Fumée de silice : a) E/C=0,35. b) 0,4. c) 0,5.....	59
Figure III.7. Organigramme des méthodes de mesure du coefficient de diffusion des chlorures.....	60
Figure III.8. Principe de la cellule de diffusion.....	60
Figure III.9. Principe de l'essai d'immersion.....	61
Figure III.10. Principe de la cellule de migration.....	62
Figure III.11. Principe de migration rapide.....	63
Figure III.12. Corrélation entre le coefficient de diffusion et le rapport E/C.....	64
Figure III.13. Evolution du coefficient de diffusion effectif en fonction du taux de remplacement de ciment CEMI par fumées de silice.....	64
Figure III.14. Isothermes de fixation des chlorures obtenues sur des hydrates synthétisés.....	65
Figure III.15. Relation entre la porosité à l'eau et au mercure des pâtes CEM I et pâtes CEM V.....	66
Figure III.16. Comparaison de la distribution de taille des pores des pâtes à base de CEM I et CEM V.....	66
Figure III.17. Exemple de retrait endogène dans le matériau cimentaire.....	68
Figure III.18. Retrait endogène pour différents bétons ordinaires de E/C supérieur à 0.45.....	68
Figure III.19. Mécanisme de retrait à jeune âge.....	70
Figure III.20. Influence de la finesse du ciment sur le retrait.....	71
Figure III.21. Dispositif du test de calorimétrie isotherme.....	72
Figure III.22. La demande en eau et le temps de prise d'un mélange ciment/ cendre volantes.....	72
Figure III.23. Evolution de la teneur de portlandite.....	73
Figure III.24. Test Frattini des pouzzolanes à 28 jours.....	74
Figure III.25. L'activité pouzzolanique d'une boue de papier calcinée et d'un métakaolin commercial.....	74
Figure III.26. Diffractogramme de pâtes avec une pouzzolane naturelle.....	78
Figure III.27. L'indice d'activité de certaines pouzzolanes.....	75
Figure III.28. La conductivité électrique en fonction du temps d'argiles calcinées.....	76
Figure III.29. Chaleur d'hydratation en fonction du temps.....	76
Figure III.30 a)Contrainte d'écoulement, b) viscosité de mortier avec ajouts sans superplastifiant.....	78
Figure III.31. a)Contrainte d'écoulement b)flow table test.....	78

### CHAPITRE IV : Méthodes expérimentales, résultats et discussions

Figure IV.1 . Appareil Netzsch STA 449F1.....	81
Figure IV. 2. Bruker Optik (27 Tensor modèle).....	81
Figure IV.3. flacon de Le Chatelier.....	82
Figure IV. 4. Mesure de finesse.....	82

Figure IV.5. Appareil Vicat.....	82
Figure IV.6. Calorimétrie semi-adiabatique.....	82
Figure IV.7. La cure des mortiers normalisés.....	83
Figure IV.8. Essai de migration des ions chlorure.....	84
Figure IV.9. Eprouvette pour la mesure du retrait.....	85
Figure IV.10. Composants du rhéomètre :a)Agitateur, b)récepteur ,c)vane.....	86
Figure IV.11. Profile de vitesse.....	86
Figure IV.12. Relation entre le couple M et la vitesse $\Omega$ . Cas du ciment CEMI.....	87
Figure IV.13. Traitement thermique de la boue de dragage.....	87
Figure IV.14. Boue naturelle.....	87
Figure IV.15. Boue traitée.....	87
Figure IV.16. L'analyse DSC-TG de la boue de dragage naturelle.....	89
Figure IV.17. Spectre Infra-Rouge de la boue naturelle.....	90
Figure IV.18. Evolution de la perte de masse de la BN.....	92
Figure IV.19. Mécanisme de transformation de la kaolinite en métakaolinite.....	92
Figure IV.20. Evolution du pic de déshydroxylation selon l'analyse DSC.....	93
Figure IV.21. DSC de la boue de dragage après un traitement à 600°C avec une vitesse de 5°C/mn.....	94
Figure IV.22. Evolution du pic de décarbonatation selon l'analyse DSC.....	94
Figure IV.23. DSC de la boue de dragage après un traitement à 800°C avec une vitesse de 5°C/mn.....	95
Figure IV.24. Indice d'activité pouzzolanique des ajouts.....	96
Figure IV.25. Indice de la résistance à la compression (IRC) des mortiers avec différents types de composition.....	97
Figure IV.26.a. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC600.....	102
Figure IV.26.b. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC700.....	102
Figure IV.26.c. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC800.....	102
Figure IV.27. IRC des CC600 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement..	103
Figure IV.28. IRC des CC700 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement..	103
Figure IV.29. IRC des CC800 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement..	104
Figure IV.30. Comparaison selon la DSC entre les mortiers fabriqués avec les ciments CC600 et CEMI.....	105
Figure IV.31. Le pourcentage de Portlandite (CH) produite à différents âges.....	107
Figure IV.32. La porosité accessible à l'eau.....	108
Figure IV.33. Coefficient de migration des ions chlorure en régime transitoire.....	110
Figure IV.34. Essai de retrait libre.....	112
Figure IV.35. Relation entre $\tau$ et $\dot{\gamma}$ .Cas du ciment CEMI.....	113
Figure IV.36. Taux de viscosité des ciments étudiés.....	113
Figure IV.37. Relation entre seuil de cisaillement et la finesse des ciments.....	114

# LISTE DES TABLEAUX

Titre	Page
<b>CHAPITRE I : Barrage et envasement</b>	
Tableau I.1. Quelques caractéristiques morpho-métriques du B.V du K'sob.....	21
Tableau I.2. Evolution du cheptel (en milliers de têtes) .....	28
Tableau I.3. Rapport entre l'eau et les sédiments évacués par les vannes de fond.....	30
<b>CHAPITRE II : Généralités sur les ciments et argiles</b>	
Tableau II.1. Exemple de composition chimique d'un clinker.....	35
Tableau II.2. Les constituants et les additions du ciment.....	35
Tableau II.3. Classification sommaire des minéraux argileux.....	50
<b>CHAPITRE III : Propriétés du ciment</b>	
Tableau III.1. Exemple de réaction d'hydratation .....	67
<b>CHAPITRE IV : Méthodes expérimentales, résultats et discussions</b>	
Tableau IV.1. Composition chimique et minéralogique du clinker et le gypse.....	88
Tableau IV.2. Composition chimique et minéralogique de la boue de dragage naturelle (BN) .....	88
Tableau IV.3. Bandes caractéristiques de la boue selon la technique FTIR.....	90
Tableau IV.4. Limite d'Atterberg de la boue naturelle.....	90
Tableau IV.5. Pourcentage de la matière organique.....	91
Tableau IV.6. Valeur moyenne de l'essai du bleu de méthylène.....	91
Tableau IV.7. Cycles thermiques appliqués à la boue naturelle.....	91
Tableau IV.8. Composition chimique des boues traitées (BT) [%].....	93
Tableau IV.9. Différents types de ciment modifié selon la matière première.....	96
Tableau IV.10. Composition chimique et propriété physique du ciment composé (Type 2) .....	98
Tableau IV.11. Vérification des équations de H.G.H. Brouwers.....	100
Tableau IV.12. Temps de prise des ciments composés.....	100
Tableau IV-13. Résistance Mécanique du mortier normalisé fabriqué avec du CEMI....	103
Tableau IV.14. Seuil de cisaillement et viscosité des ciments.....	113

# ملخص

البيئة في تدهور مستمر ، مصانع الاسمنت تستهلك يوميا ملايين الهكتارات من الصلصال والكلس. بالمقابل النفايات من مختلف الأنواع أخذت بالتوسع. الوحل المستخرج من جرف أعماق السدود، يقلص سعة المخزون المائي للسدود ومن بينهم سد القصب. بعد إجراء دراسات كيميائية ومعدنية تم اكتشاف نسب معتبرة من الكاولين و الإلليت بالإضافة للألمين وأكسيد الجير. هذه الملاحظة أظهرت إمكانية دمجها بالكلنكر، من أجل صناعة الاسمنت.

بحالتها الطبيعية، هذا الدمج سيكون مستحيلا. لذلك تم إعداد بروتوكول للعلاج الحراري من أجل تحسين النشاط الكيميائي للسيليكا والألومينا والرفع من مستوى القدرة البوزولينية.

في بداية الدراسة تمت دراسة بعض الأمزجة واختيار أفضلها حسب قوة الضغط المميزة. جميع أنواع الاسمنت اجتازت بعض التجارب كدراسة حرارة التفاعل بعد الإماهة، زمن الشك بالإضافة للدراسة الكيميائية. دراسة البورتلانديت المنتج والنشاط البوزولاني للإسمنت تمت دراستها أيضا.

جميع هذه المراحل تمت دراستها في هذه المذكرة من خلال أربعة فصول. أول فصل تم عرض خصائص سد القصب، أما الثاني تم تقديم الاسمنت، الإضافات وأنواع الصلصال. ثالث فصل تم عرض بعض الخصائص المعروفة للإسمنت وفي الفصل الرابع تمت دراسة أنواع اسمنت الدراسة. الفصل الأخير عبارة عن خاتمة أين تم عرض نتائج الدراسة والتطرق لبعض التطلعات.

كلمات مفتاحية: وحل السدود - العلاج الحراري- النشاط البوزولاني - الاسمنت-المونة.

# RESUME

L'environnement est en constante dégradation. Les usines de ciment engloutissent chaque jour des hectares de terre d'argile ou de calcaire. En parallèle les déchets prennent de plus en plus d'ampleur. La boue issue du dragage des barrages ne cessent d'envaser et réduire la capacité des retenues comme le barrage K'sob. Après une étude chimique et minéralogique, la boue a révélée la présence de kaolinite, d'illite et des proportions non négligeables d'alumine et d'oxyde de calcium. Cette première constatation, incite l'incorporation de ce déchet à côté du clinker, pour la production de ciment.

Cette incorporation n'est pas immédiate. Un protocole de traitement thermique est appliqué à la boue afin d'améliorer l'activité chimique de la silice et l'alumine, engendrant l'augmentation du pouvoir pouzzolanique des ajouts.

Des mélanges initiaux ont été élaborés pour choisir la meilleure proportion. Après ce choix du mélange optimal grâce à la résistance caractéristique, les ciments composés ont passés des séries typiques de caractérisation : comme la chaleur d'hydratation, le temps de prise sans oublier l'étude chimique. La portlandite produite et l'activité pouzzolanique des nouveaux ajouts ont été étudiés afin d'apprécier leurs pouzzolanicités.

Toutes ces étapes sont rédigées dans cette thèse en quatre chapitres. Le premier étant une présentation du barrage K'sob, le deuxième chapitre est un exposé sur les ciments, ajouts et argiles. Le troisième chapitre traite quelques caractéristiques des ciments. Dans le quatrième chapitre, une analyse de différentes séries de test passés par les ciments composés. A la fin une conclusion est formulée avec les principaux résultats.

Mots clés: Boue de barrage- traitement thermique- Activité pouzzolanique- ciment- mortier.

# ABSTRACT

The environment is constantly deteriorating. The cement plant engulf hectares of land of clay or limestone daily. In parallel, waste becomes increasingly important. The sludges from dams dredging, continues to reduce capacity of dams such as K'sob dam. After chemical and mineralogical study, sludge revealed the presence of kaolinite, illite and significant proportions of alumina and calcium oxide. This first observation encourages the incorporation of this waste next to the clinker for cement production.

This incorporation is not immediate. Heat treatment protocol is applied to the sludge to improve chemical activity of silica and alumina causing the increase of pozzolanic character.

Initial mixtures have been developed to select the best proportion. After the selection of the optimum mix using the characteristic strength, blended cements have passed the typical series of characterization: as the heat of hydration, the setting time without forgetting the chemical study. Portlandite produced and pozzolanic activity of the new additions has been studied to assess their pozzolanicities.

All these steps are written in this thesis into four chapters. The first one is a presentation of K'sob dam, the second chapter is a presentation on cements, additions and clays. The third chapter deals with some characteristics of cements. In the fourth chapter, an analysis of different test series passed by the blended cements. At the end a conclusion is formulated with the main results.

Keywords: Dredged sludge- Heat treatment- pozzolanic activity-cement- mortar.

# **INTRODUCTION**

Les premières civilisations ont cherché toujours la sécurité dans leurs habitats. En passant par les grottes et les maisons en bois, les Assyriens et les Babyloniens utilisaient l'argile et la pierre afin de baptiser des abris durables. Les Égyptiens construisaient les pyramides en découvrant le mortier de chaux et de gypse comme liant. Au fil du temps, les Grecs et les Romains ont mis au point un ciment permettant d'ériger des structures remarquablement durables. La recette consistait à mélanger de la chaux éteinte avec des pouzzolanes, lui permettant de prendre sous l'eau. En 1818, Louis Vicat, fut le premier au monde à fabriquer, de manière artificielle et contrôlée, des chaux hydrauliques.

Le ciment est un mélange constitué de calcaire et d'argile, chauffé à haute température (1450°C) dans un four en forme de tube, avant d'être refroidi brutalement. La matière extraite du four est dite « le clinker ». Il est broyé avec du sulfate de calcium, sous forme de gypse ou d'anhydrite, à raison de 3 à 5 %, c'est la formule classique du ciment dit Portland.

Tous les programmes d'investissement au monde, sont liés de près ou de loin au ciment. En Algérie, environ 70% de ces investissements, sont destinés entre autres à l'extension des infrastructures et la construction des logements. Le gouvernement prévoit durant le quinquennat 2015-2019 la construction de 1.6 million de logements. Mais aussi de reconstruire le plus vite possible les infrastructures laissées à l'abandon pendant de longues années : rues, voies ferrées, universités, hôpitaux et logements.

De plus, il est prévu la construction des hôpitaux, le rallongement de l'autoroute Est-Ouest, l'extension des aéroports et du métro et la réalisation de 2500 projets touristiques et pas moins de 1200 hôtels touristiques sont également inscrits en caractères gras sur la liste des priorités. La capitale se verra bientôt dotée d'un nouveau port nécessitant un investissement de 3 milliards de dollars.

Le Groupe industriel des ciments d'Algérie (GICA) qui compte 12 cimenteries, a alimenté le marché intérieur, par 12 millions de tonnes de ciment en 2015. A l'horizon 2017, le groupe compte augmenter sa production à près de 25.7 millions de tonnes, avec l'extension des capacités de production de six de ses cimenteries en exploitation et la réalisation prochaine de quatre nouvelles usines de ciments publics et de sept privées.

Cet essor dans ce secteur, demande en premier lieu de la prospection. De l'argile et du calcaire doivent être extraites en grandes quantités. Des montagnes seront détruites et des terres non renouvelables seront perdues. Cette production abusive du clinker est ralenti par l'ajout de matériaux secondaires, comme du laitier granulé de hauts fourneaux, de la cendre volante ou des pouzzolanes naturelles qui proviennent des roches volcaniques, ou artificielles obtenues par différentes méthodes, comme les argiles calcinées.

D'un autre côté, la population a cru de façon considérable, passant de 34 millions en 2005 à près de 41 millions en 2015. Cet accroissement de la population doit être suivi d'une satisfaction des besoins en eau. Les autorités construisent des barrages pour augmenter la disponibilité des ressources en eau, naturellement limitée et faire face à la forte irrégularité temporelle des précipitations.

De grands efforts sont déployés en Algérie dans la réalisation des barrages, mais malheureusement le pays figure parmi les plus négativement touchés par l'érosion et l'envasement. Des opérations de dragage sont périodiquement programmées.

En 2006, l'envasement des 57 grands barrages algériens, était de 45 millions de m<sup>3</sup>/année, ce qui représente une réduction de capacité de 0.65 % par année. Actuellement, 15 barrages sur les 72 existantes sont envasés.

La gestion des déchets est depuis quelques années, l'une des préoccupations des organismes publics. Le recyclage en les intégrant dans des matériaux de construction peut être une solution au problème ce qui a pour conséquence la réduction, voir même la suppression à long terme de la mise en décharge.

Afin que ces sédiments de dragage, soient absorbés, trois grandes filières peuvent relever le défi:

\*La valorisation : chaque fois qu'elle est possible, confère aux produits une valeur incontestable. Citons notamment les épandages, dont ceux en agriculture, la création de nouveaux espaces et terrains, la réhabilitation de sol de qualité insuffisante, ou encore la réutilisation en B.T.P et construction (remblais, digues, création d'agrégats de type céramique,...).

\*Le dépôt : il s'agit d'un procédé classique, soit le régilage (qui consiste à épandre les produits de dragage sur une bande de terre), soit la mise en dépôt sur des terrains retenus.

\*Les traitements : ils nécessitent une bonne connaissance de la composition physico-chimique des boues. Il existe plusieurs filières des « pré-traitements » (déshydratation, criblage, lessivage, séparation par densité, ...) aidant à réduire les volumes, les traitements biologiques (biocoulis, in-situ, phytoremédiation, bactérien,...) particulièrement adaptés pour la dégradation de la matière organique, les traitements chimiques (acides ou solvants organiques), thermiques (désorption, incinération, réduction, vitrification), ou encore, physiques (extraction électrique, flottation,...).

Dans la présente étude, on tentera dans un premier temps d'obtenir une pouzzolane artificielle à partir de la boue de dragage du barrage K'sob par l'intermédiaire d'un traitement thermique. La deuxième étape consiste dans l'incorporation de ces ajouts à côté d'un clinker (Lafarge Groupe-M'sila), pour déduire leurs effets sur les matériaux cimentaires (anhydre, pâte et mortier).

### ***Présentation de la thèse***

Cette thèse intitulée « Optimisation des ajouts à base d'argiles vaseuses et leurs effets sur les propriétés des matériaux cimentaires » est divisée en quatre chapitres.

\*Après une introduction générale où on a exposé les différents arguments, incitant à entamer cette étude, ainsi que l'objectif de notre étude ;

\*Le premier chapitre est consacré à la présentation du bassin versant du barrage K'sob (lithologie, géologie...), ainsi que les principales causes d'envasement en Algérie et les moyens de luttés contre cet ennemi silencieux, touchant la plupart des barrages au monde ;

\*Un deuxième chapitre relate sur les différents types de ciments et les ajouts les plus connues ainsi que leurs effets sur les matériaux cimentaires. Dans le deuxième volet de ce chapitre on a exposé les différents types d'argile et leur formation ainsi que l'effet de la calcination et leurs transformations en pouzzolanes artificielles.

\*Le troisième chapitre donne quelques informations sur le mécanisme d'hydratation des ciments, ainsi que d'autres caractéristiques telles que la durabilité, la rhéologie et la pouzzolanité.

\* Le quatrième chapitre expose les différents essais effectués ainsi que l'analyse des résultats.

\*En dernier, une conclusion générale citant l'aboutissement de nos travaux de recherches ainsi que les perspectives.

# **CHAPITRE I**

## **Barrage et envasement**

---

## I-1-Présentation du bassin versant du K'sob

Les limites naturelles de l'Algérie sont la Mer Méditerranée au nord (1200 Km de côte), le Maroc à l'ouest, la Tunisie et la Libye à l'est, la Mauritanie et le Sahara Occidental au Sud-Ouest et finalement le Mali et le Niger au sud.

Les distances y sont très grandes, environ 2000 Km de la côte méditerranéenne au massif du Hoggar et 1800 Km d'In Amenas à l'est jusqu'à Tindouf à l'ouest.

L'Algérie présente une très grande variété de contextes géologiques. Morphologiquement, quatre grands domaines se distinguent du nord au sud du pays (Figure I-1).

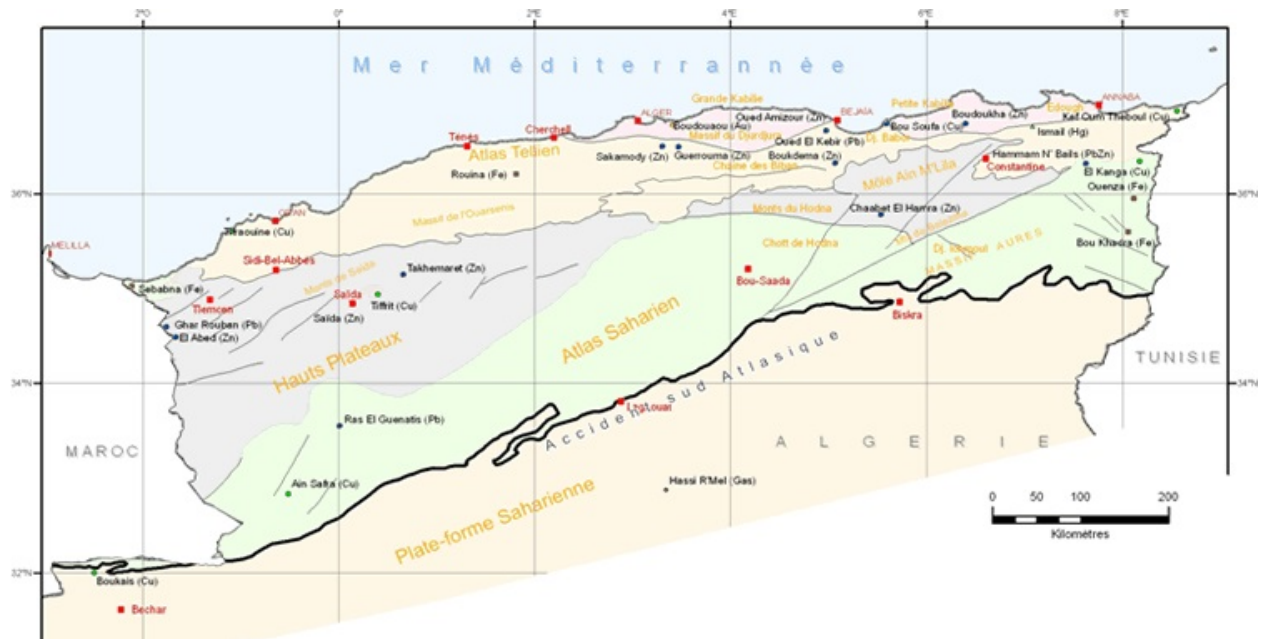


Fig.I.1. Carte de localisation des grands ensembles du Nord de l'Algérie.

\*les Hauts Plateaux ; à couverture sédimentaire réduite, où les processus locaux de distension ont permis la formation de bassins intramontagneux.

\*l'Atlas saharien, formant une longue suite de reliefs, orientés NE-SO, s'étendant de la frontière marocaine à celle de la Tunisie. Il est né d'un long sillon de subsidence, pincé entre les hauts plateaux et la Plate-forme Saharienne. Au Mésozoïque, ce sillon fut comblé par une puissante série sédimentaire (7000 à 9000 m).

\*le Sahara, qui recèle l'essentiel des ressources en hydrocarbures et un désert formé de grandes étendues de dunes (Erg Oriental et Erg Occidental), de plaines caillouteuses (regs) et parsemé d'oasis. Le massif des Eglab à l'Ouest et le massif du Hoggar à l'Est forment, pratiquement, la limite méridionale du Sahara algérien, frontière avec la Mauritanie, le Mali, le Niger et la Libye.

\*l'Atlas tellien (ou Tell), constitué de reliefs escarpés et de plaines littorales. C'est une zone complexe constituée de nappes mises en place au Miocène inférieur. Des bassins néogènes tardifs comme le Chélif et le Hodna se sont installés sur ces nappes.

Avant 1962, l'Algérie disposait de 12 barrages. A la fin de l'année 2016 l'Algérie prévoit de construire 32 nouveaux barrages hydrauliques, qui viendront s'ajouter aux 64 déjà en exploitation. Alors, l'Algérie disposera de 96 barrages hydrauliques pouvant mobiliser quelque 9 milliards de m<sup>3</sup> d'eau. En 2030, le total de 121 barrages seront exploités.

Dès 1996, l'Algérie a engagé une nouvelle politique de l'eau, à savoir la « Gestion intégrer des ressources en eau » pour garantir leur valorisation et durabilité. Ainsi le territoire algérien a été subdivisé en 5 grands bassins versants (Figure I-2).[1]



Fig.I.2. Les 5 bassins hydrographiques.

Parmi ces bassins le bassin Algérois-Hodna-Soummam, avec une superficie de 47588 Km<sup>2</sup>. Il est limité au Nord par la mer Méditerranée, à l'Est par le bassin Constantinois-Seybouse-Mellègue à l'Ouest par le bassin Chellif-Zahrez et enfin au Sud par le bassin du Sahara. Il s'étend sur 14 wilayas (6 en totalité et 8 partiellement).

Afin de collecter les eaux de pluie et concentrer les écoulements vers les cours d'eau, le bassin Hodna, situé au sud du bassin Algérois-Hodna-Soummam est un bassin endoréique de 25 843 Km<sup>2</sup> dont le chott El Hodna constitue son exutoire naturel. Les principaux oueds de ce bassin qui s'écoulent du nord vers le Chott sont : les oueds M'sila, K'sob, El Ham, Soubella, Barika et Bitam. Les oueds Boussaada et M'cif sont quant à eux les principaux oueds s'écoulant du sud vers le chott.

Le bassin versant du Hodna est le cinquième grand bassin de l'Algérie. Il est situé à 150Km à vol d'oiseau au sud de la côte méditerranéenne (Golf de Bejaïa). L'altitude des sommets des monts du Hodna diminuant d'Est en Ouest oscille entre 1900 et 1000 m, tandis qu'au Sud quelques sommets situés dans l'atlas saharien atteignent 1200 m. La situation du bassin du Hodna est située entre deux séries de montagnes au nord et au sud, organisent le bassin autour d'une cuvette fermée presque plate à 400 m d'altitude et reçoit l'écoulement des eaux superficielles de la région [2].

Le bassin versant du barrage K'sob, s'étale sur une superficie de 1460 Km<sup>2</sup> avec un périmètre d'environ 180 Km. Il appartient au grand bassin versant du chott Hodna dont il occupe 41% de la surface (Tableau I-1). Le coefficient de Graveleuse de ce bassin versant est 1.26 ce qui indique une forme allongée (Figure I-3).

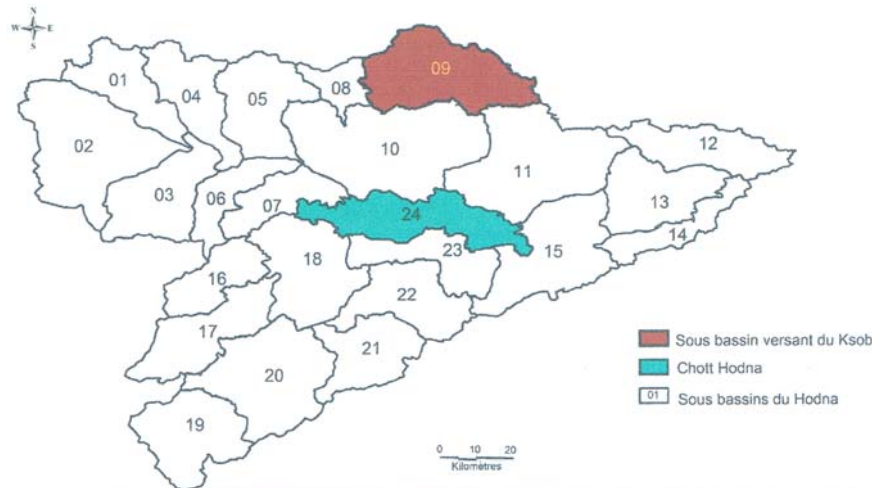


Fig.I.3. Situation géographique du bassin versant du K'sob.

Le tableau suivant résume les caractéristiques principales du bassin versant du K'sob.

Tableau I.1. Quelques caractéristiques morpho-métriques du B.V du K'sob.

Caractéristiques morpho métriques	Résultats	Unité	Observation
Surface	1460	Km <sup>2</sup>	
Périmètre	180	Km	
Altitude moyenne	1070	m	
Indice de Graveleuses	1.26		Forme allongée
Indice de pente globale	0.012	m/Km	Relief modéré
Pente moyenne	15.8	m/Km	
Capacité initiale	11.6	hm <sup>3</sup>	
Surface de plan d'eau	121	Ha	
Altitude max de retenu	590	m	
Hauteur max	46	m	
Superficie du B V	1460	Km <sup>2</sup>	
Envasement moyen annuel	0.800	hm <sup>3</sup> /an	
Volume de vase existante	15	hm <sup>3</sup>	
Hauteur de l'envasement actuel	27	m	

### I-1-1- Caractéristique géologique et lithologique du bassin versant du K'sob [3]

Le flanc Sud des monts du hodna (djebel Gourin. Maadid, Sidi Sahab. Guedil) sont des anticlinaux à un fort pendage. Les vastes chevrons que l'érosion a sculptée dans les couches sénoniennes ou cénomaniennes, sont souvent recouverts de petites écailles de calcaire éocène et doublés, au-delà de l'étroite gouttière creusée dans les dépôts oligocènes, par une barre plus ou moins continue des grès burdigaliens redressés.

Dans la montagne (Djebel) de Maadid on remarque des séries récentes de crétacé supérieur et d'éocène inférieur et moyen (Figure I-4). La discordance apparaît après le sénonien dont les couches terminal ont été érodées par un éocène transgressif.

Plus loin, Djebel Mzaïta a aussi une formation très variée et alternée de calcaires et de marnes en plusieurs unités de taille variable. Ces calcaires marneux affleurent largement l'Est du Mzaïta.

Les formations gréseuses occupent 1/3 du bassin versant, la série exclusivement gréseuse occupe une surface très réduite se limitant à un affleurement au sud du djebel Morissane. Les séries à l'alternance de grès et d'argile, de grès et de marne s'étendant sur des surfaces

relativement importantes, la première occupe le nord -est du bassin en un ensemble continu; Elle présente à sa base une assise argileuse surmontée de grès grossiers alternant avec des argiles noires. La seconde affleure en plusieurs endroits discontinus notamment au sud –ouest.

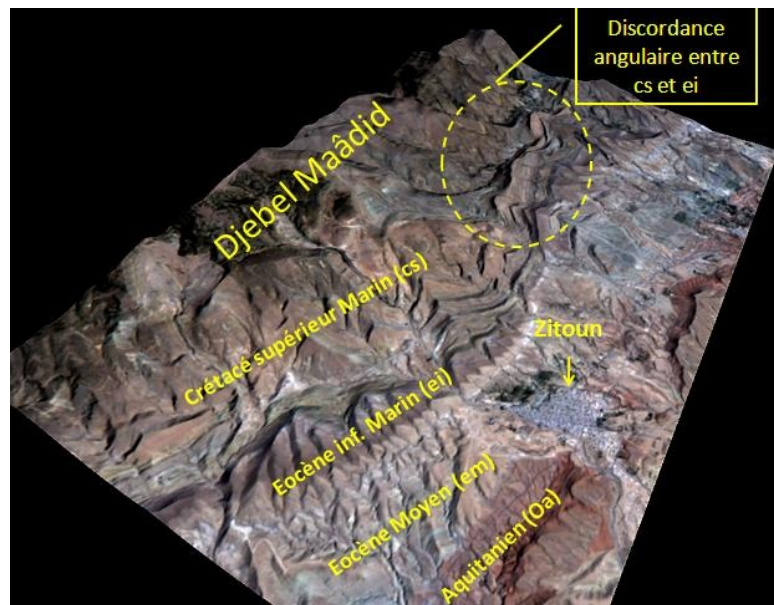


Fig.I.4. Vue en 3D de l'image Alsat-2A montrant la discordance angulaire de la montagne de Maadid[4].

Cette longue muraille de montagnes est profondément sillonnée par les rivières qui descendent dans le Hodna. Les plus importantes la traversent : L'oued Lougman supérieur grâce à une dépression transversale et l'oued El K'sob qui a la faveur d'un abaissement d'axe entre les deux montagnes Gourîn et Maadid.

L'Est de la rivière El K'sob, est dominé par des collines plus élevées, faites de dépôts continentaux mio-pliocènes et parfois, à la base, de sédiments marins du Burdigalien. Ces terrains plongent dans l'ensemble vers le centre de la cuvette. Les bancs plus résistants sont formés de grès et de conglomérat forment de petits reliefs monoclinaux (Koudiat) au-dessus des assises marneuses et argileuses.

A l'Ouest on constate une série de plans de diversément inclinés vers l'aval et découpés en lanières ; ils descendent des flancs calcaires (Eocène) de la montagne jusque dans les environs de M'sila où ils disparaissent. Ils nivellent les marnes burdigaliennes et la série miopliocène dont les couches plongent nettement vers le Sud ; à l'amont les grès durs du burdigalien ont seuls échappés au nivellement et une partie des cailloux a comblé la dépression oligocène (figure I-5).

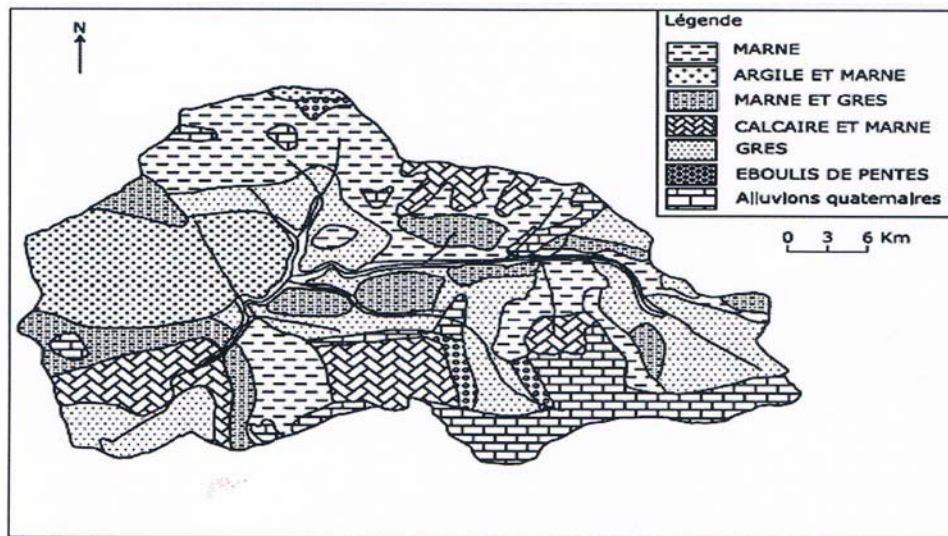


Fig.I.5. La carte lithologique du bassin versant du k'sob.

### I-1-2-Le climat du bassin versant du K'sob

Les paramètres climatiques d'un bassin versant sont les éléments les plus déterminants de l'écoulement. Les précipitations sont le facteur principal qui influence directement l'écoulement, pour le bassin versant du K'sob, la pluviométrie moyenne inter-annuelle est de l'ordre de 363 mm. Pour la pluie journalière maximale inter-annuelle, elle est de l'ordre de 36.3 mm.

La température est un facteur très important, qui conditionne les phénomènes et les paramètres du bilan hydrologique en particulier. La saison chaude s'étend de mai à octobre, avec un maximum en juillet, qui atteint la valeur 34.7°C, alors que la saison froide correspond de novembre et avril avec un minimum en janvier de 1.7°C.

La diminution du Nord vers le Sud des températures pour le bassin de l'oued K'sob est liée essentiellement à l'altitude, mais aussi à cause de l'effet de la continentalité dans la région des hautes plaines.

### I-2-Présentation de El-Oued et du barrage K'sob

M'sila est la 28<sup>ème</sup> Wilaya de l'Algérie, elle s'étale sur une superficie de 18175Km<sup>2</sup>, avec plus d'un million d'habitants. Elle s'éloigne de la capitale Alger de 248Km, avec un climat semi-aride et de vocation agro-pastoral. Fondée en 935 la wilaya contient des gisements de calcaire et d'argile et dispose d'un grand réservoir de sable quartzueux dunaire. L'utilisation de ce sable est élargie à la production du plâtre, céramique ainsi que le ciment.

Le Barrage K'sob est situé à « HAMMAN » entre les monts de Kef El Ouerad et Djebel El Groun à 15 Km au nord de la ville de M'sila sur la route nationale en direction vers la Wilaya de Bordj Bou Arreridj. Il fut construit à cet endroit sur l'oued K'sob entre les années 1934 et 1940 permettant l'irrigation du périmètre agricole de la Commune de M'Sila (Figure I-6).

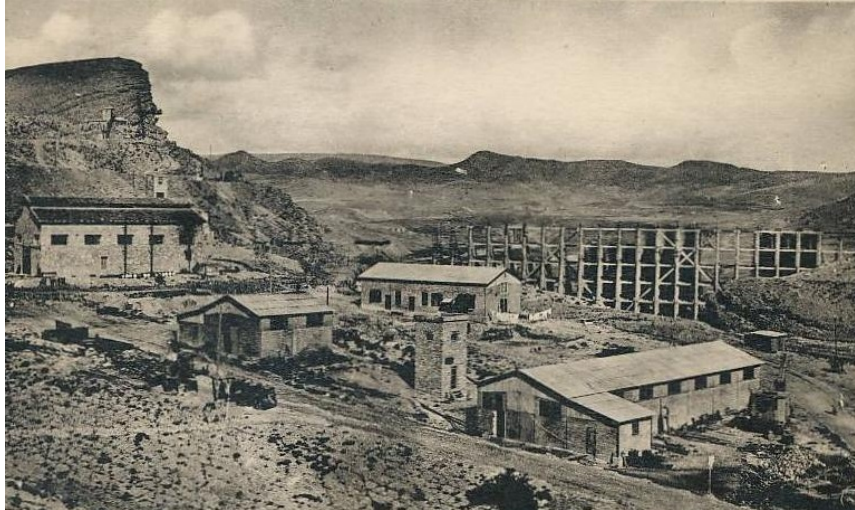


Fig.I.6. Vue sur le barrage K'sob lors de sa construction.

Le K'sob est le plus tellien des rivières du Hodna ; son bassin versant s'étend jusqu'à Medjez, station située à environ 8 Km. Il pénètre dans la Medjana après avoir franchi des collines éocènes et miocènes. Son affluent, la rivière Oussedjit-Rhedir, né entre 1700 et 1750 mètres sur le versant Nord de la montagne Sidi Sahab, traverse le bassin synclinal de Bordj Ghedir, puis une zone de collines burdigaliennes avant de se jeter dans le K'sob. Celui-ci, après le confluent, prend une direction Sud-Ouest et contourne le djebel Maadid dans une vallée encaissée qu'il élargit de ses méandres [3].

Le barrage assurait dans les années 70 l'irrigation de 13000 hectares de terres agricoles, unique à l'échelle de la wilaya, ce barrage n'arrose plus aujourd'hui que 4840 hectares du fait de son envasement avancé.

### I-3-Principaux causes d'envasement en Algérie

#### 3-1-Eutrophisation des retenues de barrages

L'eutrophisation est une forte concentration d'éléments essentiels pour la nutrition des plantes (azote ,phosphore... ) dans les eaux des lacs et barrages, ce qui conduit à la croissance des algues et son impact sur la vie aquatique. L'eutrophisation se produit habituellement dans les mers peu profondes et des lacs artificiels étroits, des barrages et des lacs lorsqu'ils sont exposés à la pollution.

L'impact négatif de ce phénomène dans les eaux de lacs peu profonds et des lacs artificiels étroits et des barrages, est la croissance excessive des plantes aquatiques et des algues, engendre une dégradation de l'environnement et une réduction de la qualité des eaux.

Les rivières d'Algérie sont devenues de véritables dépotoirs, en ce sens avec l'aide des ruissellements, l'érosion et la percolation, ils charrient toutes sortes de rejets liquides et solides (rejets d'eaux résiduaires urbaines, industriels , dépôt atmosphérique d'azote provenant de l'élevage animal et des gaz de combustion , la présence de zones agricoles fertilisées, industries des détergents et la présence de phosphore, ...)[5].

Certaines algues (cyanophycées) (Figure I-7) excrètent des toxines qui rendent la vie aquatique difficile notamment dans les eaux dormantes (lacs et étangs) ou à faible vitesse

d'écoulement[6]. Ces cyanotoxines sont responsables d'intoxications humaines et animales, parfois mortelles, par exemple au barrage Mexa les teneurs de microcystines-LR intracellulaires n'excèdent pas les valeurs de  $0.77\mu\text{g/l}$ . Ce qui n'est pas alarmant, mais sa nécessite la mise en place de programmes de surveillance [7] . Par contre, les eaux du barrage Hammam Boughrara riches en éléments nutritifs comme le phosphore donnent naissance à une prolifération de certaines algues entraînant la diminution de l'oxygène et la transparence des eaux [8].

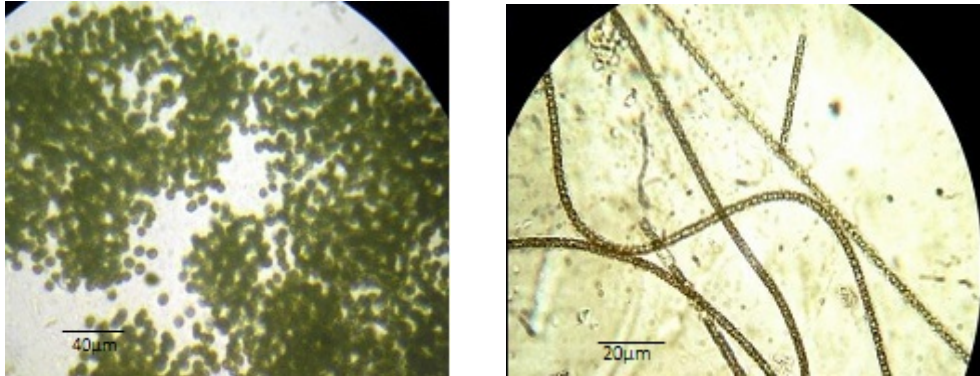


Fig.I.7. Photomicrographie des cyanobactéries observées au barrage Mexa, Algérie.

### 3-2-Erosion éolienne

Le déplacement des particules du sol (figure I-8) est lié à la direction, la vitesse et la durée du vent. Un vent ne peut soulever des particules de sable que lorsque sa vitesse, mesurée avec un anémomètre à 30 cm au-dessus du sol, atteint ou dépasse 6 m par seconde.

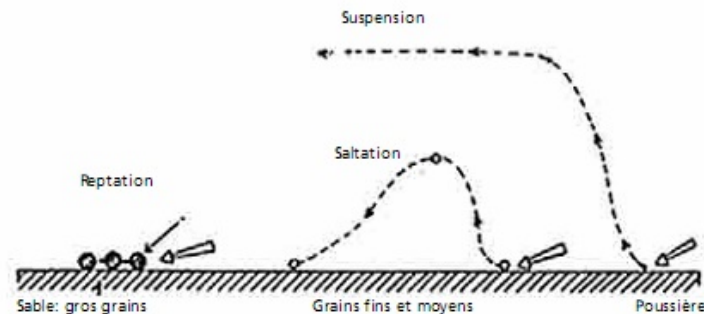


Fig.I.8.différents modes d'entrainement des particules par le vent.

La taille et la densité des particules de sable est un autre facteur. Les particules dont le diamètre avoisine les 5 microns sont projetées dans l'air sous forme de poussière. Les particules du sol de dimension moyenne (de 0.5 à 1.1 mm de diamètre) avancent par bonds successifs, selon un mécanisme appelé saltation. Tandis que les plus grosses particules roulent ou glissent à ras de terre; c'est le phénomène de reptation[9].

En milieu désertique la fourchette de taille 40-80µm est particulièrement favorable à cette mise en suspension immédiate. On estime à 260 Mt la masse de poussière mobilisée chaque année au sahara [10].

### 3-3-Erosion hydrique

L'abrasion de la croute terrestre par les courants d'eaux, le transport et le dépôt des sédiments sont les trois étapes d'une érosion hydrique. L'impact de cette érosion, n'est pas limité

par les zones à moyennes ou grandes précipitations, mais il aille au-delà des régions désertiques, avec des pluies soudaines et torrentielles.

Pour le bassin de la rivière El Ham, les trois mois de septembre, avril et juin contribuent chacun de 18% environ de la dégradation annuelle du sol. La tendance même est remarquée à l'échelle saisonnière pour les deux saisons automne et printemps. L'apport liquide pose un problème d'inondation et l'apport solide se dépose en élevant la cote du terrain. La perte en sol de tout le bassin de la rivière El Ham a contribué à l'élévation de la cote du chott Hodna de 20 cm en moyenne [2].

L'érosion hydrique est un phénomène naturel, dont l'intensité varie en fonction des précipitations et de la force du courant, mais aussi de la nature du sol, la cohésion des agrégats, la pente et du drainage du terrain. Ceci est accentué en climat agressif avec alternance de sécheresse et d'années humides et des pluies d'automne dévastatrices pour les sols [11].

Par l'action de l'eau, des sédiments sont amenés vers les cours d'eau, où ils sont transportés vers de longues distances, en fonction du débit du cours d'eau et de la grosseur des particules. Les sédiments grossiers sont déposés rapidement, signalons par exemple le cas de la rivière Isser, où des volumes importants de sédiments à granulométrie grossières provoquent le comblement de la retenue du barrage de Béni Amrane situé sur cette rivière à l'aval de la station de Lakhdaria[12], alors que les sédiments fins peuvent demeurer en suspension dans l'eau à très longues distances.

La sédimentation survient lorsque l'énergie dans le cours d'eau n'est plus suffisante pour transporter les sédiments. Une accumulation se produit alors dans le lit du cours d'eau, formant parfois des dépôts importants.

Les grandes exportations sont liées aux ruissellements où les conditions optimales sont réunies (pluies abondantes et relativement intenses, sol nu, croûte de battance). Ces ruissellements qui génèrent beaucoup de griffes et de rigoles surtout sur les sols argileux, sont à l'origine de dégradations spectaculaires, marquant souvent le paysage pour plusieurs années. Le ruissellement maximal dépasse les 30 % et peut atteindre 80 % sur sol nu et tassé, ce qui explique l'importance du ravinement et de l'envasement des barrages [13].

En Algérie, le taux d'érosion dépasse  $2000t/Km^2$  par année sur la plupart des bassins versants de l'Atlas Télien. Il atteint  $4000t/Km^2$  par année sur la chaîne côtière de Dahra et peuvent atteindre comme pour le cas de l'Oued Agrioun en Algérie 7200 tonnes par  $Km^2$  par année.

Des quantités considérables de sédiments, sont transportées par les cours d'eau algériens pendant les crues. Variant de 50 à 150 g/l, avec des valeurs maximales dépassant même 500 et 600 g/l puisque des valeurs de 650 g/l ont été enregistrées sur certaines rivières [14].

### 3-4- Défrichement et désertification

Le problème de désertification est important, en particulier dans les régions aride, semi-aride, ou même subhumide. L'importance de ce problème c'est accéléré, en particulier dans les deux dernières décennies.

Il existe quatre niveaux de désertification, légère, moyenne, grave et très grave (Figure I-9). Le premier niveau, transforme l'aspect qualitatif et quantitatif de la végétation et du sol. La

désertification moyenne, engendre une érosion légère du sol ainsi qu'une petite diminution de la couverture végétale. La désertification grave, génère une plus grande érosion et une grosse baisse de la productivité végétale. Le quatrième niveau, provoque des terres arides, dépourvue d'une capacité végétale et se transforme en dunes de sable ou en terrains rocheux ou salés.

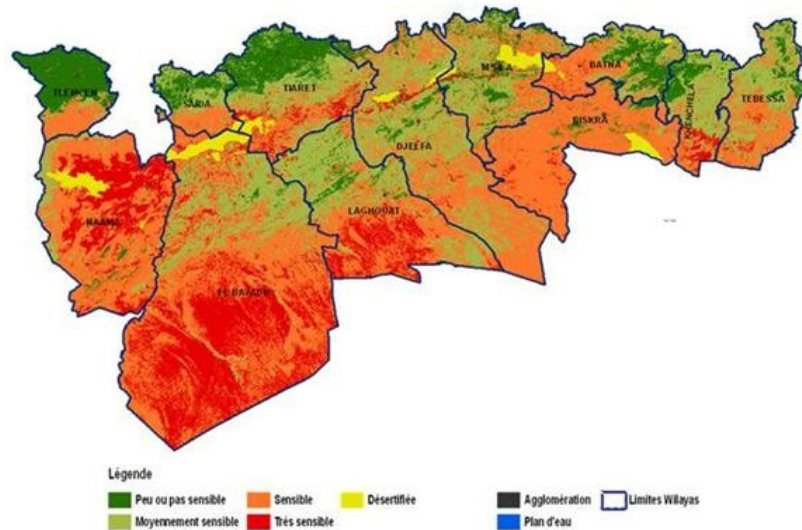


Fig.I.9.Niveaux de désertification de quelque wilaya.

Les régions steppiques (Figure I-10) constituent un tampon entre l'Algérie côtière et l'Algérie saharienne dont elles limitent les influences climatiques négatives sur la première.

Les steppes algériennes sont dominées par 4 grands types de formations végétales: les steppes graminéennes à base d'alfa et de sparte, constituant des parcours médiocres et les steppes chamaephytiques à base d'armoïse blanche dont les valeurs pastorales sont très appréciables et de Hamada scoparia localisées sur les regs. Les formations azonales sont représentées par les espèces psammophiles et les espèces halophiles de bonnes valeurs fourragères.

Les sols sont caractérisés par la présence d'accumulation calcaire, avec une faible teneur en matière organique. Les ressources hydriques sont faibles, peu renouvelables, inégalement réparties et anarchiquement exploitées. Les points d'eau sont au nombre de 6500 dont plus de 50% ne sont plus fonctionnels [15].



Fig.I.10.Délimitation des steppes algérienne.

Les steppes algériennes, connaissent une dégradation de plus en plus intensifiée de toutes les composantes (couvert végétale, flore, ...).

La végétation en place enregistre une dégradation accélérée, avec une disparition presque complète de l'arnoise blanche et un rétrécissement drastique des habitats à alfa et à sparte. L'offre fourragère n'arrive plus à satisfaire les besoins d'un cheptel en constante progression [16]. Cette dégradation des terres et la désertification, se traduit par la réduction du potentiel biologique et la rupture des équilibres écologiques et socio-économiques.

### 3-5-Le surpâturage

Sur 32 millions d'hectares de pacages et parcours, 20 millions sont situés en zones steppiques, presque la totalité des éleveurs ne dispose pas de terres afin d'alimenter leurs troupeaux. Devant cette situation, ils se tournent vers les forêts et les steppes. Ses parcours se sont fortement dégradés et la production fourragère est équivalente à environ 1/3 de ce qu'elle était en 1968. La charge pastorale potentielle serait d'environ 8 ha/1 eq-ovin, donc 10 fois supérieure à la charge réelle des parcours [17]. L'espèce ovine et caprine sont les premières ennemies de l'écosystème végétales, ils coupent les jeunes arbres et parfois en les déracinant, compromettant ainsi leurs croissances.

Dans son état actuel, la steppe ne peut supporter cet état, compte tenu de ses possibilités de régénération naturelle. 4 millions de têtes d'ovins, alors que le troupeau dépasse largement les 10 millions de têtes (Tableau I-2) [18], donnent lieu à un surpâturage intense. Un maintien trop prolongé du troupeau sur les aires pâturées, prélevant une quantité de végétation largement supérieure à la production annuelle, induit la détérioration des caractéristiques du sol et sa fertilité, allant souvent jusqu'à sa stérilisation et la régression de la productivité végétale.

**Tableau I.2. Evolution du cheptel (en milliers de têtes). [18]**

Années	Espèce ovine	Espèce bovine	Espèce caprine	Espèce cameline
1970	7786	885	2581	184
1980	13370	1363	2723	149
1990	17697	1393	2472	122
2000	17615	1595	3026	234
2008	20000	1650	3800	295

### 3-6-La salinisation

L'accumulation ou l'excès de sel sur la surface du sol dans les zones arides ou semi-arides devient plus fréquent. Ceci est due aux remontées capillaires des eaux d'une nappe phréatique salée et peu profonde, ainsi qu'à l'évaporation. C'est le phénomène le plus fréquent autour de la méditerranée. Ce risque est grave, mais des possibilités de restauration des sols, existent. La maîtrise du couple « irrigation / drainage » est un élément clé de toute solution [19,20].

Les sels remontent à l'aide de l'approvisionnement en eau d'irrigation. Il constitue l'un des facteurs déterminants dans la production agricole. Pour les régions tempérées, les eaux superficielles constituent la principale source d'eau d'irrigation, alors que dans les zones semi-arides, où cette ressource est rare ou inexistante, on fait appel aux eaux souterraines.

C'est ainsi que depuis une cinquantaine d'années, de grands périmètres ont été construits en Algérie pour combler le déficit en eaux des cultures. Cependant, ces pratiques d'irrigation à grande échelle ont modifiée le fonctionnement des sols et accru le risque de salinisation. En Algérie, plus de 20 % des sols sont concernés par le problème de salinité. Ils deviennent plus

agressifs pour les constructions métalliques ou en béton, d'où l'utilisation des ciments résistants aux sulfates, ainsi qu'une élaboration d'un système rigoureux de drainage.

#### I-4-Moyennes de lutte contre l'envasement

Lutter contre la nature c'est difficile. Pour se battre contre l'envasement c'est extrêmement délicat et sa demande la concertation de l'ensemble de la communauté. Tous les spécialistes s'accordent à dire que les pays du Maghreb connaîtront des problèmes aigus d'eau d'ici 2025. Alors, il faut dès maintenant envisager des stratégies et des techniques, afin de préserver nos barrages de l'envasement et menée des campagnes de sensibilisation à tous les niveaux.

L'envasement ou l'ennemi silencieux est devenu une préoccupation majeure pour les autorités nationales et pour cause, 14 à 15 barrages sont en phase critique. Le barrage K'sob a atteint un niveau avancé d'envasement ce qui nécessite sa réhabilitation. Une opération de dragage a été lancée en 2001, elle s'est limitée à 17 mètres sur les 37 mètres prévus à l'aide d'une drague. Cette opération a permis l'extraction de 4 millions de mètre cube de vase. L'ANBT (Agence Nationale des Barrages et Transferts) compte lancer une autre opération de dragage durant 2015-2019 afin d'extraire un volume supplémentaire de 3 millions de mètre cube, mais cette opération est coûteuse. D'autres techniques plus efficaces et plusieurs solutions sont proposées :

##### 4-1-Obstacles immergés

Cette technique consiste à l'emplacement des obstacles émergés dans le cours d'eau principal à l'amont d'un barrage. La disposition des obstacles en forme de chicane avec l'effet des tourbillons, crée par ces derniers, environ 69% des sédiments fins drainés sont déposés de part et d'autres des obstacles [21] (Figure I-11).

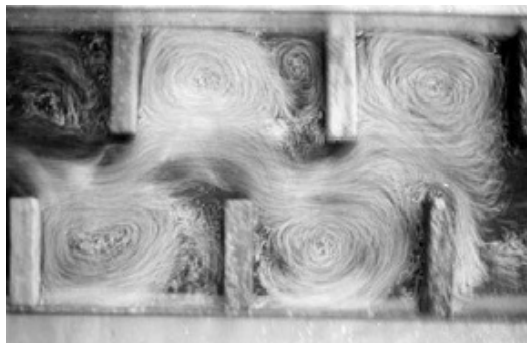


Fig.I.11.Disposition des obstacles en chicane.[21]

##### 4-2- Le soutirage

C'est la technique la plus simple et la moins coûteuse. Elle consiste à l'ouverture périodique des vannes de fond et des vannettes de dévasement et l'évacuation des sédiments par courant de densité (Figure I-12). Le rendement de cette technique peut atteindre 70 % des apports solides totaux entrants dans la retenue, c'est-à-dire que la durée de vie de l'ouvrage sera augmentée d'un tiers. Par exemple durant l'année 1991-1992 la vase évacuée était de  $0,14 \times 10^6 \text{ m}^3$ , par rapport à un volume d'eau perdue de  $3,4 \times 10^6 \text{ m}^3$  (Tableau I-3) [22].

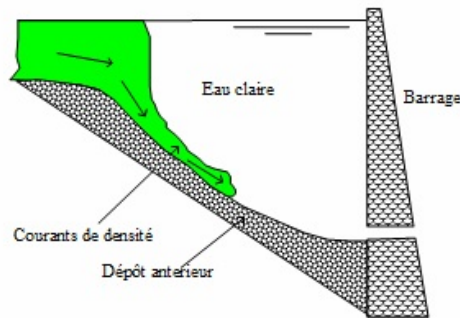


Fig.I.12. Propagation du courant de densité.

Tableau I.3. Rapport entre l'eau et les sédiments évacués par les vannes de fond.[22]

Barrage	Rapport eau / sédiments évacués par les vannes de fond
K'sob	4 à 10
Ghrib	4 à 10
Beni Amrane	20 à 50
Ighil Emda	10 à 21
Erraguene	3 à 8
Oued El Foudda	4 à 10

#### 4-3- barrage de chasse

C'est un barrage placé à l'amont du barrage à protéger contre l'envasement. Signifiant la création d'ondes de crues artificielles provenant d'un réservoir. Cette technique peut augmenter considérablement l'efficacité de l'évacuation des sédiments fins par les pertuis de vidange.

#### 4-4- La surélévation des digues

Cette technique a été réalisée sur cinq barrages: Fergoug, Mefiouch, Bakhada, K'sob, Zardézas. Elle consiste à augmenter la hauteur de la digue d'une taille variable, permettant la constitution d'une réserve complémentaire pour compenser la perte du volume occupée par la vase [23].

#### 4-5-Extraction par siphonnement

L'ingénieur Jandin a développé et utilisé cette méthode entre 1892 et 1894, pour évacuer des sédiments avec un siphon à travers le barrage de Djidiowia en Algérie, ainsi  $1,4 \times 10^6$  m<sup>3</sup> de limons et d'argile ont été évacués en trois ans.

L'appareil de Jandin se composait d'un tuyau flexible d'un diamètre de 61 cm, avec une capacité d'évacuation de 1,53 m<sup>3</sup>/s dans des conditions normales d'opération. A partir d'une ouverture dans le bas du barrage, il était relié à des pontons flottants en tôle, ce qui permettait de déplacer le tuyau dans la retenue dans un rayon d'environ 1.6 Km.

Hannoyer, a développé une nouvelle méthode basée sur le principe de "l'hydro-aspirateur" proposé par Jandin, 80 ans auparavant (Figure I-13). Un tuyau flexible est relié à la vidange de fond. Le tuyau est amovible afin de créer une charge pour évacuer les sédiments. Il n'y a pas besoin de pompe. Le tuyau peut avoir une longueur de plus de 2 Km et il est attaché à des flotteurs afin de rester au-dessus de la surface de la vase [24].

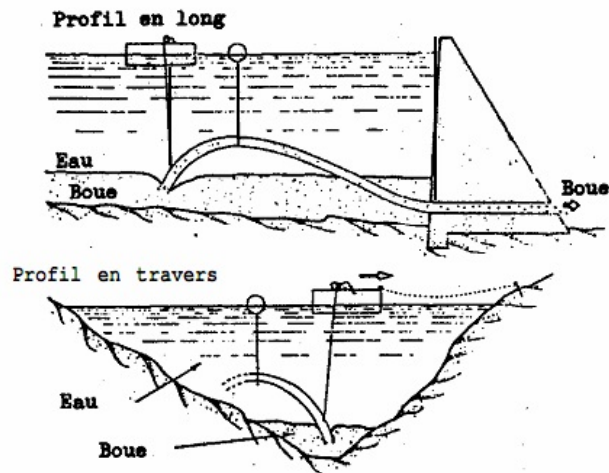


Fig.I.13. Schéma d'installation du siphon évacuateur.

#### 4-6-Les banquettes végétales

L'érosion par l'eau constitue un grave processus de dégradation du sol. Elle attaque en général non seulement la matière organique, mais aussi elle entraîne une forte proportion d'humus, d'argile et d'éléments fins.

Afin de contrôler l'érosion hydrique, le système des banquettes de diversion ou d'infiltration, est fréquemment utilisé. En Algérie, les banquettes à fond plat élargies, sont très répandues [25].

Comme exemple l'aménagement d'un hectare de banquettes, coûtait entre 1 300 à 2 200 euros en 2003. Considérée comme une technique sûre qui a fait ses preuves aux Etats-Unis, la banquette n'a pas fait l'objet de recherche d'adaptation locale. Or, les deux tiers des aménagements ont été réalisés sur roche tendre argileuse, les autres sur des pentes de 3 à 25 % [26].

#### 4-7-La conservation des sols

Comme moyen de minimiser la pénétration de matériaux solides dans une retenue, deux méthodes de conservation des sols, sont utilisées pour freiner l'érosion :

- \* L'implantation de structures anti-érosion.
- \* L'aménagement des bassins versants et des cours d'eau.

La correction torrentielle dans la gorge du torrent est parmi les aménagements des bassins versants. Elle consiste au traitement des ravines à l'aide d'obstacle en pierres sèches pour stocker les sédiments générés par le ruissellement, ainsi diminuer la pente vers les retenues des eaux.

La figure I-14 fournit un exemple de seuil de sédimentation en gabions et en pierres sèches, en vue de réduire la torrencialité du réseau hydrographique.



Fig.I.14.Seuil de sédimentation en gabions et en pierres sèches.

#### 4-8-Le reboisement

Selon la direction des forêts une superficie de 1.25 millions d'hectares, sera reboisée d'ici 2020, afin de protéger les ressources naturelles. Ceci permet d'élever le taux de boisement de 11% à 13%. Ce projet est divisé en trois catégories [27];

*\*Reboisement industriel :* il consiste à la plantation destiné essentiellement à la production ligneuse à l'Est du pays où la pluviométrie est favorable.

*\*Reboisement de protection et brise vent :* vise la protection des sols contre la dégradation. Il sera localisé aussi bien au Nord (protection des bassins versants) qu'au Sud (lutte contre la désertification). L'implantation des brises vents, sera menée dans les régions steppiques et sahariennes afin de limiter les contraintes de l'ensablement.

*\*Reboisement d'agrément :* pour ce genre une superficie de 10 ha par commune est retenue, afin de créer des espaces de détente pour la population malgré qu'elle soit en dessous des normes admises.

**CHAPITRE II**  
**Généralités**  
**sur les ciments**  
**et les argiles**

---

**Introduction**

En 2600av. J-C, les Egyptiens utilisaient un mélange de chaux, d'argile, de sable et d'eau dans les constructions où on trouve des traces à Khéops. Les romains ajoutaient la terre de pouzzole découverte au début de notre ère, au mortier ce qui lui permettait de faire prise sous l'eau.

Louis Vicat, profite d'une période d'inactivité pour faire des expériences sur les roches calcaires, il sut ainsi fabriquer artificiellement et de façon contrôlée des chaux hydrauliques. C'était en 1818, après plus de cinq années de contrôle des résultats et d'expériences.

D'un autre côté, la Société hollandaise des sciences, avait offert une récompense à qui pourrait répondre à la question suivante : « *Quelle est la cause chimique en vertu de laquelle la chaux de pierre fait en général une maçonnerie plus solide et plus durable que la chaux de coquille et quels sont les moyens de corriger la chaux de coquille ?* » [28], John, un chimiste berlinois, remporta le prix et fut publiée en 1819. Ces deux personnalité, ingénieur et chimiste, n'ont pas déposer de brevet. En 1824, John Aspdin (briquetier à leeds), pris le brevet d'un ciment qu'il qualifia de « ciment Portland ».

En 1900, la production totale mondiale de ciment était d'environ 10 millions de tonnes. Elle est passée à 1.6 milliards de tonnes, en 1998. Supposons qu'en moyenne, 250 kg de ciment sont utilisés pour produire 1m<sup>3</sup> de béton, en 1900 seulement 40 millions de m<sup>3</sup> de béton ont été utilisés, alors qu'en 1997, la quantité produite était d'environ 6,4 milliards de m<sup>3</sup>.

Vers la seconde moitié du 20<sup>ème</sup> siècle la consommation de ciment a commencée à augmenter à un rythme très rapide (figure II-1) [29].

Après la deuxième guerre mondiale, l'Europe et le Japon étaient dévastés en termes d'infrastructures. Après ces années, en période de paix, la forte urbanisation et l'augmentation du niveau de vie accroît la consommation du taux de ciment dans de nombreux pays.

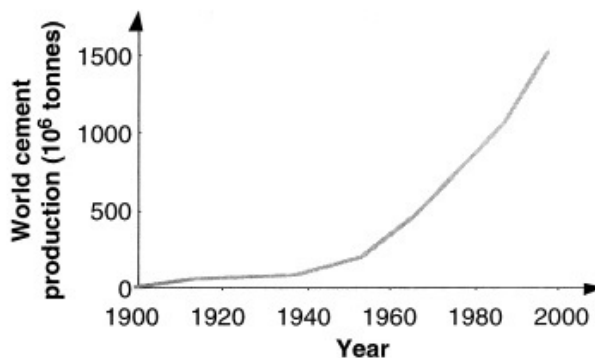


Fig. II.1. La production du ciment pendant le 20<sup>ème</sup> siècle.[29]

Aujourd'hui, le ciment est le deuxième produit de consommation courante dans le monde après l'eau et ne cesse d'augmenter. Ce liant hydraulique permet de coller entre eux les grains de sable et les granulats. Ils existent différents types de ciment avec ou sans addition.

### II-1-Le ciment portland artificiel (CEM I)

C'est le produit résultant de la mouture de clinker (tableau II-1), obtenu par la cuisson, dans des conditions de durée et de température suffisantes, d'un mélange soigneusement homogénéisé et dosé, dont les principaux constituants sont : La silice, l'alumine, l'oxyde de fer et la chaux [30].

**Tableau II.1. Exemple de composition chimique d'un clinker.[30]**

Oxydes	Pourcentage	Marge d'erreur
Perte au feu	1.08	± 0.05
SiO <sub>2</sub>	21.1	± 0.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.11	± 0.05
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.31	± 0.05
TiO <sub>2</sub>	0.21	± 0.01
MnO	0.04	± 0.01
CaO	65.5	± 0.2
MgO	1.31	± 0.03
SO <sub>3</sub>	0.93	± 0.02
K <sub>2</sub> O	1.02	± 0.02
Na <sub>2</sub> O	0.21	± 0.02
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.04	± 0.01
SrO	0.08	± 0.01

### II-2-Le ciment portland composé (CEM II)

Les ciments portland composés contiennent au moins 65% de clinker, 5% de constituant secondaires généralement un sulfate de calcium (gypse ou anhydrite), et des ajouts avec un pourcentage allant jusqu'à 30% (Tableau II-2).

**Tableau II.2. Les constituants et les additions du ciment. [30]**

Ciment Portland		Les additions			
Clinker	Régulateur de prise	Hydraulique	Pouzzolane	Inerte	Additifs
	Gypse Anhydrite	Laitier de haut fourneau Cendres volantes de lignite	Cendres volantes Argile calcinée Fumée de silice	Filler calcaire ou siliceux	Agent de broyage Adjuvants

La fabrication de ciment à teneur réduite en clinker, implique l'utilisation des composants minéraux peu coûteux, permettant d'économiser le combustible énergétique lors de la fabrication et de limiter ainsi l'émission de gaz carbonique dans l'atmosphère environnante. La nature et la quantité des ajouts minéraux peuvent modifier les processus chimiques, physiques, mécaniques, pouzzolaniques, de même, les propriétés de durabilité.

#### 2-1-Les ajouts

La fabrication de ciment est très coûteuse. Impliquant l'utilisation d'ajouts minéraux peu coûteux, ce qui permet d'économiser le combustible énergétique lors de la fabrication et limiter au maximum l'émission de gaz carbonique CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère environnante aux usines.

La production d'un ciment à faible teneur en clinker requiert une étude des différents composants entrant dans la composition des ciments. Ainsi, la nature et la quantité des ajouts

minéraux peuvent modifier les caractéristiques chimiques et physiques du liant. Ces ajouts entrent dans la composition du ciment dans une proportion excédant 5% en masse.

### 2-1-1-Laitier granulé des hauts fourneaux

C'est un résidu minéral (Figure II-2) de la préparation de la fonte dans les hauts fourneaux à partir du minerai et du coke métallurgique. C'est un matériau non-ferreux, formé en majeure partie par des silicates et aluminosilicates de calcium. Il sort du trou de coulée à une température de l'ordre de 1500°C.

Figé par refroidissement brusque, ce processus de vitrification permet d'obtenir un produit granulé. Pour acquérir les propriétés d'un ciment hydraulique, le refroidissement doit s'effectuer rapidement afin de réduire la température à 800°C. La première technique était très simple ; la versée du jet de laitier liquide dans un bassin rempli d'eau. La deuxième technique ; consiste au refroidissement du laitier par l'action conjuguée de l'eau et de l'air via un tambour rotatif. Les granulats résultants varient en taille de quelques millimètres à environ 15 mm. Les avantages de cette méthode pour le fabricant sont divers : limiter les émissions de gaz sulfureux, la formation d'un produit plus sec, qui peut également être vendu comme un agrégat léger et surtout la réduction du coût de traitement [31].

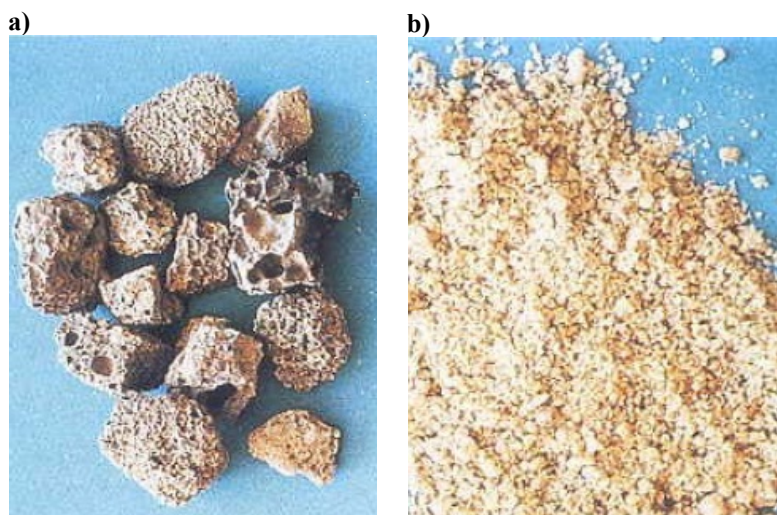


Fig.II.2. Laitier de haut fourneau ; a) Cristallisé. b) Vitrifié.

L'hydratation du laitier est moins rapide que celle du ciment portland surtout dans sa période initiale, ce qui implique un développement de résistance moins rapide. Cette faible chaleur dégagée accuse donc une sensibilité plus marquée aux variations de température (abaissement ou élévation).

Le laitier retient un peu moins bien l'eau de gâchage que le portland et craint donc davantage la dessiccation. Mais chimiquement, il résiste à l'action destructrice des sulfates et la dissolution de la chaux par les eaux pures ou chargées de certains sels, ainsi que par celles contenant du gaz carbonique agressive [32].

L'incorporation du laitier granulé (15-30-45%), avec deux niveaux de finesses (3500-4200 cm<sup>2</sup>/g) en substituant de ciment entraîne une diminution des résistances mécaniques à 7 jours. Toutefois, à 28 jours et 90 jours, les mortiers contenant 15% du laitier atteindront des

résistances comparables à celles d'un mortier témoin sans ajout. L'augmentation de la surface spécifique de 3500 cm<sup>2</sup>/g à 4200 cm<sup>2</sup>/g améliore les résistances mécaniques (Figure II-3) [33].

A côté du clinker, un taux de remplacement de 5 à 10% du laitier augmente de 10 à 20% les résistances mécaniques. Au-delà et jusqu'à 90% du taux de substitution, les résistances diminuent de façon proportionnelle. D'un autre côté la finesse minimum recommandée pour le laitier est de 3000 cm<sup>2</sup>/g [34].

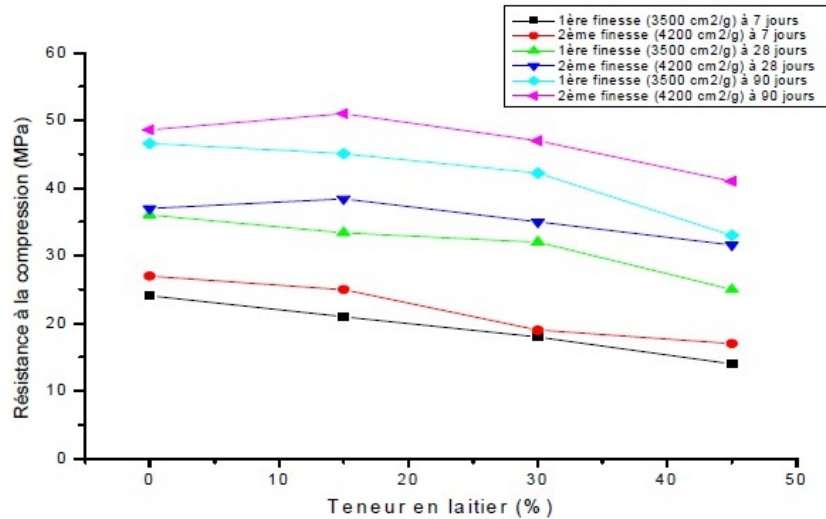


Fig.II.3. Résistance à la compression du mortier en fonction de la teneur et de la finesse du ciment.[33]

### 2-1-2-Cendres volantes

Ce sont des particules très fines récupérées par le système de dépoussiérage des centrales thermiques. Les compositions chimiques et les compositions de phase, sont reliées aux matières contenues dans le charbon brûler à la centrale thermique, Par exemple, dans son travail P. Adamiec et al. ont enregistré que la cendre volante contenait : du quartz hérité du charbon d'origine et la mullite issue de la transformation de la kaolinite [35]. Les cendres volantes peuvent avoir une forme sphérique avec une distribution granulométrique semblable à celle du ciment Portland, ou contenir des sphères creuses et même dans certains cas des particules angulaires (Figure II-4).

D'un point de vue chimique, ils existent deux types de cendres volantes selon, la norme C618-94a : La classe F, produite dans les usines qui brûlent de l'antracite ou des charbons subbitumineux, elle est caractérisée par une teneur en oxydes (SiO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) supérieur à 50% et une teneur en CaO supérieur à 10%. La classe C produite dans les usines qui brûlent des lignites ou des charbons bitumineux, est caractérisée par une teneur en oxydes (SiO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) supérieur à 70% et une teneur en CaO faible inférieur à 10% [36].

Le remplacement en masse dans les matériaux cimentaires est souvent de 15-25% pour les cendres volantes de classe F et entre 15 à 40% en masse pour les cendres volantes de classe C. Cette addition a des effets bénéfiques sur les propriétés rhéologiques de la pâte de ciment, car les petites particules sphériques (>45µm) et les particules de carbone poreux peuvent réduire les besoins en eau du matériau cimentaire [37].

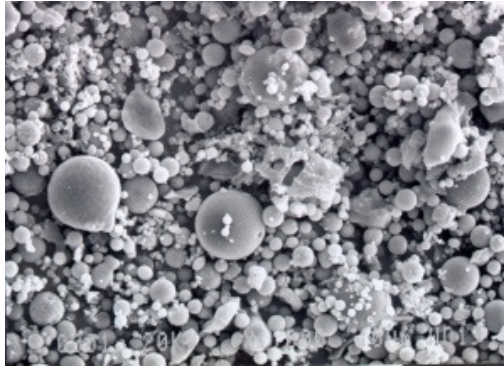


Fig.II.4. Vue par MEB d'une cendre silico-alumineuse.

### 2-1-3-Fumées de silice (D)

Sous-produit de la fabrication du silicium, du ferro-silicium ou des silico-alliages. La fumée de silice est généralement grise foncé à noir ou blanc cassé. La fumée de silice est une poudre très fine constituée principalement de particules sphériques ou des microsphères de diamètre moyen d'environ 0.15 microns, avec une surface spécifique très élevée (15000-25000 m<sup>2</sup>/kg). Chaque microsphère est en moyenne 100 fois plus petite qu'un grain de ciment moyen. Par exemple un dosage de 10% en masse de ciment, il y aura 50-100 mille particules de fumée de silice par grain de ciment.

Jusqu'en 1985, cette silice n'était pas valorisée. Ces "poussières" étaient d'abord rejetées dans l'atmosphère puis, pour protéger l'environnement, récupérées par filtration des fumées et placées en décharge.

Dans le béton durci, la fumée de silice améliore la résistance mécanique et la résistance aux cycles gel/dégel, d'un autre côté elle réduit l'action des attaques chimiques, la porosité et la perméabilité. Cette amélioration est due à l'accélération de la réaction d'hydratation et l'effet pouzzolanique [38].

L'effet physique principal de la fumée de silice dans le béton est l'effet filler plus l'activité pouzzolanique. En raison de sa grande finesse, la fumée de silice peut se tenir dans l'espace entre les grains de ciment, de la même manière que le sable remplit l'espace entre les particules de granulats grossiers. En raison de sa surface spécifique élevée et une haute teneur en silice amorphe, cette pouzzolane hautement active réagit plus rapidement que les pouzzolanes ordinaires [39].

La demande d'eau en béton contenant de la fumée de silice augmente, selon le pourcentage d'ajout. Cette augmentation est causée principalement par la grande surface spécifique. Ainsi pour obtenir une amélioration de la résistance et la durabilité, un adjuvant réducteur d'eau doit être incorporé dans ce genre de béton.



Fig.II.5. Bordj Khalifa réalisé par un béton à fumée de silice.

#### 2-1-4-Schistes calcinés (T)

C'est le cas des schistes houillers brûlés dans les chaudières à une température d'environ 800°C. Ils acquièrent des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques lorsqu'ils sont activés thermiquement. Les schistes calcinés contiennent principalement du silicate bicalcique ( $C_2S$ ) et de l'aluminate monocalcique (CA) ainsi que de petites quantités de chaux libre (CaO), de sulfate de calcium et de silice. Ces ajouts finement broyés ont de fortes propriétés hydrauliques couplées à des propriétés pouzzolaniques.

#### 2-1-5-Pouzzolanes

Ce sont des produits naturels d'origine volcanique composés essentiellement de silice, d'alumine et d'oxyde ferrique. Ce genre de pouzzolanes développent naturellement leurs propriétés « pouzzolaniques » ; c'est-à-dire une aptitude à fixer la chaux à une température ambiante et à former des composés ayant des propriétés hydrauliques. Les pouzzolanes artificielles ont la même composition chimique (silice, alumine et d'oxyde de fer), mais ils ont besoin d'un traitement thermique spécifique pour développer des propriétés pouzzolaniques.

##### 2-1-5-1-Les pouzzolanes naturelles

Au cours des éruptions volcaniques, une matière minérale fluide ou visqueuse d'une température comprise généralement entre de 700 à 1200 °C, contenant des gaz dissous et provenant de la fusion de roches en profondeur appelé « magma », est projeté en lambeaux de lave fluide et incandescente. Les formes de solidification adoptées par ces lambeaux de lave dépendent essentiellement de leur viscosité, la vitesse de refroidissement et de la teneur en gaz [40].

##### a-Les cendres

Sont constituées par du magma et présentent une nature pulvérulente. Du fait de leur extrême finesse, elles subissent des transferts aériens relativement importants et ne se déposent pas dans le voisinage immédiat du cratère d'émission.

Le 20 mars 2010 commença l'éruption volcanique de l'Eyjafjöll en Islande. La coulée de lave provoqua la fonte de glace recouvrant le volcan, ainsi un mélange important s'est formé, constitué de vapeur d'eau, de gaz et de cendres. Il est estimé que, lors des trois premiers jours de l'éruption, 200 millions de tonnes de cendres ont été projetées dans l'atmosphère. Ce mélange fut si important, que le trafic aérien fut perturbé et parfois arrêté pendant plusieurs semaines.

### **b-Les ponces**

Se présentent sous la forme de fragments solidifiés de magma. Elles proviennent des explosions violentes et se caractérisent principalement par la présence d'innombrables petits pores (Figure II-6), de forme régulière. La formation de ces alvéoles très fins, est due à la forte viscosité de la lave originale. La taille de ces échantillons demeure relativement modeste et n'exède guère quelques centimètres.

Les ponces ou plus connues sous le nom « pierres ponces » sont formées dans des températures de l'ordre de 500 à 600 °C. Le refroidissement accéléré et la chute de pression incite un dégazage formant des bulles, ainsi la plupart des pierres ponces sont assez légères pour flotter sur l'eau.



**Fig.II.6. Pierre ponce volcanique.**

### **c-Les scories**

Sont des lambeaux de lave déchiquetée, dont la taille se situe généralement entre 1 et 3 cm, mais dont les plus gros éléments, peuvent atteindre une dizaine de centimètres. Elles se distinguent des ponces par leurs densités et rugosités. Elles constituent la majeure partie du tout-venant des gisements de pouzzolanes.

#### *Les pouzzolanes naturelles en Algérie*

En Algérie, l'activité volcanique fut intense aux côtes oranaises durant la période comprise entre la fin du miocène et le quaternaire. Cette activité a laissée derrière elle une ressource naturelle siliceuse en abondance.

L'examen de la diffraction aux rayons X de la pouzzolane de Béni-Saf (figure II-7) montre qu'elle est constituée de minéraux cristallins riches en silice, alumine, fer et magnésium avec des minerais d'argile (montmorillonite, ...) plongés dans une masse amorphe (verre volcanique) [41].

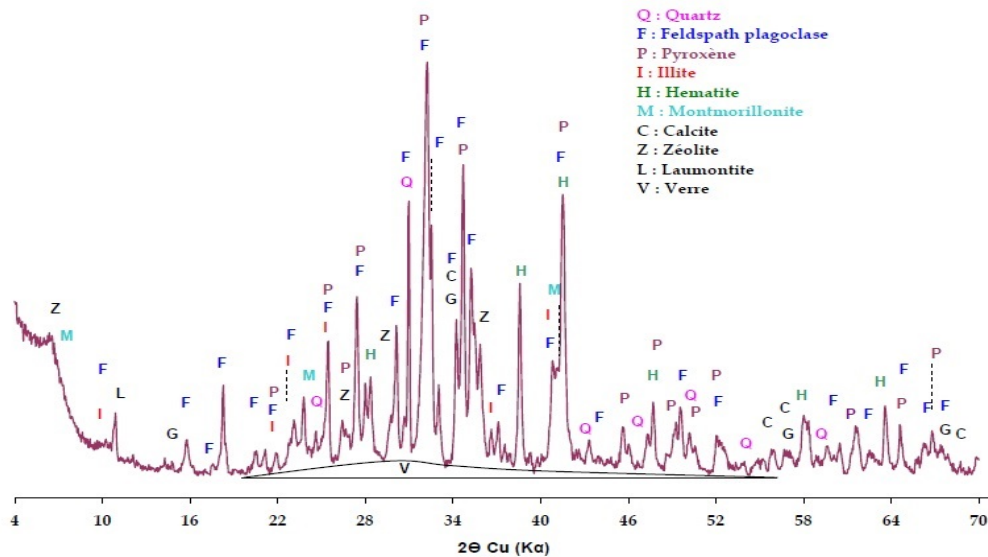


Fig. II.7. Spectre de diffraction des rayons X de la pouzzolane naturelle de Béni-Saf.

Au moins six cimenteries algériennes utilisent la pouzzolane naturelle qui provient du gisement de Bouhamidi à Béni-Saf à environ 15% à 20% en poids du ciment. Cette substitution réduit le dégagement de la chaleur d’hydratation et augmente la résistance chimique des matériaux cimentaires. Dans les bétons, la substitution du ciment par la pouzzolane naturelle à 30% en poids, présente une meilleure perméabilité aux ions chlorure avec un rapport E/C = 0.4, ainsi qu’une amélioration aux attaques de l’acide chlorhydrique (HCl) (Figure II-8) [42].

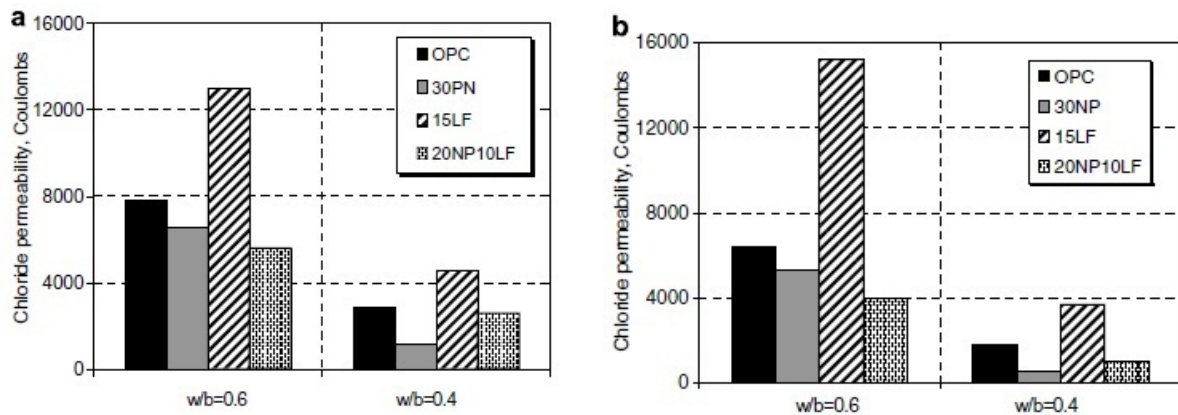


Fig. II.8. Résistance à la perméabilité aux ions chlorure a) à 28jours et b) à 90jours.[42]

A côté de la pouzzolane de Béni-Saf, une autre roche volcanique, abondante dans certaines régions est appelée roche andésitique. Elle se trouve dans des complexes magmatiques [43] tel que la région de M’Sirda (Tlemcen), où l’épaisseur de cette assise est de 300 m, la région de Tifaraouine (Temouchent) et même à El Aouana située à environ 20 Km au Sud-Ouest de Jijel, à l’extrémité orientale du golf de Bejaia. La réserve géologique de ce type de roche est d’environ 54 milliard de m<sup>3</sup>.

L’examen de la diffraction aux rayons X de cette roche (Figure II-9), montre une prédominance de cristobalite et de quartz (SiO<sub>2</sub>), la montmorillonite, les feldspaths plagioclases avec des traces d’ankérite et une petite phase vitreuse.

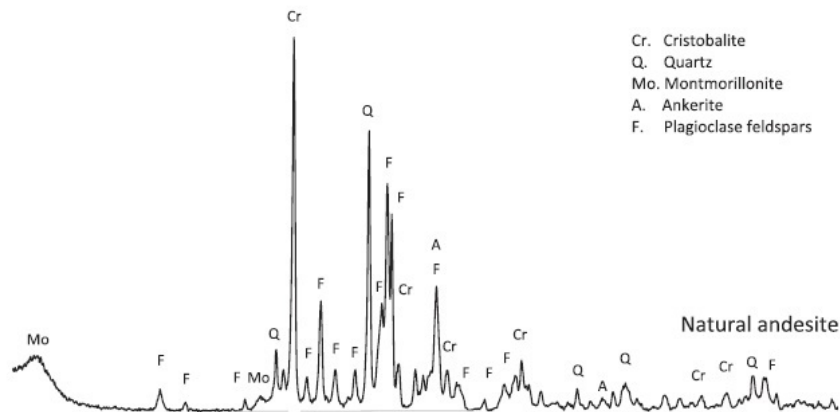


Fig.II.9. Spectre de diffraction des rayons X de l'andésite.

Selon le test Frattini, l'andésite peut être considérée comme matériau pouzzolanique (Figure II-10.a). Cette pouzzolanité est plus élevée que celle de la pouzzolane naturelle de Beni Saf. Le test de chaux saturée (figure II-10.b) confirme les résultats du test Frattini. A côté de cette constatation, le traitement thermique de l'andésite améliore encore son activité pouzzolanique.

Selon l'indice d'activité de la résistance, la tendance générale est sa diminution avec l'augmentation de la teneur de l'andésite. Les meilleurs résultats, sont obtenus à un taux de remplacement de 10% [44].

Dans les ciments, selon le clinker choisi, le taux approprié pour la fabrication d'un ciment CEM II de classe de résistance variant de 32.5N à 52.5R, est de 35%.

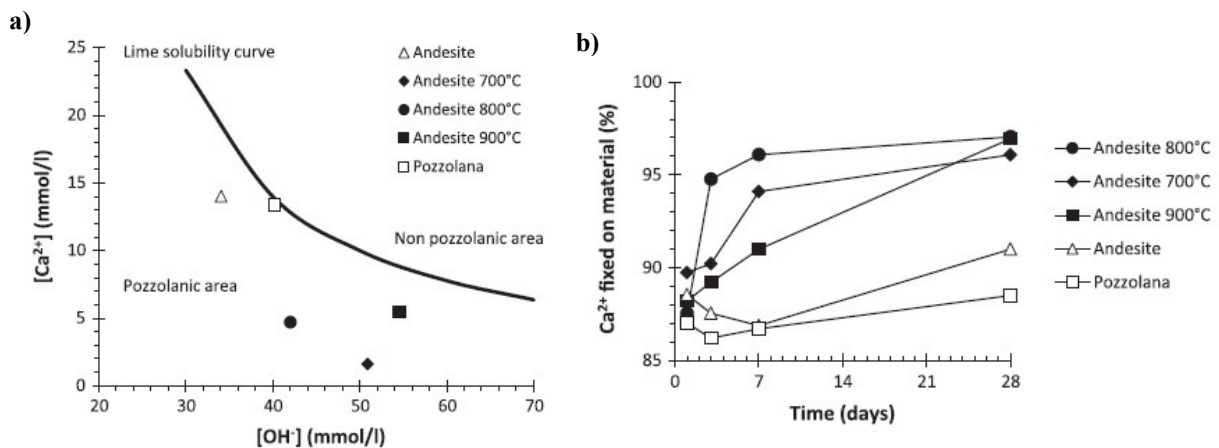


Fig.II.10. L'activité pouzzolanique de l'andésite selon les tests ; a) Frattini et b) Chaux saturée.

### 2-1-5-2-Les pouzzolanes artificielles

De nouveaux ajouts à caractère pouzzolanique voient le jour grâce aux techniques d'investigations. Les pouzzolanes artificielles peuvent être de la boue de papeteries, la cendre bagasse de la canne à sucre.

Le traitement thermique d'une boue de papeterie constituée principalement par la kaolinite, quartz, calcite, talc, géhlénite et clinochlore, à des degrés allant de 650°C à 800°C, améliore l'activité pouzzolanique et est meilleure pour des échantillons de cendre calcinée à

700°C. Par contre, les cendres obtenues à 800°C présentent une faible activité pouzzolanique (Figure II-11). Le mortier contenant 75% de ciment et 25% cendre de boues calcinées, présente une résistance relativement équivalente à un mélange de mortier standard [45].

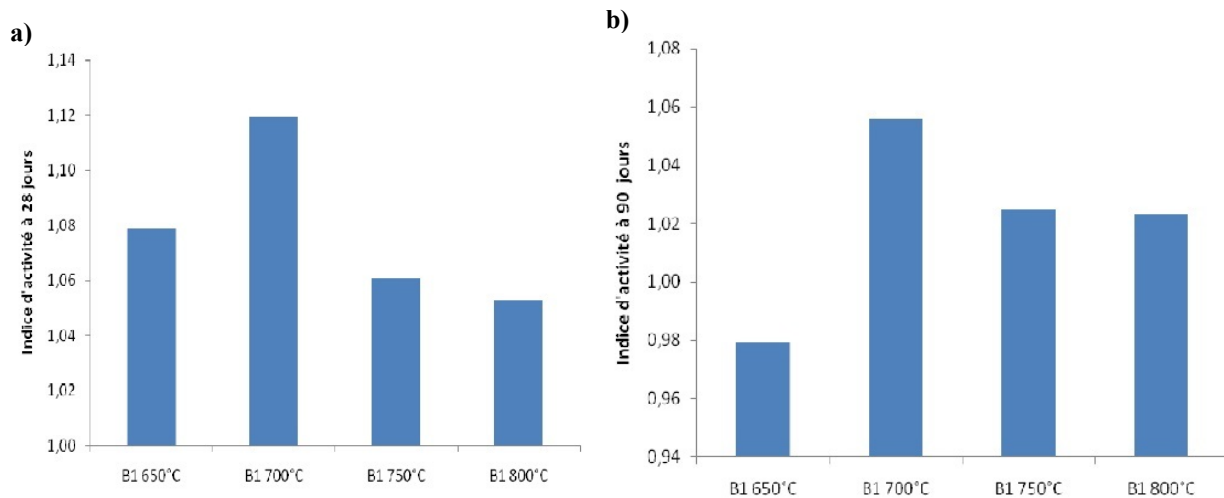


Fig. II.11. Indice d'activité pouzzolanique des boues de papeteries à a) 28jours et b) 90jours.[45]

Dans une autre étude, une boue de papeterie constituée majoritairement de kaolinite (21%) et de calcite (35%) est traitée thermiquement dans un four électrique de laboratoire pendant 2 et 5 heures à 600, 650, 700, 750, 800°C et tamiser à 45µm, montrent que la température optimale vis-à-vis de la pouzzolanité est 700°C pendant 2 heures (Figure II-12). Cette dernière boue est mélangée à hauteur de 10% en masse d'un ciment (CEMI 52.5N) pour la fabrication de mortier. Les valeurs des résistances en compression sont à hauteur d'un mortier avec 100% de ciment Portland [46].

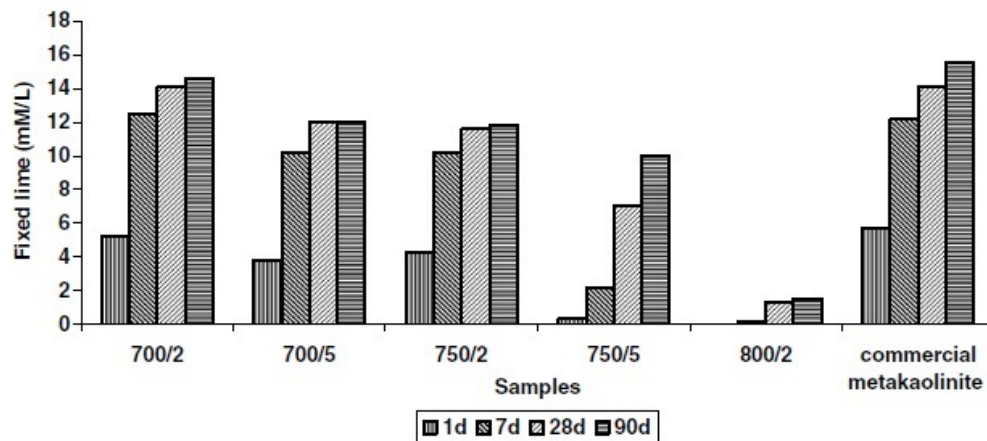


Fig. II-12. Activité pouzzolanique d'une boue de papeterie traitée et une metakaolinite commerciale.[46]

La cendre de bagasse de la canne à sucre, est un sous-produit de combustion dans l'industrie de sucre. Elle est brûlée à différentes températures 600-700-800-900 °C pendant 90 minutes, soudainement refroidit et broyée à différentes finesse de 210µm à 45µm . La cendre traitée à 700 °C, a la meilleure activité pouzzolanique avec 84% et 86% à 7 et 28 jours respectivement, après cette température l'activité a diminué. La réduction de l'activité pouzzolanique après 700°C est attribuée à la cristallisation de la silice amorphe en cristobalite. D'un autre coté l'augmentation de la finesse améliore l'activité pouzzolanique de cette cendre comme l'indique la figure II-13 [47].

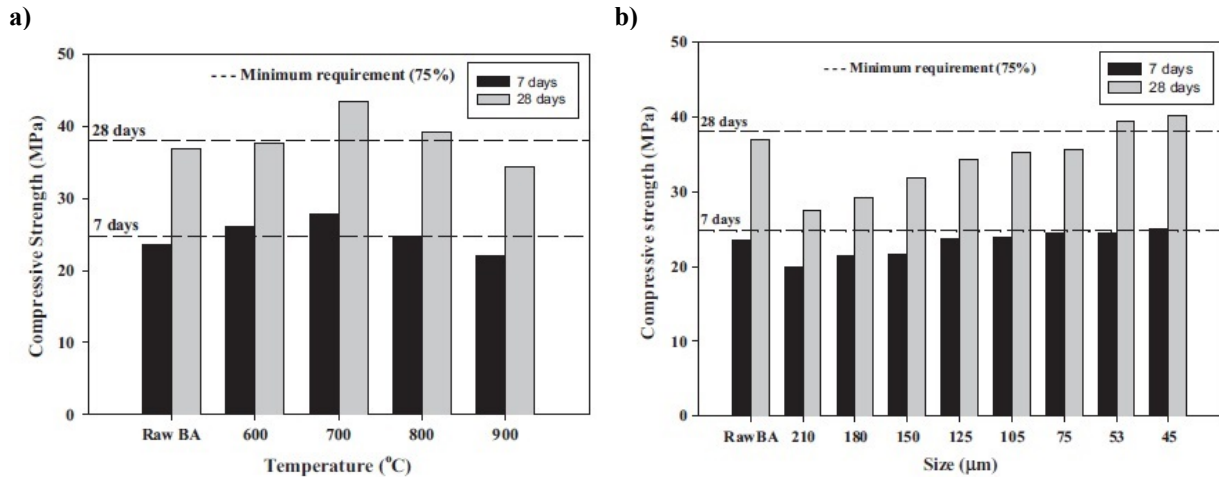


Fig.II.13. Résistance à la compression à 7 et 28 jours ; a) traitée à différentes températures et b) à différentes finesses. [47]

### II-3-L'argile

Les roches de toutes natures sont exposées à la surface de la terre aux actions météoriques, comme la pluie, la neige, le froid, la chaleur et leurs alternances, etc. Dans ces conditions les roches s'altèrent et sont très vite colonisées par les organismes vivants : végétation, occupation animale et bactérienne. Ainsi s'étalent des sols renfermant différents mécanismes de formation des argiles.

#### 3-1-Mécanismes de genèse des argiles

##### 3-1-1-Héritage et altération

L'héritage est le mécanisme dominant dans les lacs ou les marges continentales, jusqu'à la lisière des grands fonds océanique, où les apports continentaux ne parviennent plus. L'altération se manifeste directement des roches mères, des couvertures d'altération et de sols, par l'intermédiaire des rivières et des fleuves. Ces argiles peuvent soit resté sur place, soit transportées sur de longues distances. Le schéma le plus simple des altérations est :

En climat équatorial, règnent chaleur et pluie ajoutée aux grandes forêts. Les constituants libérés sont évacués, sauf le fer qui se précipite en hydroxydes, l'alumine en gibbsite et la combinaison de deux avec la silice se cristallise en kaolinite.

En climat chaud méditerranéen, la dissolution est puissante avec la saison humide, mais l'évacuation des ions est freinée à la saison sèche. Ainsi naissent des sols riches en argiles 2/1, mais avec du fer dans le réseau cristallin.

Dans les zones désertiques, la matière organique est minime, les argiles des sols sont maigres, ils ne sont que des illites et des chlorites, issues de la pulvérisation des phyllites.

##### 3-1-2-Les néoformations

Les agents d'érosion produisent des fragments de même composition chimique que la roche mère. Des minéraux argileux nouveaux peuvent prendre naissance directement à partir

des ions ou constituants en solution, aboutissant à une libération de  $\text{CO}_2$ . Dans ce genre de mécanisme, le réseau cristallin des fragments de la roche mère est complètement détruit, l'héritage est nul.

### 3-1-3-Les transformations

Plus le contraste sera vigoureux entre le milieu continental des argiles héritées du continent et celui de la sédimentation, plus les phénomènes délicats des transformations seront sensibles et intenses.

Les minéraux néoformés ou altérés, subissent un réarrangement de leurs réseaux silicatés, sans destruction de l'organisation primaires. Ils évoluent vers un nouvel état d'équilibre. Cette transformation conduit à une dégradation de la structure cristalline ou à son amélioration impliquant des augmentations de température.

### 3-2-Classification des argiles

Les silicates et les différentes formes de silices qui s'y rattachent ont une importance industrielle et géochimique considérable. Ils sont pour la plupart des solutions solides et forment la quasi-totalité de l'écorce terrestre. Les silicates sont considérés comme des assemblages de tétraèdres quasi réguliers  $(\text{Si, Al})\text{O}_4$ , dont les centres sont occupés par des ions silicium ou aluminium et les sommets par des ions oxygène.

Les phyllosilicates à clivage facile et parfait, sont des minéraux du groupe des silicates, ils sont construits par empilement de couches tétraédriques et octaédriques.

Les 3 oxygènes formant la base triangulaire du tétraèdre, sont partagés les uns aux autres donnant une chaîne bidimensionnelle. Les oxygènes au sommet des pyramides, sont tous situés à la même hauteur, ils forment des hexagones réguliers plus grands. Le cation central est principalement le  $\text{Si}^{+4}$   $(\text{SiO}_4)^{-4}$ , fréquemment  $\text{Al}^{+3}$   $(\text{AlO}_4)^{-5}$ , et plus rarement  $\text{Fe}^{+3}$   $(\text{FeO}_4)^{-5}$ .

Le motif le plus répété dans les couches octaédriques, a pour formule  $[\text{Si}_2\text{O}_5]^{-2}$ . On voit sur la figure II-14 que cette couche est organisée en un ensemble d'anneaux connectés, avec au centre un groupement OH (figure II-15).

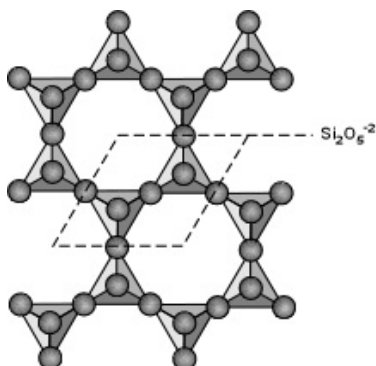


Fig.II.14. Couche de tétraèdres organisée en anneaux.

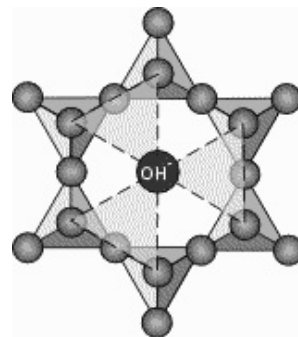


Fig.II.15. Les silicates avec groupement OH- au centre

La couche tétraédrique est combinée avec une couche octaédrique (figure II-16). Celle-ci est constituée de cations (généralement  $\text{Al}^{+3}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ ) tous entourés de 6 anions

oxygènes  $O^{2-}$  (ou hydroxyles) dessinant une forme octaédrique (figure II-17). Ces anions sont liés à un cation trivalent (généralement  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ), ou bivalent ( $Mg^{+2}$ ,  $Fe^{+2}$ ).

Si les cations sont trivalents, deux octaèdres sur trois sont occupés et le troisième site est libre. Chaque anion est partagé entre deux octaèdres voisins ; Cette couche s'appelle dioctaédrique. Lorsque les sites sont occupés par des cations bivalents, chaque anion est lié à trois cations (3 octaèdres voisins), alors la couche est dite trioctaédrique.

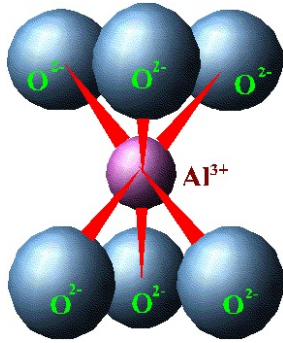


Fig.II.16. Structure octaédrique vue de cotée.

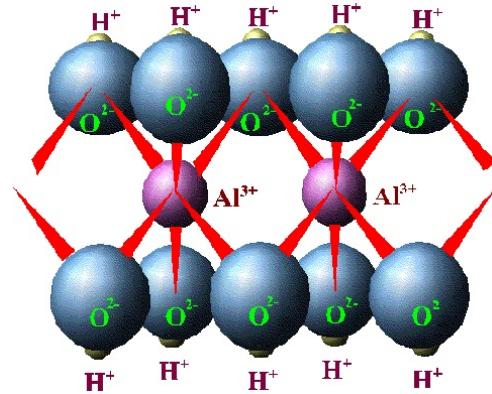


Fig. II.17. Couche octaédrique tronquée vue de coté.

En faisant intervenir les nombre respectif, le mode d'association des couches, le taux de substitution, l'occupation octaédrique et la nature des cations interfoliaires, on répartit les phyllosilicates dans trois groupes structuraux [48].

### 3-2-1-Groupe Kaolinite-serpentine (0.7nm)

Le feuillet élémentaire est simplement l'association d'une couche tétraédrique et une couche octaédrique, dans la nomenclature des argiles, il est désigné par 1/1 ou T-O. La maille contient 4 octaèdres occupés par  $Al^{+3}$  et 4 tétraèdres occupés par  $Si^{+4}$  (Figure II-18). La majeure partie des phyllosilicates 1/1 rencontrés dans les sols sont dioctaédriques avec de l'aluminium en position octaédrique. La distance basale de ces minéraux est comprise entre 7.1 et 7.4 Å, le plus connu dans ce groupe est la kaolinite.

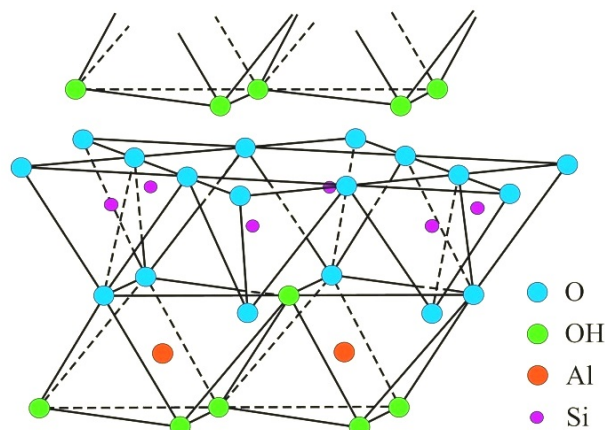


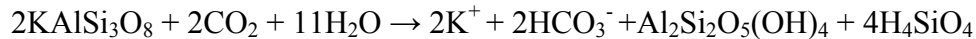
Fig. II.18. Structure de la kaolinite.

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques. A l'état naturel, la kaolinite se trouve associée à d'autres minéraux, notamment du

quartz, des feldspaths, des micas en quantité variable et des matières organiques présentes mais, en faible proportion.

Certaines substances, une fois dissoutes dans l'eau, se décomposent engendrant la destruction totale en plus petits composés possibles, ou une dégradation partielle qui donne des composés silicatés. Ces composés diffèrent selon les conditions du milieu [49]:

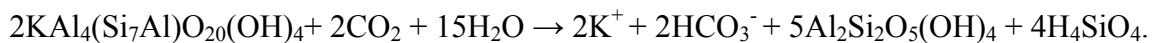
Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite suivant l'équation :



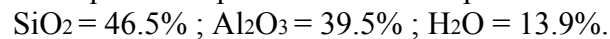
En revanche, si le drainage est faible, le transfert de potassium est incomplet :



Lors d'un drainage ultérieur, cette illite peut poursuivre son hydrolyse, en expulsant le potassium, pour conduire alors à la kaolinite:



La composition chimique massique d'une kaolinite pure est :

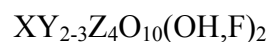


### 3-2-2-Groupe Talc-micas-montmorillonite

Le feuillet élémentaire est constitué par deux couches tétraédriques entre lesquelles se trouve la couche octaédrique, d'où leur symbole 2/1 ou TOT, avec la seconde couche T renversé par rapport à la première. Dans les tétraèdres, les principaux cations rencontrés sont  $\text{Si}^{+4}$  et  $\text{Al}^{+3}$  et parfois  $\text{Fe}^{+3}$ . Les substitutions octaédriques correspondent au remplacement d'un cation trivalent  $\text{Al}^{+3}$  par un cation bivalent  $\text{Mg}^{+2}$ . Le taux de substitution dans les différentes couches, permet de distinguer les différents sous-groupes.

La montmorillonite de formule générale  $(\text{H},\text{Na},\text{Ca}_{1/2})_x (\text{Mg}_x\text{Al}_{2-x})\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$  est dioctaédrique, où l'ion  $\text{Fe}^{+3}$  remplace en partie  $\text{Al}^{+3}$ .

Les micas en abondance dans les roches éruptives, métamorphiques et sédimentaires, le feuillet possède une charge négative neutralisée par des ions potassium séparent les feuillets. La composition chimique est très variable, elle se traduit par la formule générale :



Avec par ordre d'importance

X= K, Na, Ca, Ba,...

Y=Al, Mg, Fe,...

Z=Si, Al,  $\text{Fe}^{+2}$  ...

Les micas trioctaédriques sont principalement les lépidolites, la zinnwaldite et les biotites. Les principaux micas dioctaédrique sont la paragonite, la margarite, la muscovite  $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ , à laquelle s'apparente l'illite.

L'illite (Figure II-19) qui est une phyllosilicate d'une épaisseur de 1nm, est constituée de couches de type aluminosilicate tétraédrique et octaédrique, séparées par des cations intercouche de potassium. La cristallinité de l'illite est un paramètre couramment utilisé pour décrire le métamorphisme à faible intensité des roches pélitiques.

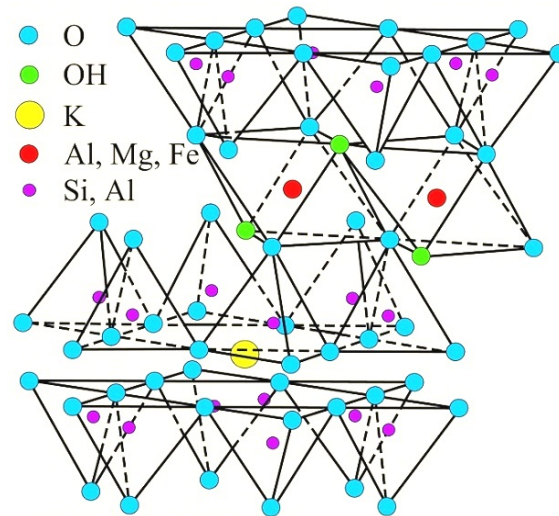


Fig. II.19. Structure de l'illite.

La transformation d'illite en muscovite est la base pour définir le métamorphisme à faible intensité des pélites. Ce changement progressif dans la structure cristalline de l'illite se produit pendant le métamorphisme en faciès.

Les cristallites illite dans les sédiments, sont minces et d'une cristallinité élevée. La muscovite à grain grossier est caractérisée par des cristallites épaisses à faible cristallinité. Cette transition de fines cristallites illite aux cristaux épais de muscovite, est suivie d'une diminution de cristallinité, elle est principalement contrôlée par la température [50].

Dans la muscovite, il y a une substitution partielle des ions silicium en site tétraédrique par les ions aluminium. Ce phénomène entraîne un déficit de charge du feuillet qui est compensé par la présence d'ions potassium dans l'espace interfoliaire. Cette situation conduit à une distance basale du feuillet élémentaire comprise entre 9.9 et 10.1Å. Par la décomposition du mica potassique la muscovite se retrouve dans les gisements de kaolinite pour constituer les argiles kaolinitiques ou kaolino-illitiques suivant leurs proportions relatives. Une muscovite pure présente une composition chimique massique:

$$\text{SiO}_2 = 45.2\% ; \text{Al}_2\text{O}_3 = 38.4\% ; \text{K}_2\text{O} = 11.8\% ; \text{H}_2\text{O} = 4.5\%.$$

L'illite diffère de la muscovite idéale par une substitution moins marquée dans les couches tétraédriques et par une présence plus forte de Si, Mg, Fe et l'eau, mais une teneur plus faible en cations  $\text{K}^+$  dans l'espace interfoliaire [51].

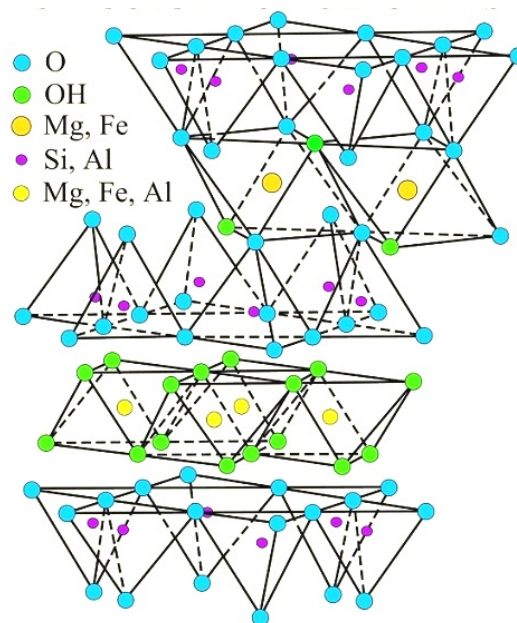
La substitution de la quantité d'atomes de fer et de magnésium dans la couche octaédrique provoque une augmentation de la condition dioctaédrique, mais c'est à l'illite alumineuse quand accordent le vrai caractère dioctaédrique [52].

**3-2-3-Groupe de chlorite (1.4nm) :**

Le feuillet élémentaire comprend deux couches tétraédriques incluant une couche octaédrique. Le feuillet 2/1 des chlorites, est similaire à celui des minéraux 2/1 auxquelles succède une couche Mg(OH)<sub>2</sub> trioctaédrique dite brucitique ou dioctaédrique Al(OH)<sub>3</sub> dite gibbsitique (Figure II-20).

Dans les sols, la majorité des minéraux 2/1/1 peuvent posséder une couche octaédrique interfoliaire partielle, leur structure n'est pas complètement établie ; ils sont formés d'unités 2/1 séparées par des « îlots » d'aluminium. Dans les sols très acides (pH < 4.5) la forme dominante de l'aluminium est Al<sup>+3</sup>, mais à des pH voisins de 5, les formes hydroxylées Al(OH)<sup>+2</sup>, Al(OH)<sub>2</sub> se forment.

Les chlorites bien cristallisées, se trouvent dans les roches métamorphiques, certaines roches sédimentaires et argiles comme constituant essentiels. L'épaisseur du feuillet est de 1.4nm. La formule générale est :



**Fig.II.20. Structure du chlorite.**

La classification des roches argileuses, est restée peu codifiée. Elle est souple et libérale. La diversité du vocabulaire permet de cerner la réalité de très près. On distingue les variétés, selon la texture, selon les minéraux associés les plus évident (tableau II-3 [48]), selon les faciès et les matières organiques ou organismes présents...etc.

Tableau II.3. Classification sommaire des minéraux argileux.[48]

Principales familles		Espèces minérales				
		Composantes dominantes				
		<i>Si et Al</i>	<i>Si, Al, Fe et Mg</i>	<i>Si, Al et Mg</i>	<i>Si et Mg</i>	<i>Si et Fe</i>
Minéraux à 2 couches		Kaolinite Halloysite	Berthiérine (Chomosite)	Amésite	Serpentine (Antigorite) (Chrysolite)	Greenalite Cronstedtite
Minéraux à 3 couches	Illite et vermiculite	Illite vermiculite	Illite vermiculite	vermiculite		Glauconite (Céladonite)
	Smectite	Montmorillonite	Beidellite	Saponite	Stévensite hectorite	Nontronite
	Chlorite	Chlorite	Chlorite (Clinochlore)	Chlorite	Chlorite (Pennine)	Chlorite (Bavalite) (Thuringite)
	Pyrophyllite et talc	Pyrophyllite	Minnesotaïte		Talc	
Minéraux en lattes				Attapulgite	Sépiolite	

### 3-3-La Calcination

La calcination est une technique de préparation d'échantillon effectuée en présence d'air sur une matière. Elle est utilisée en métallurgie pour la transformation des métaux en toutes sortes de dérivés, ou pour la transformation du calcaire en chaux. Cette technique provoque des réactions physiques et/ou chimiques et met ainsi l'échantillon dans un état de référence.

#### 3-3-1-La calcination flash

La calcination flash, est une calcination très rapide de quelques dixièmes de secondes à deux secondes environ. Le four flash présente une chambre où un grand volume d'air circule. Le flux tourne à grande vitesse et maintient les particules en suspension, dans la partie du four où la transformation thermique est souhaitée. A la fin les particules retombent et refroidissent très rapidement. Dans leur travail San Nicolas et al. [53], expliquent le fonctionnement d'un four flash d'un producteur de Métakaolin. Au cours de la première étape, un courant d'air chaud ascendant prend l'argile séchée sur un tamis de 200  $\mu\text{m}$ , d'où il est introduit dans le four de calcination (Figure II-21). Les particules d'argile tournent autour de la flamme (qui a une température comprise entre 1000 et 1200 °C), quelques dixièmes de seconde, assez de temps pour atteindre 700 °C, avant d'être envoyé aux cyclones de refroidissement rapide à 100 °C.

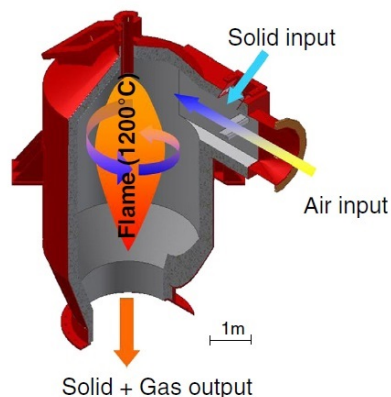


Fig. II-21. Représentation d'un four flash pour la production du métakaolin.[53]

Bien que la cinétique de nombreuses transformations physiques et chimiques à l'intérieur d'un solide à haute température sont assez rapides, les conditions flash peuvent engendrées des transformations peuvent être incomplète, à cause du refroidissement brusque et la gelée de la cinétique de changement [54]. La forme de la matière introduite et généralement pulvérulente en suspension dans un gaz, alors que les fours rotatifs, la matière ou le solide est sous forme de boulet.

### **3-3-2-La calcination traditionnelle**

Dans la calcination lente industrielle, la déshydroxylation est complète après avoir mené lentement l'échantillon à une température suffisamment haute (entre 1400°C et 1500°C) pendant un degré suffisamment long (une voir plusieurs heures).

En cimenterie, le four est un tube en acier (avec revêtement intérieur de briques réfractaires) de 4 à 5 m de diamètre et de 50 à 90 m de long dans le procédé par voie sèche (150m pour la voie humide), en appui sur des roulements allant jusqu'à huit. Il est légèrement incliné (3.5% par rapport à l'horizontale). Le four tourne à des vitesses de rotation comprises entre 1 et 4tr/min.

La matière solide pénètre à l'amont du four où s'achève la décarbonatation et progresse jusqu'à la zone de clinkérisation (environ 1450 °C). Le temps de parcours est de l'ordre d'une heure. Le cycle de traitement est comme suit [32]:

- \*La décomposition des argiles qui s'effectuent au-dessus de 500 °C.
- \*La décarbonatation du calcaire qui se situe à 950 °C.
- \*La clinkérisation à 1450 °C qui se produit en partie aval du four.

### **3-4- Transformation des argiles pendant un traitement thermique**

En 1887, Le Chatelier, lors de ses recherches sur les argiles, montra qu'on pouvait se baser sur les anomalies thermiques qui se présentent en cours d'échauffement pour établir une classification des minéraux. Il supposait une série de transformations qui dépendaient de la structure d'origine, variant de 150 à 770 °C. Selon les gammes de déshydratation, Le Chatelier a tenté une classification de l'argile comme exemple les minéraux hydratés, en distinguant cinq catégories. Mais cette procédure reposait sur des preuves très minces.

En 1910, H.E. Ashley a noté que la perte d'eau colloïdale peut se poursuivre jusqu'à 300 °C. Entre 500 et 575 °C, l'eau combinée est expulsée. Dans la même année J.W. Mellor et A.D. Holdcroft ont constatés que la déshydratation de l'argile n'a pas de température fixe, mais que la décomposition est appréciable à 500 °C [55].

En 1927 à Paris, J. Orcel appliquait la procédure thermique différentielle dans sa forme moderne à l'étude des minéraux argileux. Depuis ce temps cette procédure a été utilisée dans l'étude des argiles par de nombreux chercheurs dans de nombreux pays différents. En 1945 S. Spiel et al. ont tracés une courbe thermique différentielle pour la kaolinite (Figure II-22). La réaction endothermique entre environ 500 °C et 700 °C correspond évidemment à la déshydratation de la matière minérale [56].

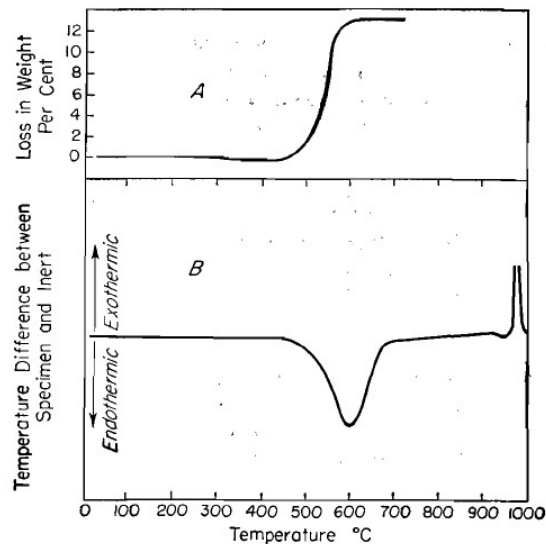


Fig. II-22. Courbe thermique différentielle pour la kaolinite.[56]

Les minéraux argileux renferment différents types de molécules d'eau ou de groupe OH dans leur structure. L'analyse thermique peut détecter les transformations thermiques dans les argiles. Dans la majorité des cas, les courbes d'analyse thermique comportent différents niveaux de perte d'eau, ce qui engendre des réorganisations structurales.

Le premier niveau, se situe entre 80 et 200°C. On observe le dégagement de ; (1) l'eau libre circulant dans la roche surtout dans les macropores sous l'effet de la pression atmosphérique et la température. (2) L'eau liée aux forces de Van der Waals, car en surface, les minéraux attirent les molécules d'eau en formant une couche d'eau d'environ 1nm d'épaisseur. (3) l'eau interfoliaire entre les feuillets des minéraux argileux dans le cas d'une argile gonflante.

Le deuxième niveau qui commence de 500°C. Cette perte d'eau structurale ou des groupements de OH engendre une déshydroxylation où le réseaux des minéraux argileux connaît un réarrangement aux niveaux de la structure.

# **CHAPITRE III**

## **Propriétés du ciment**

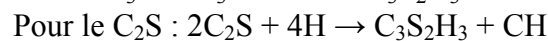
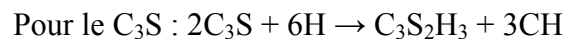
---

### III-1-Hydratation du ciment [57,58]

#### 1-1-Hydratation des silicates

Au contact de l'eau, les silicates se dissolvent sous forme d'ions :  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{OH}^-$  et  $\text{H}_2\text{SiO}_2^{-4}$ . Ceux-ci interagissent alors entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). Ces réactions sont exothermiques et peuvent servir de catalyseur à la réaction d'hydratation. Dans le cas du  $\text{C}_2\text{S}$ , la cinétique d'hydratation est plus lente et la quantité de portlandite formée est plus faible.

A titre indicatif, les équations des réactions d'hydratation des silicates peuvent s'écrire, sans prendre en compte la stoechiométrie du système, comme suit :



Le type de C-S-H dépend de son origine ( $\text{C}_3\text{S}$  ou  $\text{C}_2\text{S}$ ) et des conditions d'hydratation. De plus, le rapport E/C et le degré de maturation affecte la composition du gel de C-S-H. La progression de la réaction d'hydratation peut être suivie avec des mesures de calorimétrie et de conductivité (Figure III-1). L'hydratation des silicates peut être séparée en cinq périodes distinctes.

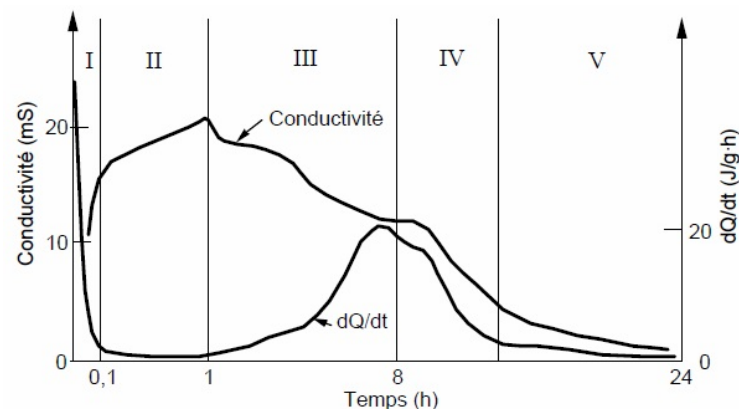


Fig.III. 1. Évolution du dégagement de chaleur et de la conductivité électrique lors de l'hydratation d'une pâte de  $\text{C}_3\text{S}$ . [57]

#### -Période 1 : réactions initiales

Lorsque les silicates entrent en contact avec l'eau, les ions  $\text{SiO}_4^{-4}$  qui sont en surface des grains passent en solution (sous la forme de complexes  $\text{H}_2\text{SiO}_2^{-4}$  ou  $\text{H}_3\text{SiO}_2^-$ ). La présence de ces ions fait alors augmenter la conductivité du milieu. Une couche protectrice de C-S-H enveloppe les grains ne permettant plus la réaction entre les silicates et l'eau.

#### -Période 2 : période d'induction

Durant cette période (appelée aussi période dormante) il y a peu d'activité chimique, ce qui se traduit par un faible dégagement de chaleur. La concentration en calcium croît alors que celle en silice décroît. La conductivité augmente toujours, mais elle est plus faible que dans la 1ère période. Ainsi, il apparaît que des C-S-H dit métastables ( $\text{C-S-H}_{(m)}$ ) continuent de se former autour des grains de  $\text{C}_3\text{S}$  alors que la portlandite ne se précipite pas. Cette période peut varier considérablement d'un type de mélange à l'autre.

**-Période 3 : période d'accélération**

Cette période est marquée par un fort dégagement de chaleur, ce qui se traduit par une activité chimique intense. En général, c'est durant cette période que survient la prise. Deux types de réactions mènent à la formation des C-S-H dit stables (C-S-H<sub>(s)</sub>) et de la portlandite : soit par l'hydroxylation des C-S-H<sub>(m)</sub>, soit par celle des C<sub>3</sub>S. La formation de ces hydrates fait diminuer les concentrations ioniques de la solution interstitielle, ce qui se traduit alors par une baisse de la conductivité (Figure III-1).

**- Période 4 : période de décélération**

La couche d'hydrates formée ne permet pas de réaction d'hydratation par diffusion. L'eau diffuse dans le matériau afin d'atteindre les composants anhydres du système, ralentissant alors considérablement la cinétique d'hydratation. Ceci correspond sur la courbe à une diminution de la chaleur dégagée. De même que pour la 3ème période, plus les hydrates se forment, moins il y a d'ions dans la solution interstitielle, ce qui entraîne une diminution de la conductivité.

**-Période 5 : période de consolidation**

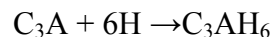
Le ralentissement, dû au caractère diffusion de la réaction d'hydratation, peut s'étaler sur des mois ou des années.

**1-2-Hydratation des aluminates**

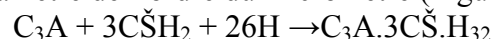
L'hydratation des aluminates étant très rapide, les cimentiers ajoutent du sulfate sous forme de gypse au clinker pour contrôler ces réactions. Les hydrates issus du FerroAluminate C<sub>4</sub>AF se déduisent de ceux du C<sub>3</sub>A par substitution de l'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> par de l'alumino-ferrite (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans les formules chimiques. Pour cette raison, nous présentons seulement l'hydratation du C<sub>3</sub>A. Ainsi, les réactions avec les aluminates se font en plusieurs étapes :

**-Etape 1 : Formation d'ettringite (phase AF<sub>1</sub>)**

Avec l'absence d'ions sulfate, le C<sub>3</sub>A s'hydraterait et formerait des aluminates hydratés appelés hydrogrenats. Cette réaction étant très rapide, on assisterait à une prise presque instantanée.



En présence d'eau, les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite. En général, l'ettringite prend la forme d'aiguilles atteignant quelques dizaines de micromètres de long et un diamètre de l'ordre du micromètre (Figure III-2).

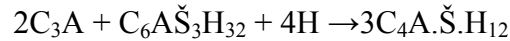


Avec :  $\check{S} = SO_3$  (anhydride sulfurique)

Cette période de fort dégagement de chaleur, correspond à la période de pré-induction, ou période dormante. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates, qui forment alors une couche protectrice autour du grain.

### -Étape 2 : Transformation de l'ettringite en monosulfate de calcium hydraté

Dans la majorité de cas, le  $C_3A$  est en excès par rapport au gypse. Lorsque la source de gypse s'épuise, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du monosulfate de calcium hydraté (appelé  $AF_m$ ) (Figure III-2) :



Cette période est aussi appelée période d'accélération : les réactions chimiques s'intensifient.

### - Étape 3 : Hydratation des aluminates résiduels

Une fois que l'ettringite a fini sa transformation, les aluminates restants réagissent avec l'eau afin de donner trois types d'hydrates :  $C_2AH_8$ ,  $C_4AH_{13}$  et  $C_3AH_6$ .



Fig. III. 2. Image MEB –Gauche : Ettringite  $AF_t$  – Droite : monosulfoaluminate de calcium  $AF_m$ . [57]

### 1-3-Mécanismes d'hydratation d'un ciment Portland

Le  $C_3S$  s'hydrate rapidement et est largement responsable de la prise et du durcissement de la pâte, il assure la résistance initiale. Le  $C_2S$  s'hydrate lentement, il est responsable du gain en résistance à long terme (une semaine et plus). Le  $C_3A$  s'hydrate très rapidement, il libère beaucoup de chaleur dans les premiers jours c'est pour cela qu'on ajoute du gypse afin de ralentir son hydratation, le  $C_3A$  contribue légèrement à la résistance initiale. Le  $C_4AF$  s'hydrate lentement et il contribue peu à la résistance mécanique.

L'hydratation du ciment Portland implique la réaction des quatre phases minérales qui le composent. Le ciment étant principalement composé de  $C_3S$ , son hydratation contrôle majoritairement la cinétique globale de l'hydratation. La Figure III-3 présente la courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment qui peut être découpée en quatre périodes distinctes. Ces périodes peuvent être décrites de la manière suivante :

#### -Période 1 : réactions initiales

Cette période débute dès le contact entre l'eau et le ciment et dure quelques minutes. Le  $C_3S$  et le  $C_3A$  des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau, formant de l'ettringite et des C-S-H (métastables). Dans cette période les sels solubles et une partie de ciment se dissolvent et libèrent des ions tels que  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{+2}$ ,  $OH^-$ ,  $SiO_x^{-n}$ ,  $Al(OH)_4^-$ ,  $SO_4^{-2}$ , etc. La dissolution est rapide et exothermique et un pic de flux thermique apparaît.

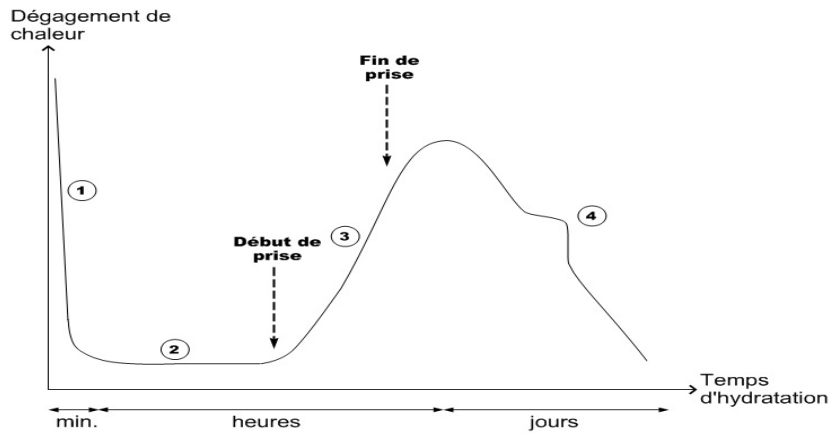


Fig.III.3. Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment.[57]

### - Période 2 : période dormante

Durant cette période, des ions  $\text{Ca}^{+2}$  et  $\text{OH}^-$  sont libérés. Ceci augmente alors le pH de la solution, ralentissant la dissolution des constituants. Le dégagement de chaleur est alors faible. Le flux thermique diminue sans toutefois devenir nul et l'ettringite continue à se former lentement. La cause du ralentissement des réactions d'hydratation est complexe, mais il est possible d'attribuer ce phénomène à la formation d'une couche protectrice d'ettringite à la surface des grains de ciment. Cette période correspond à la phase durant laquelle le matériau cimentaire est maniable.

### -Période 3 : période d'accélération

Cette période débute lorsque la concentration en ions  $\text{Ca}^{+2}$  et  $\text{OH}^-$  de la solution devient critique, la conductivité électrique de la solution étant alors à son maximum. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (ettringite, portlandite, C-S-H). La consommation brutale d'ions  $\text{OH}^-$  par la formation de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  accélère la dissolution de tous les constituants du clinker. Cette grande activité chimique dégage beaucoup de chaleur et augmente la température du matériau. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer permettant alors la création d'un solide rigide. La formation d'ettringite est très rapide durant la prise; il y a épuisement progressif du gypse (entre 9 et 15 heures). L'ettringite devient alors source de sulfate pour former avec l'aluminate excédentaire le monosulfoaluminate. La prise se situe donc dans cette période. Elle correspond au moment où le matériau cimentaire passe de sa phase liquide à sa phase solide.

### -Période 4 : période de ralentissement

Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates, qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à travers les pores de gel. Ainsi, cette période se traduit sur la courbe par une diminution de la chaleur dégagée.

Si le réseau poreux est fermé, une partie du ciment n'est jamais atteinte et donc ne sera jamais hydratée. De plus, la quantité d'eau au départ doit être suffisante pour hydrater tout le ciment. C'est aussi durant cette période que l'ettringite de type  $\text{AF}_t$  se dissout afin de se transformer en type  $\text{AF}_m$ . Cette réaction correspond à la partie bosselée de la courbe de calorimétrie présentée à la Figure III-3.

Pour un ciment binaire (Portland-Cendre volante), l'hydratation est améliorée dans les tout premiers stades de l'hydratation, mais à des périodes prolongées (jusqu'à 120 h) une augmentation du niveau de remplacement de la cendre provoque une réduction systématique de la production de chaleur. Pour les ciments binaires (Portland-Métakaolin), les résultats suggèrent que le métakaolin diminue l'hydratation du ciment. Dans les deux systèmes, il s'est avéré que le facteur de contrôle principal est l'exigence de la demande en eau.

Lors de la combinaison ternaire, le métakaolin a une influence dominante sur la production de chaleur en fonction des profils de temps. Pour la partie ciment Portland-Métakaolin la réaction pouzzolanique est contrôlée à la fois par la disponibilité de l'eau et l'alimentation en ions  $\text{Ca}^{+2}$  [59].

Pendant l'hydratation, les résultats des pâtes d'un mélange binaire (ciment Portland-Poudre de calcaire) et ternaire (ciment Portland-Cendre volante-Poudre de calcaire) avec un rapport E/C égale à 0.5 (Figure III-4 et III-5), montrent que la taille des particules de la poudre de calcaire (5-20 $\mu\text{m}$ ) a eu une influence significative sur la chaleur d'hydratation observée. Le taux d'hydratation a été accéléré par les particules de 5 $\mu\text{m}$  contrairement au 20 $\mu\text{m}$ . Toutefois, le dégagement de chaleur total de ce mélange ternaire avec les deux tailles de particules, était inférieur au ciment Portland [60].

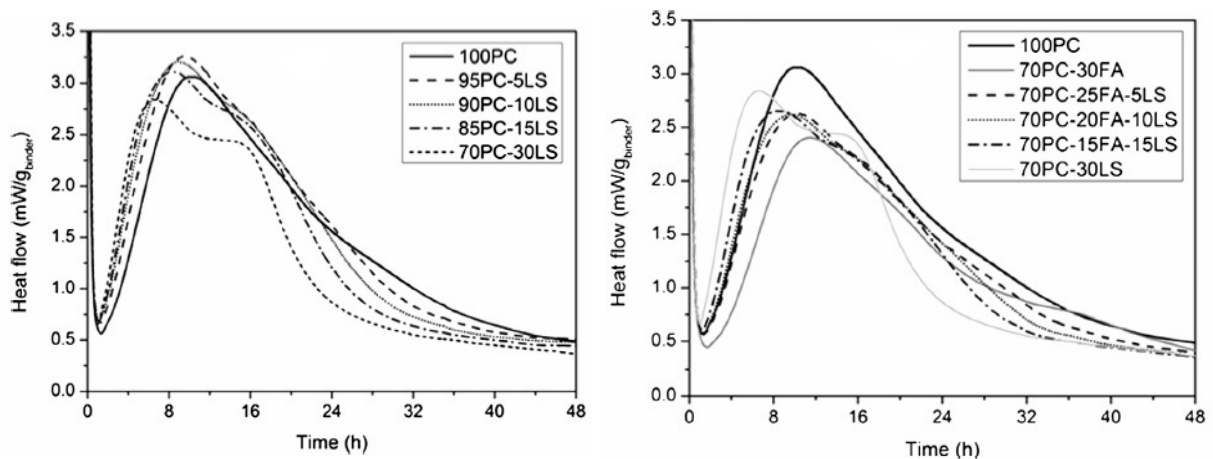


Fig. III.4. Dégagement de chaleur du mélange binaire et ternaire avec les particules à 5 $\mu\text{m}$ . [60]

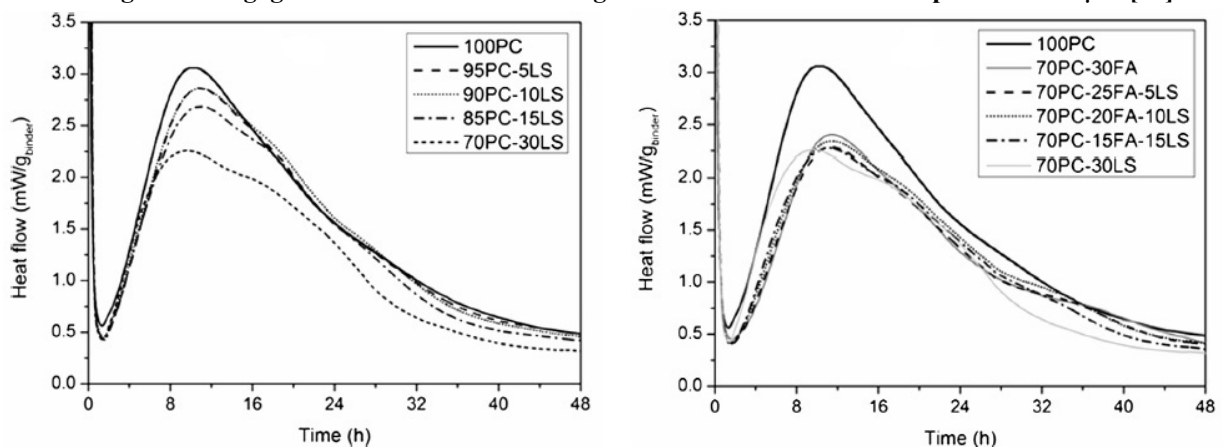


Fig. III.5. Dégagement de chaleur du mélange binaire et ternaire avec les particules à 20 $\mu\text{m}$ . [60]

Dans le cas de la fumée de silice (Figure III-6), avec un remplacement de 10% et un rapport E/C variant (0.35-0.4-0.5). L'hydratation est accélérée au fur et à mesure de l'augmentation du rapport E/C et elle se décale de plus en plus vers la gauche. Lorsque la fumée

de silice et les cendres volantes sont ajoutées en même temps que le ciment, la réactivité de la fumée de silice est entravée et l'hydratation du système est significativement retardée.

Au cours de la période dormante, le processus principal est la diffusion des ions de calcium à travers le film d'hydrate. La fumée de silice adsorbe les ions de calcium à sa surface et réduit la concentration des ions  $\text{Ca}^{+2}$  dans la solution, cet effet peut accélérer le processus de diffusion.

Ajouter à cela, la fumée de silice est composée de très petites particules qui, lorsqu'ils sont mélangés avec de l'eau peuvent former des agglomérations et sont couverts d'une couche de gel. L'eau peut s'enfermer dans cette couche. Si le taux E/C est faible, le ciment et l'eau ne sont pas en plein contact, ajouter l'adsorption de la fumée de silice (qui diminue la teneur en eau disponible pour l'hydratation du ciment), elle entraîne moins de prise de ciment dans le cadre du processus d'hydratation. Ainsi, la fumée de silice agit comme un ralentisseur de ce processus [61].

Par exemple autour de chaque grain de ciment Portland, il y a environ 100.000 grains de fumée de silice [62]. Il est clair que ce nombre dépend de la taille du ciment, des particules et des pourcentages de fumée de silice dans le mélange.

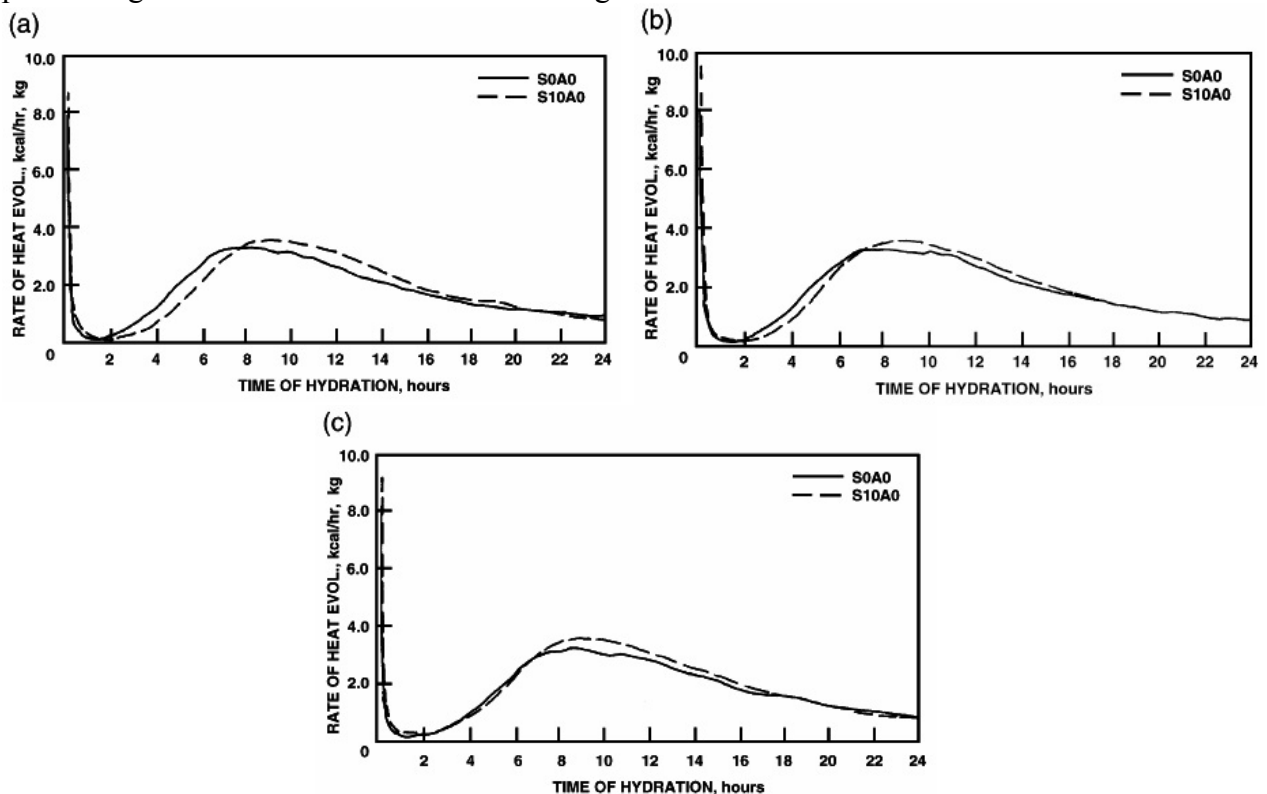


Fig. III.6. Dégagement de chaleur d'un mélange ciment Portland-Fumée de silice : a) E/C=0,35. b) 0,4. c) 0,5. [61]

### III-2-Mesure du coefficient de diffusion des chlorures

En plus des propriétés physiques élémentaires, la porosité et la masse volumique par exemple, le coefficient de diffusion est un paramètre fondamental pour décrire la pénétration des chlorures dans les matériaux cimentaires. De nombreuses méthodes expérimentales ont été développées ces dernières années pour comprendre les phénomènes de transport des chlorures. Mesurer le coefficient de diffusion et prédire la durabilité potentielle d'une structure.

Les essais sont systématiquement réalisés en conditions saturées et sans gradient de pression pour que seul le phénomène diffusif intervient. La solution de saturation contient généralement de l'eau de chaux ou de l'hydroxyde de sodium et de l'hydroxyde de potassium (NaOH et KOH) pour limiter la modification du pH et des équilibres chimiques. De plus, les différents dispositifs de mesure utilisent des compartiments contenant, hormis les chlorures, une solution support à base de NaOH et/ou KOH pour éviter au maximum la lixiviation des alcalins du béton.

Le schéma suivant (Figure III-7) propose une synthèse des méthodes de mesure et des coefficients de diffusion obtenus.

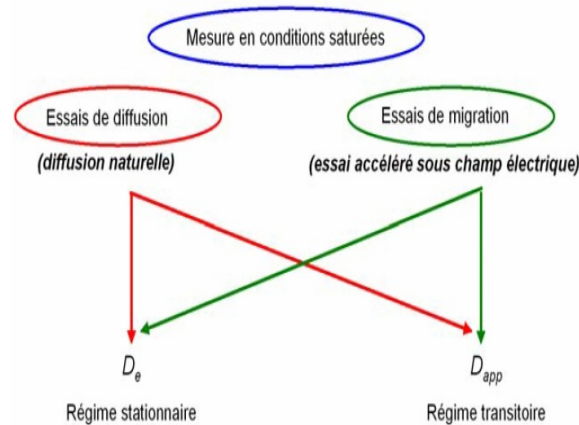


Fig. III.7. Organigramme des méthodes de mesure du coefficient de diffusion des chlorures.

## 2-1-Mesure en diffusion naturelle

### 2-1-1-Essai de diffusion en régime stationnaire

Un échantillon de béton saturé est disposé entre deux compartiments de concentrations en chlorures différentes, le plus souvent nulle dans le compartiment aval. Sous l'effet du gradient de concentration de part et d'autre de l'éprouvette, les chlorures diffusent au travers de celle-ci de l'amont vers l'aval. Cet essai est plus communément appelé essai de diffusion. Le gradient de concentration est maintenu constant en renouvelant régulièrement les solutions dans les compartiments. Le dispositif est présenté schématiquement sur la figure III-8.

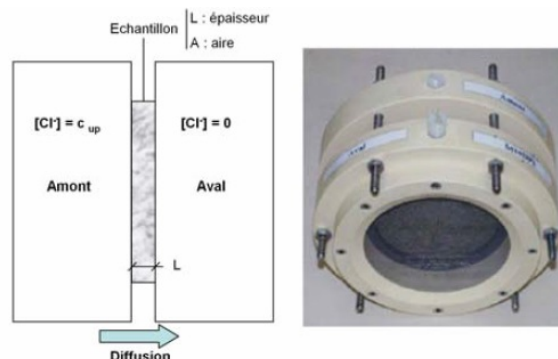


Fig.III.8. Principe de la cellule de diffusion.

La durée de cet essai est fonction de l'épaisseur de l'échantillon et des caractéristiques du béton comme le type de ciment, le rapport E/C, la taille des granulats... Cependant, le délai d'obtention du régime permanent est très long, plus d'un an pour un échantillon d'un béton ordinaire de 3 cm d'épaisseur.

### 2-1-2-Essai de diffusion en régime transitoire

Un échantillon de béton saturé est placé en immersion dans une solution à forte concentration en chlorures. La différence fondamentale avec l'essai précédent provient de la mesure : au lieu d'étudier le flux de chlorures, c'est le profil de concentration en chlorures dans l'échantillon qui est déterminé à un instant donné. Cet essai est souvent appelé essai d'immersion. Le principe est décrit sur la figure III-9.

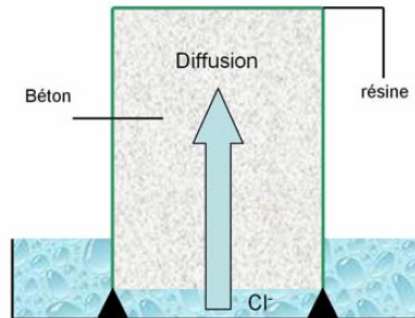


Fig. III.9. Principe de l'essai d'immersion.

Pour mener cet essai, un échantillon de béton, généralement cylindrique, est rendu étanche sur toutes les surfaces, sauf une des bases par laquelle la diffusion des chlorures va intervenir. Cette étanchéité est nécessaire pour assurer une pénétration unidimensionnelle des chlorures. La surface accessible est exposée à une solution salée pendant une durée déterminée. La méthode nordique NT Build 443, recommande une immersion minimale de 35 jours dans une solution de chlorures de sodium à 165g/l, tandis que la procédure AASHTO T259, prévoit une durée de 90 jours et une solution de NaCl à 3 % (30g/l).

L'avantage principal de cet essai est d'être une bonne simulation des conditions d'expositions réelles avec une durée d'essai acceptable. Cependant, la procédure d'obtention du profil en chlorures est très longue et fastidieuse.

### 2-2-Mesure sous champ électrique

Le processus de diffusion reste un processus lent. L'essai de diffusion et d'immersion ne sont pas satisfaisants pour un béton au jeune âge (évolution de la microstructure pendant la durée de l'essai) ou encore en cas de besoin d'un résultat rapide (nombreux essais, comparaison de différents bétons...). Des essais de migrations ont été développés afin d'accélérer le transport des chlorures. Il s'agit d'appliquer une différence de potentiel de part et d'autre de l'échantillon de béton par l'intermédiaire d'électrodes. Sous l'influence du champ électrique créé, le mouvement des chlorures, ainsi que celui des autres espèces ioniques, est accéléré vers l'électrode de signe opposé.

#### 2-2-1-Essai de migration en régime stationnaire

Le principe de l'essai est identique à celui de la cellule de diffusion avec en plus la mise en place des électrodes fixées sur les deux faces de l'échantillon avec relié à un générateur de tension. L'éprouvette de béton saturé est placée entre les deux compartiments amont, contenant la solution salée et la cathode (signe négatif), et aval, sans chlorures et contenant l'anode (signe positif). Sous l'effet du champ électrique, les chlorures migrent de la cathode vers l'anode. Le dispositif est présenté schématiquement sur la figure III-10.

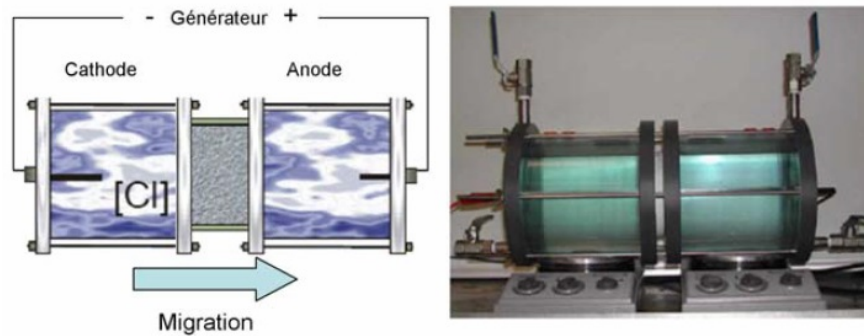


Fig. III.10. Principe de la cellule de migration.

Le générateur de tension est réglé le plus souvent dans ce type d'essai afin d'obtenir un champ électrique de l'ordre de  $4\text{V/cm}$  (soit  $12\text{ V}$  pour un échantillon de  $3\text{ cm}$ ). Cette valeur reste suffisante pour obtenir une bonne accélération du mouvement des chlorures, mais n'est pas trop élevée afin d'éviter une augmentation excessive de la température et l'apparition de perturbations au niveau des électrodes, notamment la formation d'hypochlorite [63].

### 2-2-2-Essai de migration en régime transitoire

Le dernier essai présenté ici est le plus rapide puisqu'il combine à la fois l'utilisation d'un champ électrique et l'exploitation en régime non permanent. Il présente le principal avantage de fournir un résultat au bout de 24 heures. Le principe est de mettre en place une éprouvette de béton saturé entre deux compartiments de solution amont et aval avec deux électrodes disposées sur chaque face du béton. Sous l'influence du champ électrique créé, les chlorures se déplacent par migration de la cathode à l'anode. Pendant le régime transitoire, les chlorures traversent l'échantillon en formant un front avançant à vitesse constante. Le régime permanent est atteint lorsque la concentration en chlorures est constante dans l'échantillon.

La figure III-11 présente le matériel utilisé de la norme NT Build 492. Le compartiment amont contient une solution de chlorure de sodium à  $10\%$  en masse (environ  $2\text{M}$  ou  $110\text{ g/l}$ ) et en aval une solution d'hydroxyde de sodium à  $0,3\text{ M}$ .

Au début de l'essai, une différence de potentiel de  $30\text{ V}$  est appliquée à l'échantillon de  $5\text{ cm}$  d'épaisseur. La tension est ensuite ajustée en fonction de la qualité du béton de telle sorte qu'au bout de 24 heures (temps de l'essai), le front de pénétration n'atteigne pas l'extrémité de sortie de l'éprouvette. La qualité du béton est évaluée sur la base de la mesure du courant traversant l'échantillon à l'application des  $30\text{ V}$ .

A la fin de l'essai, l'éprouvette est rompue par fendage et la profondeur de pénétration des chlorures, notée «  $x_d$  », est mesurée par pulvérisation d'un révélateur, le nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$ .

La rapidité de l'essai permet d'obtenir le coefficient de diffusion en 24 heures, sans intervention quelconque pendant cette durée, contrairement aux essais en régime permanent qui nécessitent des prélèvements pour dosage.



Fig. III.11. Principe de migration rapide

Les coefficients reportés montrent une bonne linéarité entre le régime stationnaire et transitoire [64], mais le coefficient à l'état transitoire est supérieur au coefficient de l'état stationnaire. Il est possible qu'une partie des ions chlorure liés aux produits d'hydratation, ont été bloqués dans les fines pores dans l'état stationnaire ce qui réduit ce coefficient à cet état. La différence du temps pour atteindre les deux états n'affecte en aucun cas ces deux coefficients.

Des essais de diffusion sous champ électrique ont été par exemple effectués sur des bétons de plusieurs rapports E/C (0.35-0.45-0.55-0.65) avec une substitution de 25 % du CEMI (C) par le laitier (S) et cendres volantes (F) [65]. Les auteurs remarquent que l'addition minérale améliore la distribution de la taille et la forme des pores du béton, car l'hydratation du laitier et les cendres volantes amène plus de gel C-S-H (figure III-12).

Dans le cas de la kaolinite, un remplacement de 1, 3, 5, 7 et 9% de la masse du ciment a été effectué avec un rapport E/C = 0.5. Ce remplacement améliore la structure des micro-pores et limite l'introduction des ions chlorure. A 5% une réduction de 53.03% à 28 jours a été enregistrée dans le mortier, cette amélioration augmente à fur et à mesure du pourcentage [66].

Dans le cas de la fumée de silice, c'est comme un béton de hautes performances, elle développe la diffusivité, la perméabilité du béton ainsi que la densification de la microstructure. Le gel CSH pouzzolanique est moins diffusible et moins perméable que le gel CSH classique d'un béton CEMI.

Jusqu'à 8% de remplacement, il y a une diminution soudaine de la diffusivité. De 8% à 12%, il y a une légère diminution de la diffusivité, mais au-delà de 12% les courbes sont constantes. Ce qui indique que 12% est le niveau optimal de remplacement. D'un autre côté la diffusivité augmente à mesure que le rapport E/C augmente. Ainsi la fumée de silice s'avère être une addition efficace pour réduire le coefficient de diffusion du béton [67]. (figure III-13)

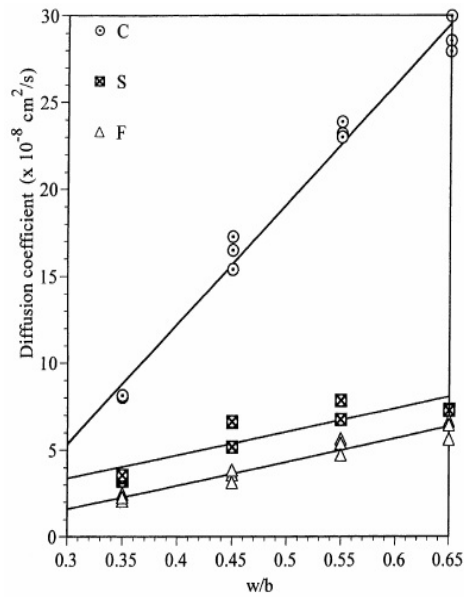


Fig.III.12. Corrélation entre le coefficient de diffusion et le rapport E/C. [65]

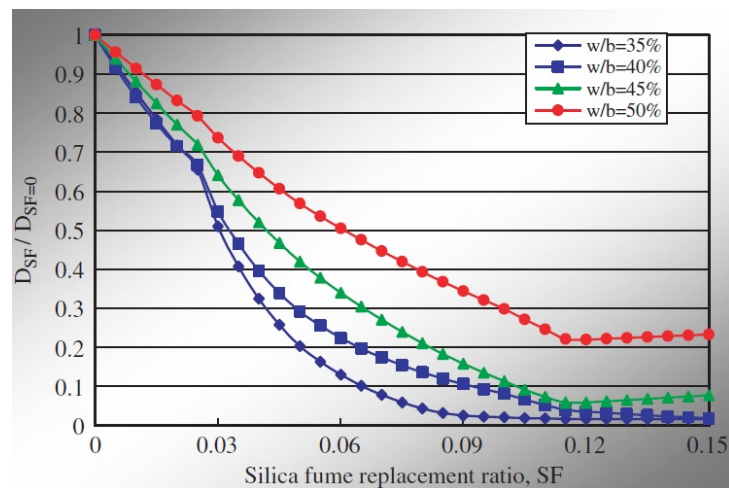


Fig. III.13. Evolution du coefficient de diffusion effectif en fonction du taux de remplacement de ciment CEMI par fumées de silice. [67]

La capacité de fixation a été examinée pour des hydrates synthétisés [68]: portlandite CH, silicate de calcium hydraté CSH, ettringite AF<sub>t</sub>, et monosulfoaluminate AF<sub>m</sub>.

Pour chaque hydrate, une isotherme de fixation est proposée par exposition à des solutions de chlorures à différentes concentrations. L'étude est complétée par des observations au microscope électronique à balayage. Il apparaît que l'AF<sub>m</sub> a une bonne fixation des chlorures, qui est responsable de la formation des sels de Friedel ainsi que le CSH, contrairement à la portlandite et l'ettringite qui n'ont aucune capacité de fixation. Les isothermes obtenues sont présentées sur la figure III-14.

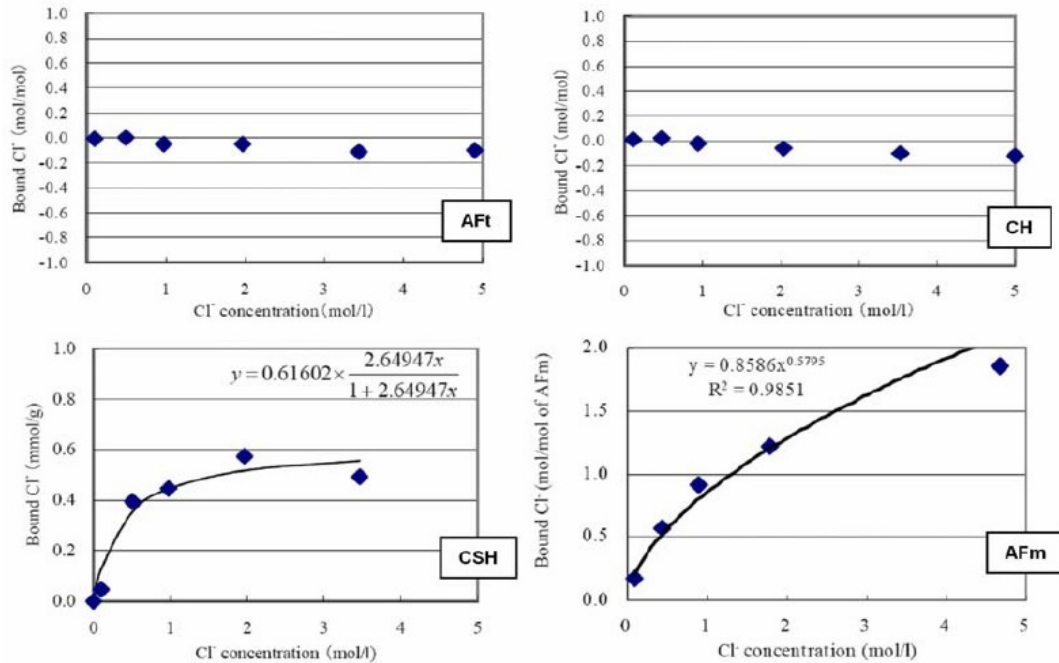


Fig. III.14. Isothermes de fixation des chlorures obtenus sur des hydrates synthétisés.[68]

### III-3-La porosité et la structure poreuse

La durabilité des matériaux à base de ciment dépend essentiellement des propriétés de transfert en général et la diffusion en particulier. L'identification du réseau poreux (porosité, distribution des tailles de pores,...) détermine les propriétés de transfert et elle est donc un indicateur de premier ordre dans la prédiction de la durabilité des structures en béton et en béton armé. Plus le matériau est poreux plus les espèces agressives ont la possibilité de pénétrer et de générer des dommages potentiels.

En général, de 20 à 50 % du volume de la pâte, est constitué par des pores. Le volume et la forme des vides influent sur la qualité des matériaux durcis. Ainsi les pores conditionnent les propriétés de transfert d'un matériau cimentaire. On distingue deux types de pores:

\*Les macropores (pores capillaires), constituées par des vides entre les hydrates et les anhydres (la taille  $D > 10^{-2} \mu\text{m}$ ).

\*Les micropores (pores du gel ou porosité de CSH), constituées par des vides dans les gels hydratés (la taille  $D < 10^{-2} \mu\text{m}$ ), eux-mêmes sont subdivisées en deux groupes : des micropores (entre 20-30nm) et nanopores ( 2-4nm).

Les pores capillaires occupent la plupart du volume de vide dans le matériau, ils conditionnent les mécanismes de transfert. Leurs volumes diminuent progressivement au cours de l'hydratation et dépend en grande partie du rapport eau/ciment (E/C). Il convient également de souligner que la position de certains pics (macro, micro, nano) de porosité ne dépend pas uniquement de la taille réelle, mais également de leur connectivité. Il a été observé, pour les pics associés à la macroporosité, le déplacement de la position des pics vers l'accès est diminué avec la connectivité. A l'inverse, les pics liés à la microporosité et la nanoporosité n'évoluent pas avec les changements de connectivité [69].

### 3-1- Comparaison entre les matériaux à base de ciment ordinaire et composé

Les additions minérales dans une pâte de ciment développent une microstructure différente de celle des pâtes à base de ciment ordinaire, modifiant ainsi les propriétés physico-

chimiques. Aux jeunes âges (jusqu'à 28 jours), la porosité est plus faible pour la pâte de ciment CEM I. Au cours du temps la porosité diminue mais, elle ne varie plus beaucoup entre 28 jours et un an, contrairement aux pâtes où le ciment contient des ajouts, les réactions d'hydratation et/ou pouzzolaniques sont actives. Au bout d'un an, les pâtes à base de ciment composé présentent de plus faibles porosités.

Gallé C. [70] a effectué des mesures de porosité et de taille des pores par des méthodes différentes (porosité à l'eau et au mercure) sur des pâtes à base de ciment CEM I et CEM V (avec laitier des hauts fourneaux) âgées de 5 et 12 mois de même rapport E/C (0.4-0.5-0.6). Les résultats montrent que la porosité accessible à l'eau de la pâte de CEM V est plus élevée que celle de CEM I (Figure III-15).

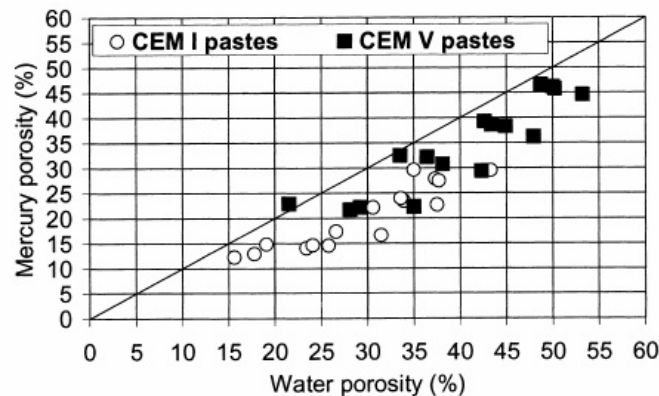


Fig. III.15. Relation entre la porosité à l'eau et au mercure des pâtes CEM I et pâtes CEM V. [70]

Dans les pâtes à CEM I, les distributions de taille des pores sont généralement caractérisées par des pores capillaires (macropores) au voisinage de  $0.1 \mu\text{m}$ , avec une deuxième classe d'accès de pores détectée dans les régions situées autour de  $0.02 \mu\text{m}$  (micropores). À l'inverse les pâtes à CEM V ont une porosité étroite et centrée vers une microporosité ( $<0.02 \mu\text{m}$ ) comme l'indique la figure III-16.

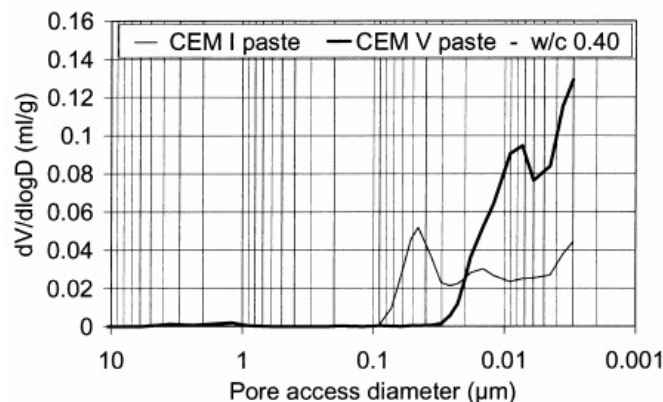


Fig. III.16. Comparaison de la distribution de taille des pores des pâtes à base de CEM I et CEM V. [70]

Selon certains auteurs, l'addition de cendres volantes et d'autres additifs dans le ciment augmente la porosité totale du mortier, mais elle diminue avec l'avancement du temps, en raison du remplissage progressif des pores par les produits d'hydratation des matériaux cimentaires. La porosité totale de tous les ciments composés augmente, mais l'ampleur de cette hausse est

variable, selon l'addition utilisée ; comme exemple l'augmentation est plus importante pour les mélanges de cendre volante et relativement moins pour les mélanges au calcaire et de chaux [71,72].

La durée de vie d'un ouvrage en béton est très souvent liée à la capacité du matériau cimentaire à empêcher les agents agressifs de pénétrer dans sa porosité. Dans les milieux poreux, le transfert de matière peut s'effectuer, selon deux processus généraux, différenciés par la nature de leur moteur, ces propriétés sont utilisées en génie civil comme indicateurs de durabilité [73]:

\*Le transfert d'un fluide sous l'effet d'un gradient de pression est nommé perméabilité. Deux principales grandeurs lui sont associées, la perméabilité au gaz et la perméabilité à l'eau.

\*Sous l'effet d'un gradient de potentiels chimiques, assimilé le plus souvent à un gradient de concentration des espèces solubles qui vont se déplacer (agitation aléatoire à l'échelle moléculaire) : c'est la diffusion.

### III-4-Le retrait

Le retrait est une diminution de volume liée à la dessiccation du matériau cimentaire, au moment de la mise en œuvre puis au cours du vieillissement de l'ouvrage. Cette diminution crée des contraintes de traction dans le matériau. Si ces contraintes sont plus importantes que la limite de rupture, il y a rupture du matériau, ce qui se traduit par des fissures.

Le phénomène a été observé dès les premières utilisations et fait encore aujourd'hui l'objet de recherches. Beaucoup de facteurs influent sur le retrait et ses conséquences et il est difficile d'en faire l'analyse exhaustive. Les désordres causés par le retrait se caractérisent essentiellement par des fissures, dont la gravité est à analyser en fonction de la nature des pièces affectées et de leur environnement. Il existe différents types de retrait.

#### 4-1-Types de retrait

##### 4-1-1-Retrait chimique

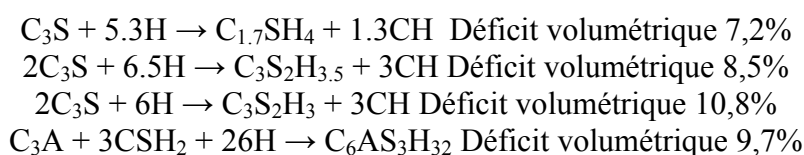
Ce phénomène résulte directement des réactions d'hydratation du ciment. Il y a une perte de volume entre les réactifs et les produits de réaction (Tableau III-1). Cette perte volumétrique également appelée contraction Le Chatelier est à l'origine du retrait chimique :



Tableau III.1. Exemple de réaction d'hydratation.

	<b>2C<sub>3</sub>S</b>	<b>6H<sub>2</sub>O</b>	<b>C<sub>3</sub>S<sub>2</sub>H<sub>3</sub></b>	<b>3Ca(OH)<sub>2</sub></b>	<b>Unité</b>
<b>Poids</b>	456.6	108	342	222.3	g
<b>Masse volumique</b>	3.15	1	2.71	2.24	g/ml
<b>Volume</b>	145.0	108	123.4	99.2	ml

Il est également présent pour toutes les réactions d'hydratations initiales et tardives :



4-1-2-Le retrait endogène

Le retrait endogène est égal au retrait chimique absolu moins le volume de vide contenu dans les pores à l'intérieur du matériau. Le retrait endogène constitue le retrait apparent depuis l'extérieur du matériau. Le schéma ci-dessous explique le phénomène (Figure III-17).

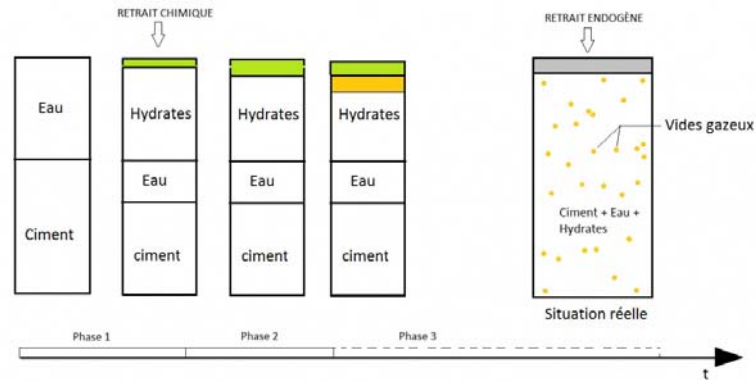


Fig.III.17. Exemple de retrait endogene dans le matériau cimentaire.

Dans le cas du béton l'évolution du retrait endogène diffère d'un béton à l'autre, mais la valeur maximum atteinte au bout de 3 ans est d'environ 100 µm/m. Pour des bétons de rapport E/C de 0.43 à 0.58 le retrait endogène est 150µm/m maximum (Figure III-18).

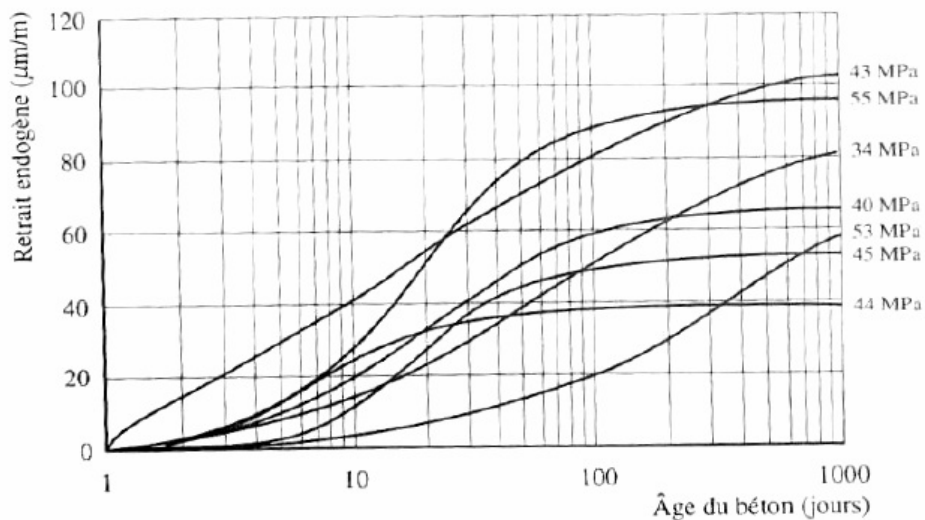


Fig.III.18. Retrait endogène pour différents bétons ordinaires de E/C supérieur à 0,45.

Pour les pâtes de ciment le retrait endogène est de l'ordre de 700,600 et  $250 \times 10^{-6}$ . Pour les pâtes avec E/C=0.45, 0.50, 0.60 au bout d'un an, le retrait varie peu après 250 jours de mesure.

4-1-3- Le retrait thermique

Les réactions d'hydratation sont exothermiques et il s'en suit une dilatation du béton suivi d'un refroidissement du matériau. La cause première de cet échauffement est la formation d'ettringite. Une fois la prise faite, la baisse de température du béton produira une rétraction. Cette contraction thermique peut entrainer des contraintes internes pouvant donner naissance à des fissures.

L'hydratation du ciment dégage une forte chaleur, dans les pièces massives (piliers, barrages) le cœur du béton peut monter jusqu'à 70°C voire plus. A cause d'une mauvaise conductivité thermique, il en résulte un gradient de retrait entre le cœur du béton et la surface superficielle au niveau des bords, le contact avec l'air (ou un coffrage non isolant) permet la diffusion rapide de la chaleur [74]. Il se produit une compression au centre (dilatation) et une traction aux bords (rétractation) ; le centre et les bords étant mécaniquement liés, ce gradient de contraintes a tendance à fissurer le matériau.

Le retrait thermique se manifeste, suivant les éléments de structure considérés, de quelques dizaines d'heures à quelques semaines après la mise en œuvre du béton, la durée augmentant avec la taille de la pièce.

#### **4-1-4-Le retrait plastique**

Dans les ouvrages en béton, les fissures peuvent se produire même avant que le matériau ait atteint une force significative, c'est-à-dire dans les six premières heures après le coulage. Le rétrécissement capillaire est souvent désigné comme un retrait plastique, car il a lieu dans la phase plastique des matériaux à base de ciment et il se manifeste souvent dans les planchers ou les dalles. Ces fissures à jeune âge se produisent principalement dans les taux d'évaporation d'eau élevés.

Ce type de retrait est influencé par le taux d'évaporation qui dépend de l'air et de la température du béton, la vitesse du vent et de l'humidité relative. D'autres influents sont la composition de béton, la géométrie de l'éprouvette, les conditions de coulée et des contraintes provoquées par des conditions aux limites mécaniques ou de renforcement.

La longueur des fissures de retrait plastique, varie entre 50 mm et 1000 mm et l'espacement des fissures entre 50 mm et 700 mm. La largeur de la fissure correspondant peut atteindre jusqu'à 2 mm [75].

#### **4-1-5-Le retrait de dessiccation**

Il s'agit du départ de l'eau depuis les pores capillaires et les pores de gel de la pâte de ciment vers l'extérieur du matériau cimentaire à l'état durci. En ce sens le retrait de dessiccation constitue la suite logique du retrait plastique. Les mécanismes d'origine sont complexes. Les dépressions capillaires, la pression disjonctive et les tensions de surface des hydrates sont autant de causes qui dépendent de plusieurs paramètres dont les conditions d'humidité relative et le gradient hydrique dans le matériau, car l'augmentation du dosage en eau et la diminution du volume de la pâte de ciment entraînent une augmentation des valeurs de retrait de dessiccation [76].

Le mécanisme du retrait par dépression capillaire se manifeste lorsque les trois phases (solide, liquide, gaz) sont en présence. Entre 40 et 100% d'humidité relative, la différence hygrométrique entre le milieu ambiant et le matériau cimentaire crée un déséquilibre thermodynamique. Il apparaît ainsi une différence de pression (entre le liquide et le gaz), appelée pression capillaire qui s'intensifie avec le séchage [77]

D'autres recherches mettent en évidence le deuxième mécanisme de variation de pression de disjonction lors d'une variation d'humidité entre 30 et 50% sur une plaquette de quartz. Le

retrait ayant lieu pour une humidité relative inférieure à 40% est généralement attribué à la variation de la tension superficielle, qui dépend de la quantité d'eau adsorbée [78].

Le retrait de dessiccation se caractérise par sa lenteur et son amplitude plus faible que le retrait plastique (de l'ordre de 10 à 20 fois). En effet, l'eau est présente en moins grande quantité ; d'autre part le squelette solide l'emprisonne et ralentit ainsi l'évaporation. De ce fait, pour des pièces très épaisses (barrages par exemple), le temps de séchage peut se chiffrer en centaines d'années. Pour des bétons et constructions ordinaires, ce sont principalement les conséquences (de ce retrait) que l'on veut palier, en créant des joints de retrait qui vont permettre de guider la localisation des fissures.

Ces types de retrait s'entremêlent entre eux, car dès l'hydratation du ciment le volume absolu diminue des matériaux cimentaires (Figure III-19). D'un point de vue technique, le retrait endogène peut être divisé en deux parties: retrait plastique qui est généré au cours de la période d'induction et retrait de dessiccation qui se produit après la prise.

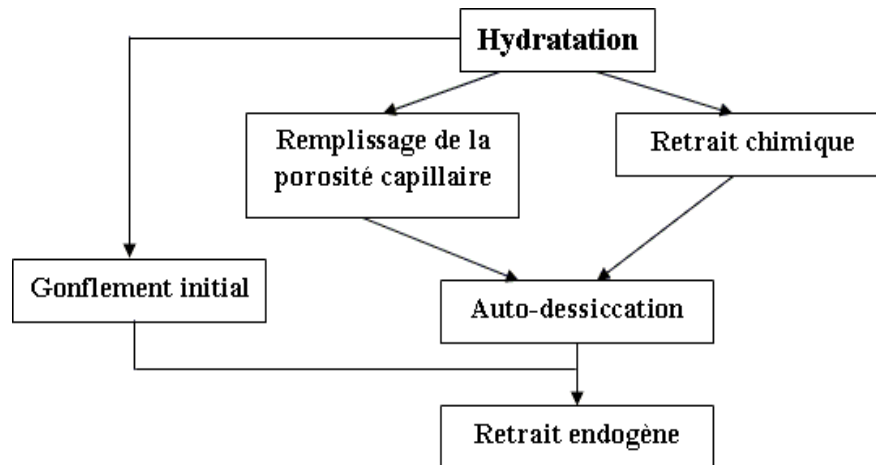


Fig. III.19. Mécanisme de retrait à jeune âge.

Les trois causes citées précédemment (Les dépressions capillaires, la pression disjonctive et les tensions de surface), ne sont pas les seules raisons de cette réduction de volume, d'autres caractéristiques contribuent aussi au mécanisme du retrait.

-Dans le clinker ; Le taux de chaux libre qui existe peut engendrer un gonflement initial. Le rapport des alcalis ( $\text{SO}_3/\text{K}_2\text{O}$ ) joue un rôle dans le phénomène, car s'il est supérieur à 1 ça veut dire que le  $\text{K}_2\text{O}$  est lié au  $\text{SO}_3$ , s'il est inférieur à 1 ça veut dire que la partie qui reste du  $\text{K}_2\text{O}$  non liée au  $\text{SO}_3$  est une solution solide dans la structure des phases de clinker, principalement en  $\text{C}_3\text{A}$ . Une quantité importante de  $\text{K}_2\text{O}$  en  $\text{C}_3\text{A}$  stabilise la forme orthorhombique. Une faible quantité de  $\text{K}_2\text{O}$  stabilise la forme cubique. Le troisième paramètre, est la cristallinité du système  $\text{C}_3\text{A}$  [79].

-Dans le ciment ; Un grain plus fin de ciment (entre  $3390\text{-}7430\text{ cm}^2/\text{g}$ ), conduit à un plus grand retrait à un âge précoce (Figure III-20). Un ciment avec une finesse de  $5570\text{ cm}^2/\text{g}$  ou plus, subit un retrait endogène de  $1000\text{ à }1200 \times 10^{-6}$  à 24 h [80].

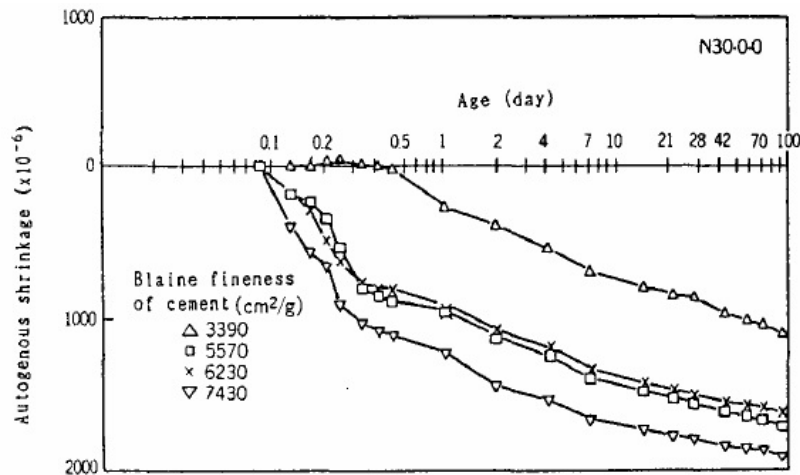


Fig.III.20. Influence de la finesse du ciment sur le retrait.[80]

Tous les bétons au laitier ont un retrait endogène plus important que les bétons au ciment portland avec les mêmes rapports E/C. De plus, le retrait endogène augmente avec l'accroissement du pourcentage de remplacement du laitier. Ce retrait de béton contenant le laitier peut être dû à la contraction chimique supérieure à celle du béton de ciment Portland pur. L'utilisation du laitier diminue les pores dans la structure du ciment, ce qui contribue à une humidité relative plus faible, ceci augmente le degré d'auto-dessiccation à l'intérieur de la pâte de ciment [81].

### III-5-Le temps de prise

La prise est le début de la solidification et le durcissement d'un mélange cimentaire (pâte- mortier ou béton). Le temps de prise initiale est défini comme le temps écoulé entre l'addition de l'eau et le moment où la pâte cesse d'être fluide et plastique, c'est la limite pour l'emplacement du matériau cimentaire. La prise finale indique le début du développement de la résistance mécanique.

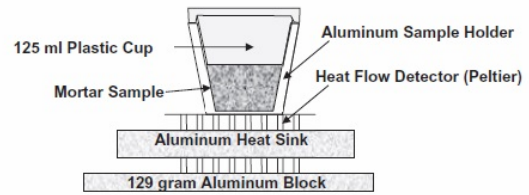
La connaissance de la mise en comportement est extrêmement importante dans le domaine de la construction en béton. Cette information est utile dans la planification des différentes étapes des opérations de construction, tels que le transport, le placement, le compactage, la finition et le démoulage du béton.

De nombreux facteurs influencent le temps de prise, y compris le rapport E/C, la température lors du malaxage et de durcissement, le type de ciment, source, dosage, contenu et sa finesse [82].

En variant le rapport E/C de (0.35-0.4-0.5-0.6) et la finesse de (399-364-302) m<sup>2</sup>/mg, le temps de prise augmente avec l'augmentation du rapport E/C et la diminution de la finesse, selon l'étude de Hu et al. [83], qui a fait une corrélation entre le test de la norme ASTM C403 et le test de calorimétrie isotherme (figure III-21).



(a) Inside look of isothermal test units



(b) Configuration of the isothermal test module

Fig.III.21. Dispositif du test de calorimétrie isotherme. [83]

A propos des ajouts cimentaires, les chercheurs trouvent différents effets variables du comportement à prise.

Par exemple, la fumée de silice, la cendre volante, le laitier des hauts fourneaux et le métakaolin ont tendance à retarder le temps de prise. Pour les trois premiers, l'augmentation du pourcentage d'ajouts conduit à un retard du temps de prise, mais au-delà de 10 % dans le cas du métakaolin, le temps de prise commence à diminuer.

Dans le cas du métakaolin d'autres chercheurs ont énoncé que le mélange le plus lent est de 20%. Ce pourcentage nécessite 205 minutes pour la prise initiale, contre 105 minutes pour le mélange de référence. Ce passage de 100 minutes est dû à la demande en eau qui est passée de 27.5% pour le mélange référence à 41.0% pour le mélange à 20% de métakaolin. A savoir que le mélange à 10% a enregistré une demande en eau de 32.5% avec un début de prise à 155 minutes [84].

Inversement, d'autres scientifiques en utilisant la cendre volante ont trouvé qu'à fur et à mesure de l'augmentation du pourcentage (5-25%), le temps de prise initial passe de 220 minutes pour le mélange à 5% à 245 minutes avec le mélange 25%, contre 210 minutes pour la référence. Signalons dans ce travail la demande toujours accrue de l'eau pour avoir une consistance normale (Figure III-22) [85].

Dans le cas du métakaolin d'autres ont trouvé que le temps de prise avec le métakaolin comme ajout est plus court par rapport à la référence en utilisant l'appareil Vicat et un rapport E/C égal à 0.4 [86].

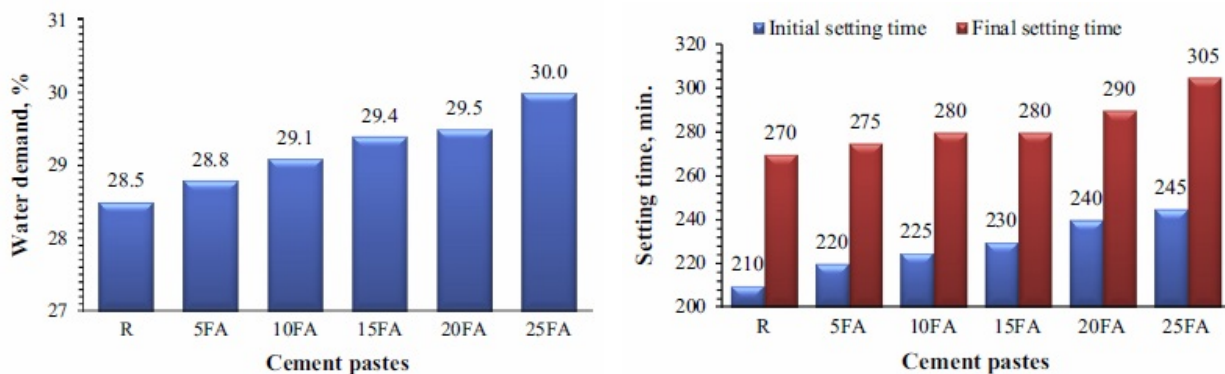


Fig.III.22. La demande en eau et le temps de prise d'un mélange ciment/ cendre volantes.[85]

### III-6-L'activité pouzzolanique

Comme son nom l'indique, c'est la recherche de réaction se produisant entre une pouzzolane et la chaux en présence d'eau. Plusieurs techniques sont utilisées afin de déterminer le degré de pouzzolanicité et quantifier la chaux libre dans le système. Ces techniques sont soit directes ou indirectes.

#### 6-1-Les méthodes directes

Les méthodes directes, consistent à surveiller la présence de la portlandite au fur et à mesure de l'avancement de la réaction d'hydratation du matériau cimentaire. Pour arriver à cette fin, on utilise des méthodes analytiques. Les trois méthodes les plus connues sont :

L'analyse thermogravimétrique (ATG), indique la perte/gain de masse à chaque conversion se produisant au sein du matériau cimentaire. A l'aide de cette perte ou gain de masse on peut à travers des équations simples calculer le taux par exemple de portlandite dans l'échantillon test. On peut citer les travaux d'Antoni et al. [87], qui ont suivi par ATG l'évolution de la portlandite d'un bon nombre de mélange métakaolin, calcaire et ciment pendant 90 jours de cure (Figure III-23).

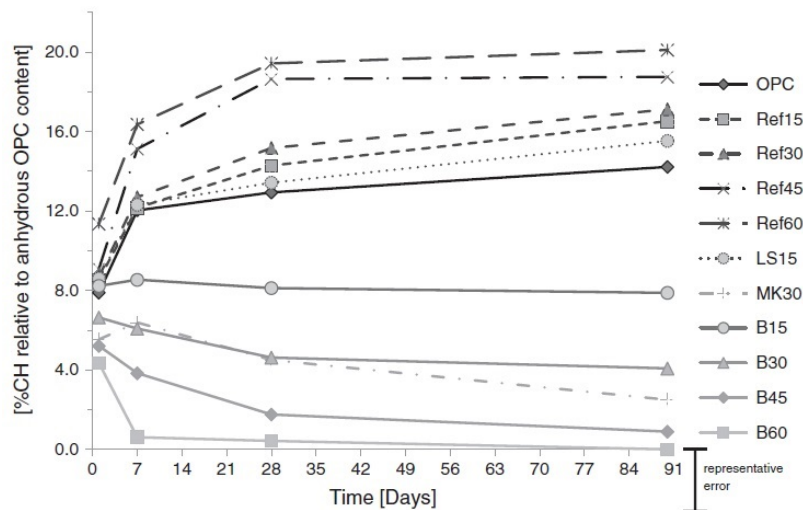


Fig.III.23. Evolution de la teneur de portlandite.[87]

Ils concluent qu'une substitution couplée de métakaolin et de calcaire pour le ciment Portland peut donner d'excellente performance à un âge relativement jeune. A 45% de substitution, un mélange 2/1 de métakaolin et de calcaire donne les meilleures propriétés mécaniques à 7 et 28 jours.

Le titrage chimique classique, est une autre méthode pour apprécier la pouzzolanicité d'un matériau. Il existe différentes techniques, les plus utilisées sont : La méthode Frattini, qui détermine la concentration dissoute de  $\text{Ca}^{+2}$  et  $\text{OH}^-$  dans une solution contenant du ciment CEMI et la pouzzolane test. Ce test est très sensible aux caractéristiques chimiques de la pouzzolane et la teneur en alumine du ciment. La figure III-24 extraite du travail de Talero mené sur 40 ciments pendant 2 ans, démontre le degré de pouzzolanicité de 30 échantillons [88].

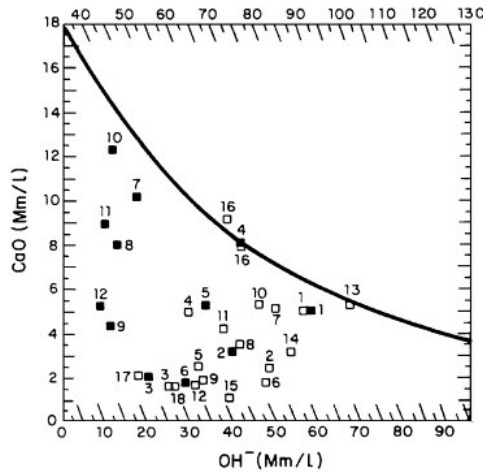


Fig.III.24. Test Frattini des pouzzolanes à 28 jours.[88]

D'autres méthodes découlent de ce test, comme par exemple la méthode dite saturation en chaux où la solution est un mélange de chaux éteinte à la place du CEMI et la pouzzolane test. Le même test mais à 90°C est dit Le test « Chapelle », critiqué par Ambroise, car la température élevée modifie fortement la cinétique de la réaction et la nature des hydrates formés.

Le test Chapelle à 40°C a été élaboré, en suivant la fixation de la portlandite à différentes échéances (Figure III-25) [46].

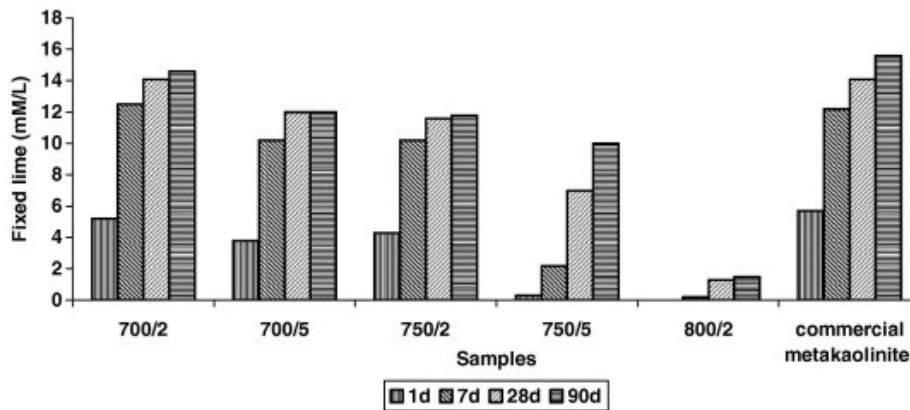


Fig. III.25. L'activité pouzzolanique d'une boue de papier calcinée et d'un métakaolin commercial.[46]

La diffraction des rayons X (XRD), peut donner aussi un indice d'activité pouzzolanique, en suivant l'évolution des phases cristallines, parmi elles, la portlandite, comme l'indique la figure suivante (Figure III-26) [89].

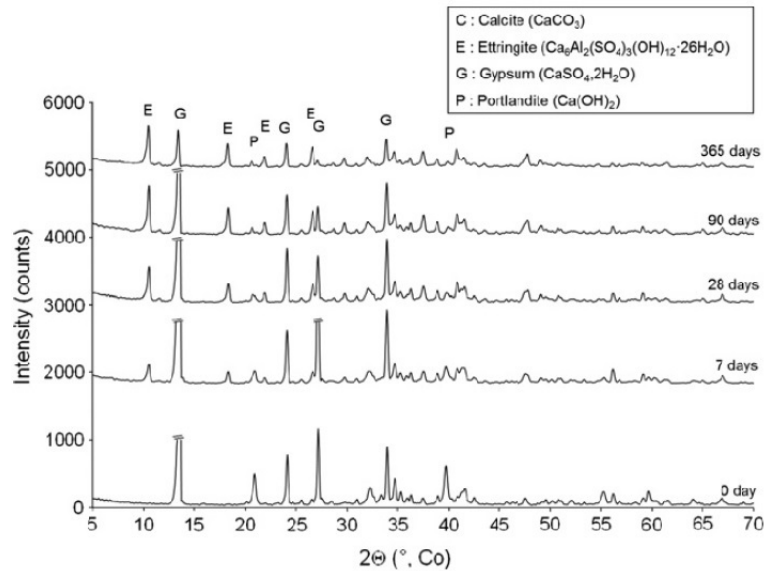


Fig.III.26. Diffractogramme de pâtes avec une pouzzolane naturelle.[89]

6-2-Les méthodes indirectes

Les méthodes d’essai indirectes mesurent une propriété physique de l’échantillon d’essai. Cela peut impliquer la mesure de la résistance à la compression, la conductivité électrique ou l’évolution de la chaleur par conduction calorimétrique.

L’index d’activité faisant le sujet de la norme ASTM C311, est l’essai le plus simple à réaliser, en substituant 20% de ciment par l’ajout testé, on mesure la résistance à 7 et 28 jours et on divise la résistance des mortiers avec ajout sur la résistance du mortier référence. L’activité pouzzolanique est acquise si l’indice est supérieur 75%, comme l’indique la figure III-27 [90].

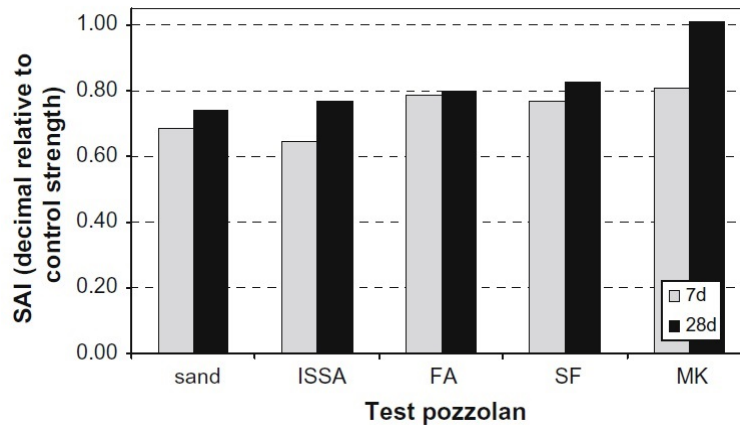


Fig.III.27. L’indice d’activité de certaines pouzzolanes.[90]

La conductivité électrique, consiste à surveiller, à intervalles de temps réguliers 20 ml d’une solution saturée d’hydroxyde de calcium à 40°C, après l’ajout de 2 g du matériau testé. Si le matériau est réactif la conductivité diminue progressivement avec le temps, en raison de la consommation d’ions par la réaction pouzzolanique.

Dans le travail de Tironi et al., ils remarquent une chute après 30 minutes, en raison de la réduction des ions  $\text{Ca}^{+2}$  et  $\text{OH}^-$ , qui est attribuée à la fixation de la portlandite. Après 8 heures d'essai, la conductivité est à peu près constante (Figure III-28) [91].

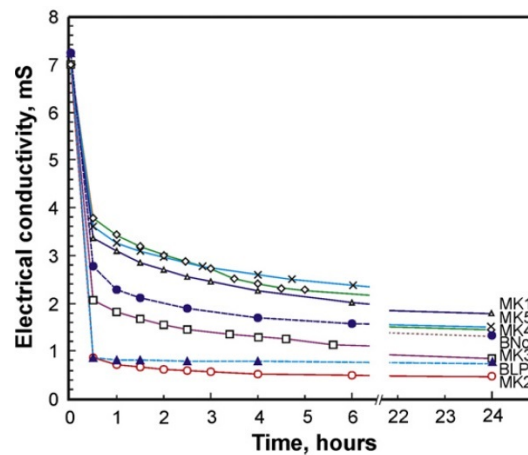


Fig. III.28. La conductivité électrique en fonction du temps d'argiles calcinées.[91]

La température ou la chaleur d'hydratation et leurs évolutions, surtout dans les premiers jours, peuvent aussi être des indicateurs d'activité pouzzolanique. La figure III-29 montre le développement de la chaleur d'hydratation lorsque des ajouts comme le métakaolin ou la fumée de silice sont introduites dans un mortier normalisé [92].

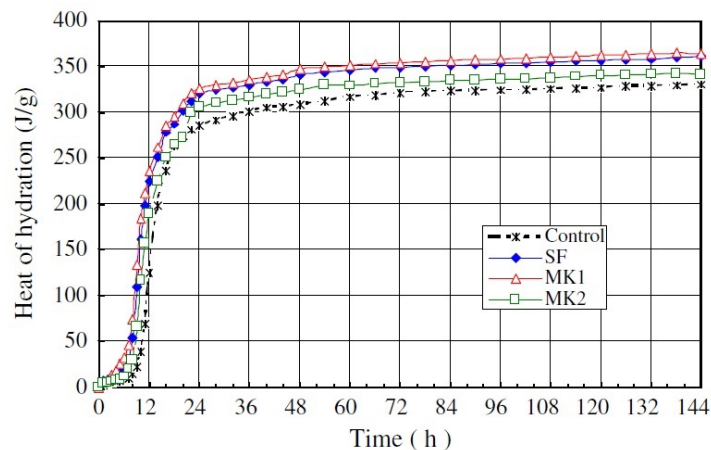


Fig. III.29. Chaleur d'hydratation en fonction du temps.[92]

### III-7-La rhéologie

Après sa nomination en 1929 par Eugène Cook Bingham (1878-1945), la rhéologie (du grec rheo, couler et logos, étude) est devenue une science qui étudie l'écoulement, les déformations, ou en d'autres termes la viscosité des matériaux sous l'effet d'une force ou d'une contrainte. Le but de la rhéologie est la détermination expérimentale de la relation entre la déformation ou la vitesse de déformation et la contrainte  $\varepsilon = f(\tau)$ .

Deux grandeurs permettent de caractériser quantitativement le cisaillement : la vitesse de cisaillement  $\varepsilon'$  et la contrainte de cisaillement  $\tau$ . Il est clair que la valeur de  $\tau$  va croître avec  $\varepsilon'$ , mais le rapport entre ces deux grandeurs va dépendre des propriétés du liquide, ce rapport

s'appelle coefficient de viscosité et on dit que ce corps est un liquide « newtonien » et la formule s'écrit  $\tau = \eta \varepsilon'$  [93].

Dans le cas des matériaux cimentaires, la relation de proportionnalité n'est plus vérifiée, on parle alors d'un comportement « non-newtonien », où une contrainte minimum de cisaillement doit être appliquée, pour entamer l'écoulement. Le développement des rhéomètres pour l'étude des matériaux cimentaires, a permis l'identification du comportement à travers plusieurs modèles. Il en ressort que le modèle de Herschel-Bulkley est le plus adapté pour définir l'écoulement [94].

$$\tau = \tau_0 + \eta(\varepsilon')^n$$

Cependant, la nécessité d'identifier trois paramètres  $\tau_0$ ,  $\eta$ ,  $n$ , rend l'utilisation de ce modèle difficile et coûteux. En pratique, on considère que le comportement des bétons et mortiers suit le modèle de Bingham. Dans ce cas, l'équation d'écoulement est exprimée tel qu'indiqué ci-dessous.

$$\tau = \tau_0 + \eta \varepsilon' \text{ [95].}$$

Le comportement rhéologique des matériaux cimentaires est généralement très complexe, il dépend de plusieurs facteurs [96,97]:

- Facteurs chimiques et minéralogiques : les composants du ciment et les minéraux d'hydratation.
- Facteurs physiques : Le rapport E/C, taille et forme des grains de ciment, etc.
- Conditions de malaxage : type d'agitateur et la vitesse, le temps d'agitation, etc.
- Présence d'additifs : réducteur d'eau, superplastifiant, etc.

De nombreux chercheurs ont étudié l'effet des additions sur les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires. Comme exemple les additions ultrafines comme le laitier des hauts fourneaux, la fumée de silice, les cendres volantes, le calcaire, le gypse anhydre, ont vu leurs propriétés rhéologiques sur la pâte étudiée. Il en résulte que la contrainte d'écoulement diminue avec l'augmentation de l'ajout, mais le calcaire, la fumée de silice, la cendre volante et le laitier diminuent la viscosité de la pâte de ciment, tandis que le gypse anhydre l'augmente lorsque la quantité est inférieure ou égale à 15% [98].

La valeur de la contrainte d'écoulement de mortier de ciment augmente de la même manière avec l'augmentation du taux de substitution des additions minérales (pouzzolane naturelle, et laitier). Au contraire la poudre de calcaire conduit à une diminution de la limite d'élasticité en fonction du taux de substitution. D'autre part, les résultats montrent que l'addition de la pouzzolane naturelle augmente la viscosité du mortier de ciment, tandis que la viscosité diminue lorsque le laitier des hauts fourneaux ou la poudre de calcaire sont utilisés (Figure III-30) [99].

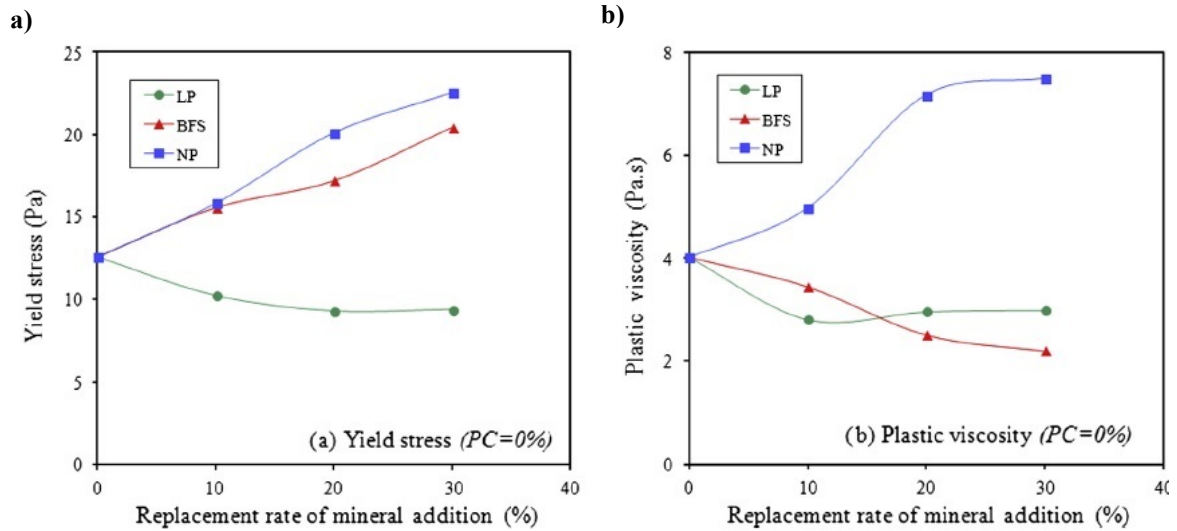


Fig. III.30. a) Contrainte d'écoulement, b) viscosité de mortier avec ajouts sans superplastifiant.[99]

Lorsque le ciment Portland a été remplacé par des particules de boue rouge issue de la production d'alumine à partir de minerai de bauxite (Figure III-31), la maniabilité des mortiers est réduite de manière significative. La surface spécifique élevée de l'ajout, rend la force d'attraction entre les particules plus forte, ce qui implique une tendance à l'agglomération et la réduction de l'eau libre responsable de l'écoulement. Ces facteurs ont augmenté la valeur de la contrainte d'écoulement au cours du temps [100].

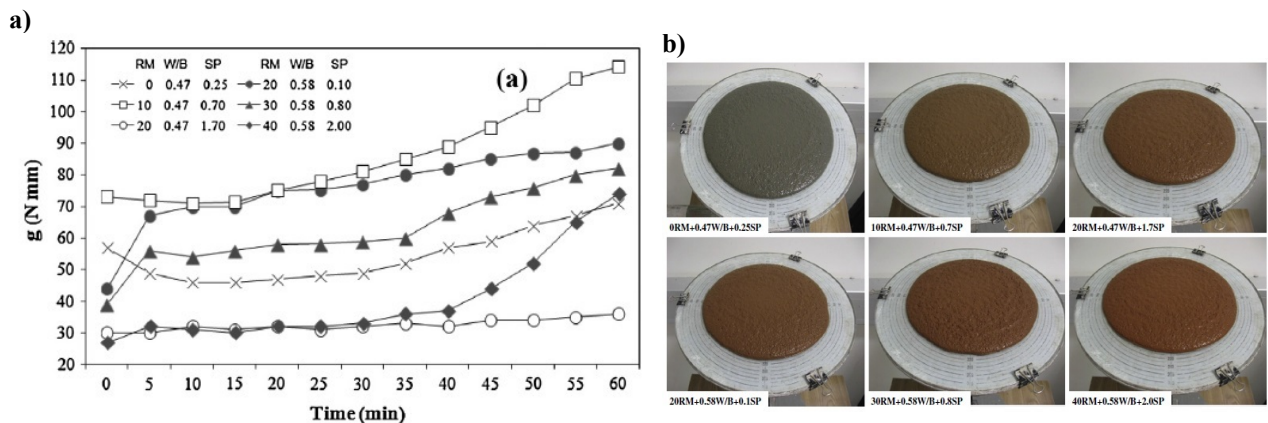


Fig.III.31. a) Contrainte d'écoulement b) flow table test.[100]

# **CHAPITRE IV**

## **Méthodes expérimentales, résultats et discussions**

---

## **IV-1-Méthodes expérimentales**

### **1-1- L'analyse DRX et XRF**

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs.

L'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de distinguer les différentes formes de cristallisation d'un même composé (par exemple pour la silice, elle distingue le quartz de la cristobalite).

Les diffractogrammes X-Ray des différents échantillons ont été enregistrés sur PANalytical X'Pert Pro X-Ray diffractomètre. La longueur d'onde des rayons X utilisés dans ce travail était Cu K $\alpha$  rayonnement avec  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ . Les données ont été recueillies pour chaque échantillon sur les valeurs  $2\theta$  allant de  $4^\circ$  à  $60^\circ$ . La perte au feu a été déterminée, selon la norme européenne EN 196-2 [101].

La fluorescence aux rayons X, est une technique spectrale non destructive, exploitant la photoluminescence des atomes dans le domaine des rayons X, pour établir la composition élémentaire d'un échantillon. L'excitation des atomes généralement par un faisceau de rayons X ou par bombardement avec des électrons, génère des radiations spécifiques après retour à l'état fondamental de l'atome. Le spectre de fluorescence X à l'avantage de dépendre très peu de la combinaison chimique de l'élément, ce qui offre une détermination précise, à la fois quantitative et qualitative. Les données de Fluorescence X (XRF) ont été générées sur spectromètre Philips PW2404 XRF.

### **1-2- L'analyse DSC et TG**

La calorimétrie à balayage différentielle, est basée sur la mesure de la différence de chaleur des réactions thermiques, qui se produisent lors du chauffage entre un échantillon et une référence. La différence entre le flux de chaleur échangé par l'échantillon et celui échangé par le creuset de référence (creuset vide), est mesurée grâce à des thermocouples, placés sous les nacelles. Les variations de températures sont reportées en fonction du temps. La courbe enregistre la différence de chaleur mais, aussi les recristallisations et les recombinaisons ou encore le dégagement de chaleur (réactions exothermiques) [102]. L'analyse thermogravimétrique (TG) se soucie de la différence de masse.

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et l'analyse thermogravimétrique (TG) ont été enregistrées en utilisant la machine Netzsch STA 449F1 (Figure IV-1). Les essais ont été effectués à partir de  $20^\circ\text{C}$  jusqu'à  $1000^\circ\text{C}$  sous atmosphère d'azote utilisant des creusets en alumine et une vitesse de chauffage constante ( $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ).



Fig. IV.1 . Appreil Netzsch STA 449F1.

### 1-3-L'analyse Infra-Rouge à transformé de Fourier

Toute substance cristallographique définie chimiquement possède un spectre infrarouge caractéristique. Les bandes d'absorption infrarouge sont dues aux vibrations des atomes, ions et électrons autour de leur position d'équilibre quels que soient leurs arrangements. La spectroscopie infrarouge, s'est révélée un outil précieux connu par sa sensibilité à détecter les minéraux hydratés avec une certaine instabilité thermique.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est enregistrée dans la gamme de  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  en utilisant un Bruker Optik (27 Tensor modèle, Figure VI-2) .



Fig.IV. 2. Bruker Optik (27 Tensor modèle).

### 1-4- Mesure de la matière organique

La teneur en matières organiques (MO) est le quotient de la masse de matières organiques contenues dans un échantillon de sol par la masse totale des particules solides minérales et organiques.

La détermination de la teneur pondérale en matières organiques (MO), est faite par plusieurs méthodes : soit par une méthode chimique (NF P 94-055), par la méthode du calcimètre (NF P 94-048), ou la méthode adoptée dans notre étude qui est par calcination (XP P 94-047) [103] . Cette dernière consiste à sécher un échantillon de sol dans une étuve à  $105^{\circ}\text{C}$ , puis le passer au four à  $550^{\circ}\text{C}$  afin de brûler la matière organique. La perte au feu est le rapport de la masse de matière organique brûlée sur la masse totale sèche des particules minérales et organiques.

**1-5- Densité et finesse**

La densité des échantillons de ciment a été déterminée en utilisant le flacon de Le Chatelier (c'est un récipient composé de ballon équipé d'un renflement et un col étroit gradué). On verse un liquide non réactif (dans notre cas, nous avons utilisé l'éthanol) et on ajoute une quantité de ciment (environ 64g), enfin, nous lisons la nouvelle mesure de liquide et on obtient la densité de ciment (Figure IV-3).

La finesse du ciment est mesurée, selon la norme EN 196-6 [104], en utilisant la méthode Perméabilité à l'air (Figure IV-4).

**Fig. IV.3. flacon de Le Chatelier.****Fig.IV. 4. Mesure de finesse.****1-6- Mesure de la consistance**

L'obtention de la consistance a été effectuée sur des pâtes de ciment en utilisant un appareil Vicat. Elle est réalisée, selon la norme EN 196-3 standard [105] à une température de  $20 \pm 2$  ° C et une humidité relative de 65%. Après le mélange d'une certaine quantité d'eau à 500 g de ciment, on mesure la pénétration du piston Vicat (10 mm. De diamètre) à un point de 5-7 mm du fond du moule Vicat. La consistance est donnée par le rapport E/C.

L'appareil Vicat est, également, utilisé pour déterminer le temps de prise. Un temps initial est observé lorsque la distance entre l'aiguille Vicat (1.13 mm. De diamètre) et la base de la plaque est de 3 à 5 mm. Le temps de prise final est lorsque l'aiguille ne pénètre que 0.5 mm dans l'échantillon. (Figure IV-5).

**Fig. IV.5. Appareil Vicat.****Fig. IV.6. Calorimétrie semi-adiabatique.**

### 1-7- Chaleur d'hydratation

Les essais de chaleur d'hydratation ont été effectués, selon la norme EN 196-9 [106] au moyen de la calorimétrie semi-adiabatique connue par « le procédé Langavant » (Figure IV-6). Ce procédé consiste à quantifier la chaleur générée par la pâte de ciment au cours des premiers jours. Le test a été effectué à une température de  $20 \pm 2$  °C et une humidité relative de 65%. A l'instant  $t$  [s], la chaleur d'hydratation  $Q$  [J/g] est obtenue par la formule 1 :

$$Q(J/g) = \frac{C}{m_c} \cdot \theta_t + \frac{1}{m_c} \int_0^t \alpha \cdot \theta_t \cdot dt \quad \dots \text{ Formule 1}$$

Où  $t$  ( $h$ ) est le temps d'hydratation,  $C$  ( $J/^\circ C$ ) est la capacité totale thermique du calorimètre ainsi que l'échantillon de mortier en fonction de la capacité calorifique du calorimètre vide et les masses de ciment, de sable, de granulats et de l'eau de l'échantillon lui-même ainsi que la masse du calorimètre vide,  $m_c$  ( $g$ ) est la masse de ciment,  $\theta_t$  ( $^\circ C$ ) la différence de température entre la référence et le calorimètre testé au moment de l'hydratation  $t$  ( $h$ ) et  $\alpha$  ( $J/h/^\circ C$ ) est le coefficient de la perte de chaleur du calorimètre.

### 1-8-Elaboration des mortiers

Tous les mortiers normalisés ont été préparés par mélange de 1350 g de sable normalisé, 450 g de ciment et 225 g d'eau. Ces échantillons ont été démoulés après 24h et placés dans un bain d'eau maintenu à 23 °C. Les tests de compression ont été effectués sur des mortiers à 2, 7, 14, 28 et 90 jours, selon la norme EN 196-1 [107] (Figure VI-7).

Dans le présent travail, les réactions d'hydratation ont été arrêtées par immersion de petits échantillons de pâte de ciment dans l'azote liquide à une température de -50 °C. Pour éviter les réactions d'hydratation, l'eau a été éliminée en plaçant les échantillons congelés dans une chambre à basse pression (500 Pa) et par pompage en continu pour éliminer l'eau libre. Après lyophilisation, les échantillons sont sous forme de solide sèche. Par conséquent, l'hydratation du ciment ne peut pas se dérouler. Les échantillons ont été, ensuite, stockés dans un environnement sec pour évaluer la portlandite produite.



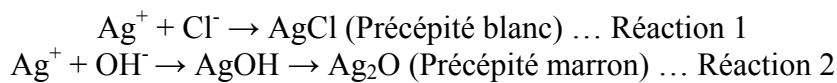
Fig. IV.7. La cure des mortiers normalisés.

### 1-9- Essai de migration des chlorures en régime non-stationnaire

L'essai est mené, selon la norme NT Build 492. L'échantillon de mortier (10cm de diamètre et 5cm d'épaisseur) est fixé entre deux compartiments remplis des solutions suivantes :

NaCl 10 % et NaOH 0.3 N (Figure IV-8) . Une tension de 30V est appliquée à travers l'échantillon et un courant initial  $I_0$  est déclaré par l'appareil. Basé sur ce même courant, la tension appliquée à l'échantillon du test et la durée de l'essai sont choisies en conséquence. Par exemple dans notre cas, le courant initial  $I_0$  été compris entre 180 et 360 mA, donc la tension d'essai est réduite à 10V et la durée d'essai et de 24 heures, pour tous les échantillons de 10cm de diamètre et 5cm d'épaisseur.

Après la fin du test, l'échantillon est fendu et la pénétration des ions chlorure est mesurée par pulvérisation de la surface fraîchement fendue avec une solution 0.1M de nitrate d'argent ( $AgNO_3$ ). Le nitrate d'argent réagit avec les ions chlorures et les ions hydroxyles pour former  $AgCl$  blanc et  $Ag_2O$  marron foncé respectivement comme l'indique les réactions (1) et (2). La pénétration des ions chlorures est la limite visible entre la précipitation du chlorure d'argent  $AgCl$ , et la précipitation marron de l'oxyde d'argent  $Ag_2O$  avec du OH dans les pores [108].



**Fig.IV.8. Essai de migration des ions chlorure.**

Cette pénétration est calculée d'après la formule 2 :

$$D_{nssm} = \frac{0.0239(273 + T)L}{(U - 2)t} (x_d - 0.0238 \sqrt{\frac{(273 + T)Lx_d}{(U - 2)}}) \dots \text{ Formule 2}$$

$D_{nssm}$  : Coefficient de migration en régime transitoire [ $m^2/s$ ].

U : Valeur du voltage appliqué [V]

T : Valeur moyenne de la temprature [ $^{\circ}C$ ]

L : Epaisseur de l'éprouvette [mm]

$x_d$  : Valeur de la pénétration [mm]

t : durée du test [Heure]

### **1-10- La porosité accessible à l'eau par pesée hydrostatique**

La porosité accessible à l'eau est un indicateur de qualité du matériau et un paramètre important dans l'évaluation et la prévision de la durabilité.

Selon la norme, elle est calculée grâce à la différence de masse entre un échantillon à l'état sec et ce même échantillon à l'état saturé. L'essai se déroule en deux temps [109]:

**\*Saturation à l'eau sous vide**

Cette saturation consiste à placer les échantillons dans une enceinte hermétique (dessiccateur) et pomper l'air pour créer une dépression dans l'enceinte. Un vide de 2mmHg est alors maintenu pendant au moins 4 heures afin de permettre l'évaporation du reste de la phase aqueuse.

Ensuite, l'eau est introduite dans l'enceinte jusqu'à ce qu'elle recouvre tous les échantillons (+2cm). Dès la fin de cette phase le maintien de la pression (environ 18mmHg ) se poursuit pendant 48 heures.

**\*Pesée Hydrostatique**

Après étuvage, l'échantillon est introduit dans un bain et relié à une balance par un fil. La variation de volume se traduit par une variation (poussée d'Archimède) enregistrée par la balance. Par exemple si le matériau se rétracte, la poussée d'Archimède diminue et la balance enregistre une augmentation de masse apparente de l'échantillon. La porosité est déterminée par la formule 3 :

$$P = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \dots \text{Formule 3}$$

**1-11-Le retrait libre**

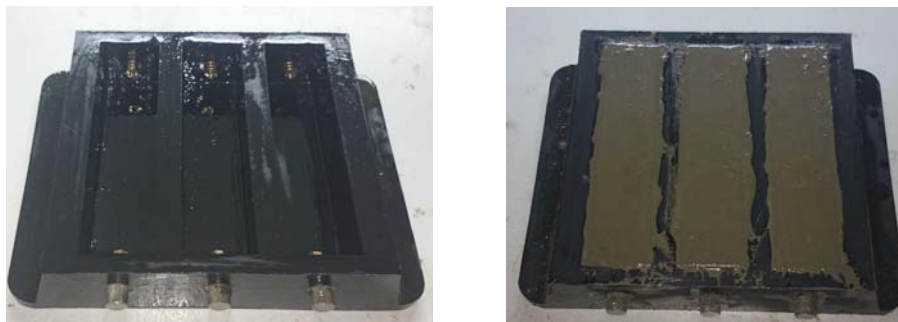
L'essai de retrait consiste à mesurer, en fonction du temps, la variation de longueur d'éprouvette prismatique (Figure IV-9), conservée dans une salle à (20 ± 2)°C et une humidité relative de (50 ± 5)% [110].

Cette variation relative de longueur est calculée par différence entre mesure initiale au démoulage et la mesure finale aux échéances spécifiées de trois éprouvettes. Cette variation est exprimée par micromètre par mètre, est définie par la formule 4:

$$\frac{dL}{L} 1000 \dots \text{Formule 4}$$

*dL* : est la variation de longueur exprimée en micromètres

*L* : est la longueur de base prise égale à 160mm



**Fig.IV.9. Epreuve pour la mesure du retrait.**

1-12-La rhéologie des mortiers frais

Après les mesures d'étalement, le mortier est transféré au rhéomètre pour effectuer les mesures rhéologiques. Le rhéomètre utilisé (figure IV-10) [111] est composé de trois parties : un agitateur à vitesse électronique, un récipient et une « vane » en acier. L'agitateur est piloté par ordinateur utilisant le logiciel (watch & control), avec une rotation de 4 à 540 par minute ( $\pm 1\text{rpm}$ ) est un couple maximal de 740 N.cm ( $\pm 0.1\text{rpm}$ ). La dimension du « vane » est 10 cm de hauteur est 5 cm de diamètre ; Le récipient fait 10 cm de diamètre et 13cm de hauteur.

Les paramètres rhéologiques sont déterminés comme suit :

Etape 1 : Verser le mortier dans le récipient.

Etape 2 : la « vane » est centrée au milieu et immergée dans le mortier.

Etape 3 : La mesure du couple total de friction M pour chaque niveau de vitesse  $\Omega$  (figure IV-11) [99]. Le résultat est une fonction linéaire entre le moment et la vitesse de rotation :

$$M=M_0+k\Omega$$

Où M (N.m) le couple appliqué au mortier,  $M_0$  (N.m) le couple à l'origine, k (Nm s) est le coefficient de proportionnalité,  $\Omega$  (rpm) vitesse de rotation du « vane ». La figure IV-12 montre que le coefficient de corrélation pour le test sur le mortier CEMI est presque égale à l'unité.

Etape 4 : les paramètres rhéologiques  $\tau_0$  et  $\eta$  peuvent être estimés d'après la courbe reliant la contrainte de cisaillement  $\tau$  [Pa] et la vitesse de déformation  $\Omega$ .

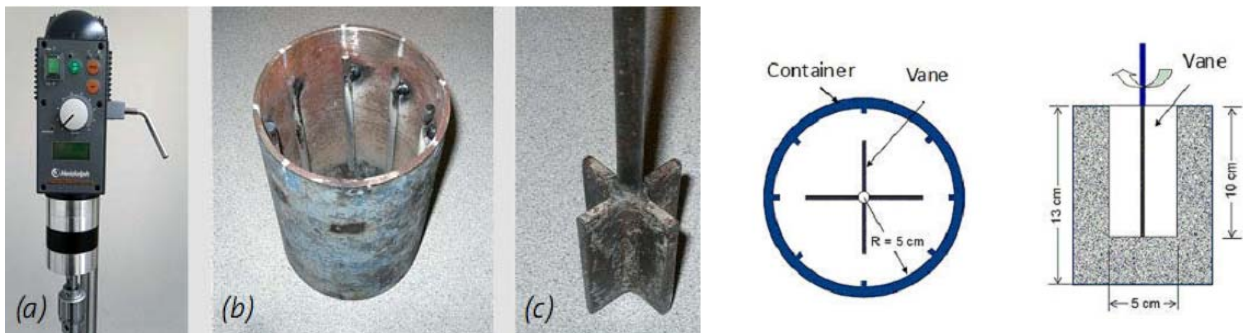


Fig.IV.10. Composants du rhéomètre :a)Agitateur, b)récipient ,c)vane.

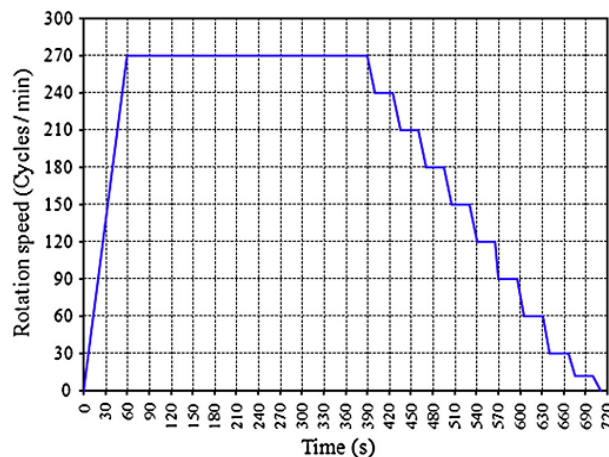


Fig.IV.11. Profile de vitesse.

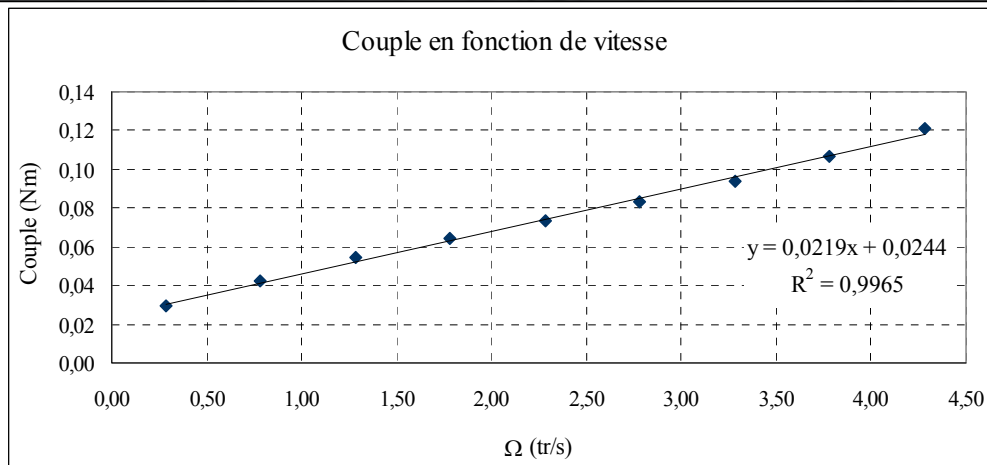


Fig.IV.12. Relation entre le couple M et la vitesse  $\Omega$  . Cas du ciment CEMI.

A noter que le traitement thermique de la boue de dragage a été effectué dans un four électrique à lit fixe NABERTHERM (figure IV-13). Ce traitement a eu pour effet le changement de couleur de la boue naturelle (couleur verdâtre, Figure IV-14) en une couleur rouge brique (Figure IV-15) comme premier diagnostic.



Fig.IV.13. Traitement thermique de la boue de dragage.



Fig.IV.14. Boue naturelle.



Fig.IV.15. Boue traitée.

## IV-2-Matériaux utilisés

Le clinker et le gypse utilisés sont fournis par le Groupe LAFARGE Groupe- M'sila. Les matières premières utilisées pour la fabrication du clinker sont l'argile, le calcaire, le sable des dunes de Bousaada- M'sila et du minerais de fer.

La boue de dragage sont des sédiments piégés par le barrage K'sob, qui couvre une superficie de 1460 Km<sup>2</sup>, avec un périmètre d'environ 180 Km et une forme allongée. Le barrage K'sob est situé à un endroit appelé Hamman entre les montagnes de Kef El Ouerad et Djebel El Groun à 15 Km au nord de la ville de M'sila. Il a été construit à cet endroit sur la rivière K'sob entre les années 1934 et 1940 pour l'irrigation des terres agricoles. En 2011, selon l'ANB (Agence nationale des barrages), le barrage K'sob enregistre 59.90% de taux d'envasement, la quantité de boues déposées chaque année était d'environ 8x10<sup>5</sup> m<sup>3</sup>. Cette boue

a été draguée et évacuée en aval en utilisant des pompes dans les bassins de décantation construites sur des terres incultes.

### 2-1-Clinker et gypse

Le clinker à une composition minéralogique (tableau IV-1) et chimique ordinaire. Les composés de Bogue sont acceptables : La teneur du silicate tricalcique (C<sub>3</sub>S) est comprise entre 45 et 79.7, la teneur du silicate dicalcique C<sub>2</sub>S est comprise entre 5.7 et 29.8, la teneur en aluminat tricalcique C<sub>3</sub>A est entre 1.1 et 14.9 et l'aluminoferrite tétracalcique C<sub>4</sub>AF est comprise entre 2.0 et 16.5. Le rapport pondéral CaO/SiO<sub>2</sub> est supérieur à 2.00 et la teneur en oxyde de magnésium MgO est inférieure à 5% [112]. Le facteur de saturation en chaux (formule 5) est égal à 0.97%, ce qui signifie que la quasi-totalité de la chaux sera consommée et les ciments obtenus ne présentent aucun risque d'expansion.

En outre, le module hydraulique de Michaelis (formule 6), le module de silice (Formule 7) et d'indice hydraulique de Vicat (Formule 8) ont été calculés et leurs valeurs sont conformes aux recommandations. Il faut noter que le module alumino-ferrique (Formule 9) est en dessous de 1.5, ce qui signifie que les ciments fabriqués auront une faible chaleur d'hydratation.

- \* Facteur de saturation en chaux (LSF) =  $\text{CaO}/(2.8\text{SiO}_2 + 1.18\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.65\text{Fe}_2\text{O}_3)$  Formule 5
- \* Module Hydraulique de Michaelis (HM) =  $\text{CaO}/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$  Formule 6
- \* Module Silicique (SM) =  $\text{SiO}_2/(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$  Formule 7
- \* Indice Hydraulique de Vicat (VHI) =  $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)/(\text{CaO} + \text{MgO})$  Formule 8
- \* Module Alumino-Ferrique (AFM) =  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{Fe}_2\text{O}_3$  Formule 9

**Tableau IV.1. Composition chimique et minéralogique du clinker et le gypse.**

Composition chimique [%]									
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	LOI
<b>Clinker</b>	21.60	4.97	3.38	66.8	1.82	1.00	0.74	0.10	0.00
<b>Gypse</b>	4.63	1.11	0.43	32.2	4.19	36.09	0.23	0.00	21.01
Composition minéralogique estimée du clinker [%]									
	C3S	C2S		C3A		C4AF			
	69.48	9.88		7.46		10.28			
Indices chimique									
	LSF	HM		SM		VHI		AFM	
	0.97	2.23		2.59		0.4		1.47	

### 2-2-Characterisation des boues naturelles et traitées thermiquement

#### 2-2-1-Characterisation de la boue naturelle

L'analyse chimique de la boue naturelle est obtenue par la fluorescence à rayons X, tandis que les composants minéralogiques par la DRX. Les résultats sont résumés dans le tableau IV-2. Il apparaît que la boue de dragage est principalement composée de quartz, de calcite et des phyllosilicates. La boue de barrage naturelle contient de la silice (45%), de l'alumine (10%) et de la chaux (16%). La perte au feu est de 20%.

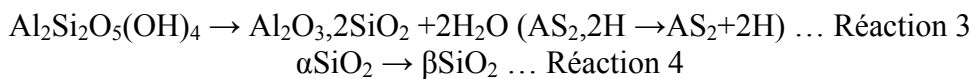
**Tableau IV.2. Composition chimique et minéralogique de la boue de dragage naturelle (BN).**

Composition minéralogique								
Quartz	Calcite	Minéraux ferrugineux		Kaolinite	Illite/Muscovite		Chlorite	
22	30	05		11	20		12	
Composition chimique								
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	LOI
45.31 <sup>±0.08</sup>	10.16 <sup>±0.34</sup>	4.31 <sup>±0.05</sup>	16.18 <sup>±0.21</sup>	1.95 <sup>±0.06</sup>	0.24 <sup>±0.03</sup>	1.28 <sup>±0.01</sup>	0.30 <sup>±0.02</sup>	19.98 <sup>±0.4</sup>

Par calorimétrie différentiel à balayage (DSC-TG), le thermogramme obtenu de la boue à l'état naturelle avec une vitesse de chauffage de 20 °C/min dans une gamme de température variant de 20 °C à 1000 °C (Figure IV-16), indique l'existence de trois pics endothermiques distinctes attribuées à :

**\*La déshydratation (180 °C):** Cette réaction est associée à l'élimination de l'eau adsorbée. Cette réaction n'a pas d'incidence sur la structure des phyllosilicates ou de la boue.

**\*La déshydroxylation (un pic endothermique nette à 550.9 °C):** Dans la gamme de 420 °C à 600 °C trois réactions chimiques se produisent. La première (réaction 3) est liée à la décomposition de la kaolinite en métakaolin, car la perte d'eau structurale grâce à cette déshydroxylation produit une distorsion dans les couches Al-Si, ce ci est accompagnée par un changement structural de la coordination de l'aluminium octaédrique en tétraédrique conduisant à une perte de cristallinité [113,114]. La seconde (réaction 4) apparaît à 573 °C, elle est associée à la transition de  $\alpha$ -quartz, qui est le polymorphe de  $\text{SiO}_2$  le plus stable en température ambiante, en  $\beta$ -quartz qui reste stable jusqu'à 900 °C ou 1000 °C [115]. La troisième est liée à la transformation de l'illite en illite déshydraté, qui succède à la structure en couches de l'illite d'origine. Cette structure stratifiée est maintenue inchangée dans l'intervalle 700 °C à 1093 °C. Lorsque la température dépasse 1100 °C, cette structure se transforme en mullite [116].



**\*La décarbonatation (pic endothermique situé à 842 °C):** Entre 700 °C et 900 °C, la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) se décompose en oxyde de calcium avec émissions de  $\text{CO}_2$  suivant la réaction 5. Il faut noter que la vitesse de chauffage joue un rôle important dans la décomposition de la calcite [117].

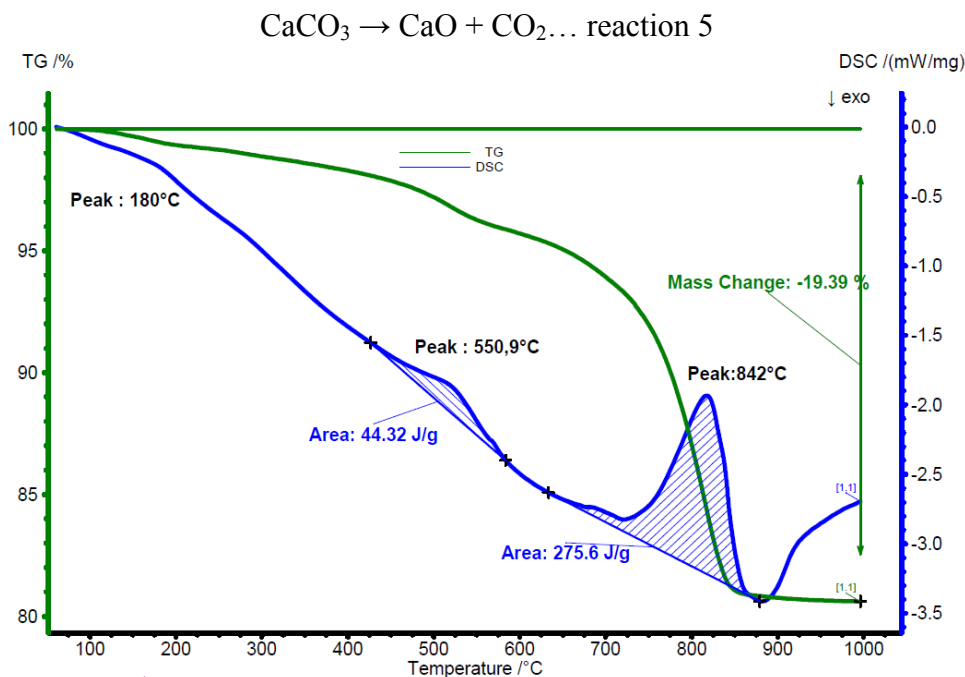


Fig. IV.16. L'analyse DSC-TG de la boue de dragage naturelle.

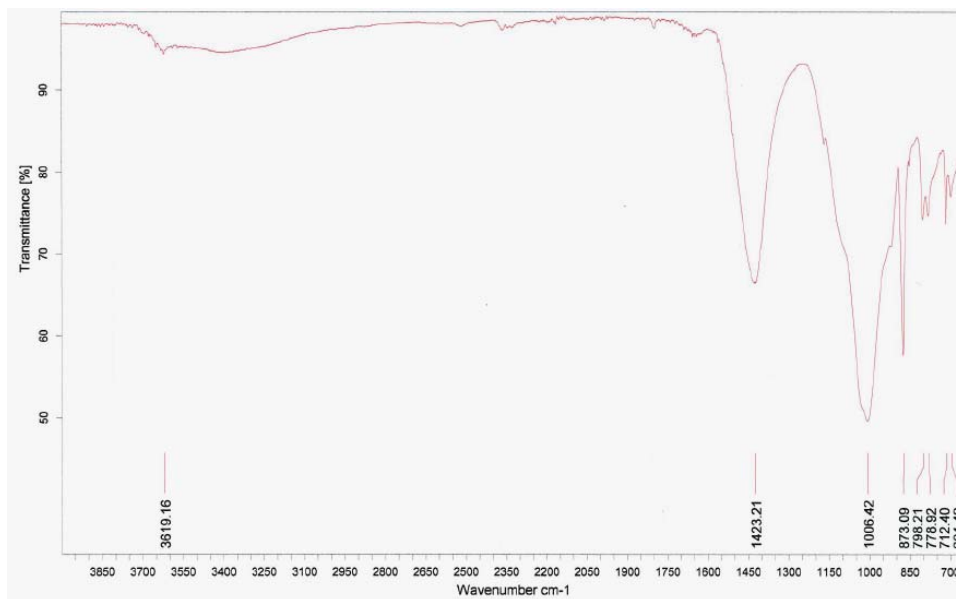
Suivant le spectre obtenu par analyse FTIR, la boue est dominée par les bandes de vibration qui caractérisent la kaolinite (tableau IV-3, Figure IV-17). Bien quelle contienne

d'autres minéraux tels que l'illite et la chlorite, la forme du spectre IR est dominé par celui de la kaolinite.

Cette imprégnation devient importante avec l'augmentation de la teneur en kaolinite [118,119]. Par conséquent, les résultats du FTIR confortent ceux obtenus en utilisant la technique de DSC-TG.

**Tableau IV.3. Bandes caractéristiques de la boue selon la technique FTIR.**

Bande observée [cm <sup>-1</sup> ]	Groupe fonctionnel associé	Composant Associé
778	Vibration d'élongation (Si-O)	Quartz
798, 1006	Vibration d'élongation (Si-O)	Kaolinite
712, 873, 1423	Vibration d'élongation (C-O)	Calcite
3619	Vibration d'élongation (O-H)	Kaolinite



**Fig. IV.17. Spectre Infra-Rouge de la boue naturelle.**

Par ailleurs des essais pour estimer la plasticité de la boue à l'état naturel et sa demande en eau ont été conduits. Les limites d'Atterberg obtenues sont résumées dans le tableau IV-4. L'indice de plasticité indique que la boue de dragage est peu plastique (limon sableux). L'indice de consistance révèle que la boue est solide. Quant à l'indice de liquidité, il indique que la consistance est dure [120].

**Tableau IV.4. Limite d'Atterberg de la boue naturelle.**

	Symbole	Plage de variation	Moyenne
<b>Limite de liquidité</b>	W <sub>L</sub>	24.00 ; 27.45	25.72
<b>Limite de plasticité</b>	W <sub>p</sub>	16.50 ; 19.15	17.82
<b>Indice de plasticité</b>	I <sub>p</sub>	7.50 ; 8.30	7.90
<b>Teneur en eau naturelle</b>	W	1.30 ; 1.36	1.33
<b>Indice de consistance</b>	I <sub>c</sub>	3.03 ; 3.14	3.08
<b>Indice de liquidité</b>	I <sub>L</sub>	- 2.03 ; - 2.14	- 2.08

La teneur en matière organique de la vase est plutôt faible (2% ≤ MO ≤ 10%) ce qui permet de la classer en sédiments organiques (MO>3). Cette vase peut être classée avec les sous-

produits industriels selon, le GTR2000 et la norme NF 11-300 [121]. La présence des matières organiques influent sur les caractéristiques physiques et mécaniques du matériau. Les résultats de la détermination de la matière organique sont résumés dans le tableau IV-5.

**Tableau IV.5. Pourcentage de la matière organique.**

	M <sub>0</sub> (g)	M <sub>1</sub> (g)	pourcentage %	moyenne %
450°C	200	193.6	3.2	3.1
	200	194.0	3.0	
	200	193.5	3.2	
	200	193.8	3.1	
550°C	200	192.0	4.0	4.57
	200	190.4	4.8	
	200	190.8	4.6	
	200	190.2	4.9	

La valeur de bleu VBS de la boue est égale à 1.85g/cm<sup>3</sup> selon le tableau IV-6, donc on peut classer cette boue dans la catégorie des sols argileux moyennement plastique ( $1.5 \leq V_b \leq 2.5$ ).

**Tableau IV.6. Valeur moyenne de l'essai du bleu de méthylène.**

N° d'essai	Masse du sol (g)	Volume de la solution (cm <sup>3</sup> )	VBS (g/cm <sup>3</sup> )	Moyenne
Essai 01	30	55	1.83	1.85
Essai 02	30	50	1.67	
Essai 03	30	40	1.33	
Essai 04	30	65	2.16	
Essai 05	30	60	2.00	
Essai 06	30	50	1.66	
Essai 07	30	55	1.83	

### 2-2-2-Les effets des cycles de traitement thermique sur les propriétés physico-chimiques de la boue

Selon les résultats des techniques FTIR et DSC-TG, l'activation de la boue naturelle peut être assurée en la soumettant à des températures différentes entre la déshydroxylation et la décarbonatation. Ces températures cibles, sont obtenues en variant la vitesse de traitement afin d'améliorer l'activité chimique de l'alumine et de la silice et d'empêcher la réorganisation structurale (tableau IV-7).

**Tableau IV.7. Cycles thermiques appliqués à la boue naturelle.**

Température cible [°C]	600			700			800		
Vitesse de traitement [°C/mn]	5	10	20	5	10	20	5	10	20
Temps de maintien [Heures]	5								

La perte de poids totale de la boue naturelle lorsqu'elle est exposée à différents cycles thermiques adoptés est rapportée sur la Figure IV-18. Cette perte augmente avec la vitesse de traitement, ainsi que la température cible. Elle est liée à la déshydroxylation de la boue naturelle (comme il est décrit dans la figure IV-19, dans le cas de la transformation du kaolin [122] ), ainsi que sa décarbonatation.

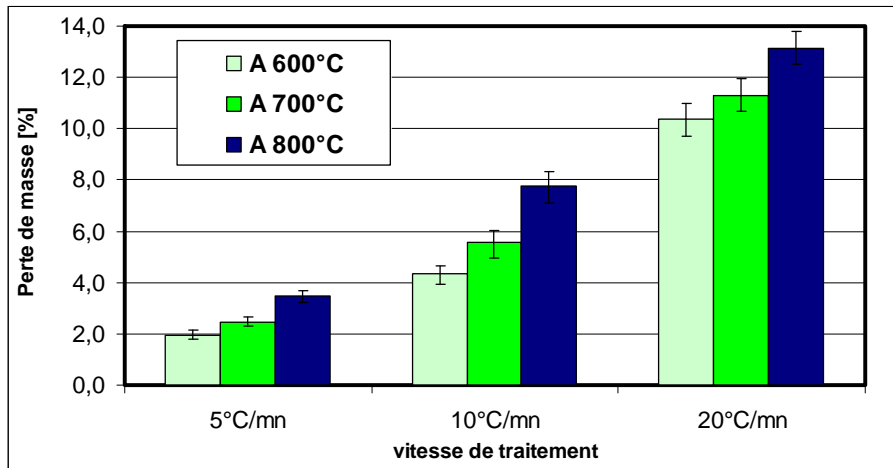


Fig. IV.18. Evolution de la perte de masse de la BN

La déshydroxylation de la kaolinite en métakaolinite passe par une progression de transformation à partir de sites favorables, elle ne s'effectue pas de façon simultanée entre les couches. Cette amorphisation commence d'abord sur les couches octaédriques et elle se propage dans les couches tétraédriques contenant les atomes de silicium en formant des liaisons Si-O-Al.

Ce passage d'un minéral à l'autre avec l'aide d'un catalyseur thermique commence par la condensation de groupes OH entre Al-OH, elle est suivie d'une condensation hétérogène entre OH de (Al-OH) et ceux de Si-OH. La couche tétraédrique perd ses hydroxyles après la couche octaédrique, ceux-ci conduit à la formation de la phase alumino-silicate désordonnée.

Dans le cas de la décarbonatation, il peut être observé que le degré de décomposition de la calcite et par conséquent la formation de chaux libre (qui engendre la formation de portlandite lors de son contact avec l'humidité atmosphérique) et l'émission du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) au-dessus de 700°C, augmente avec la vitesse de traitement et la température d'activation.

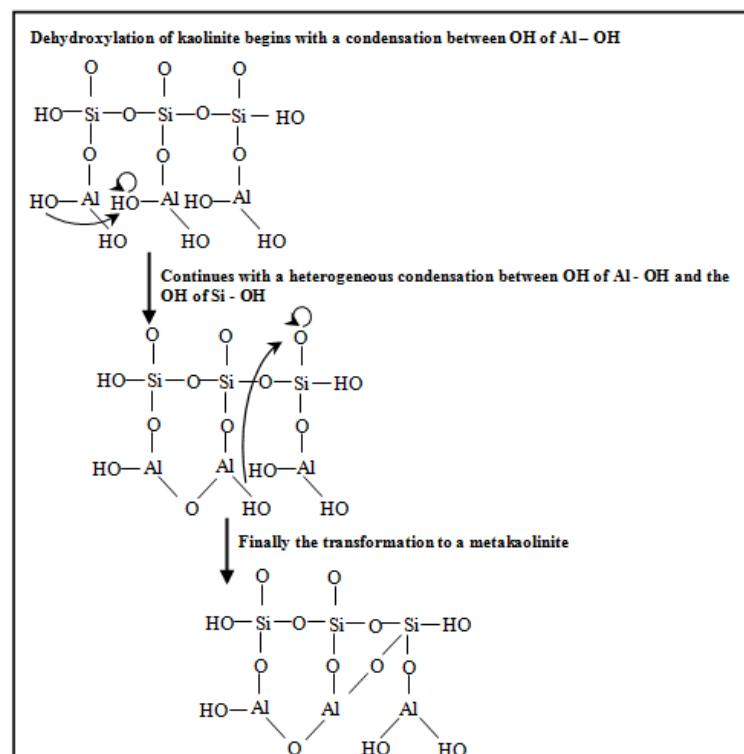


Fig. IV.19. Mécanisme de transformation de la kaolinite en métakaolinite.

A noter que le traitement thermique cause un changement de la composition chimique de la boue (tableau IV-8). L'augmentation des quantités de silice et de la chaux libre sont enregistrées. Tandis qu'une diminution significative de la perte au feu (LOI) est observée.

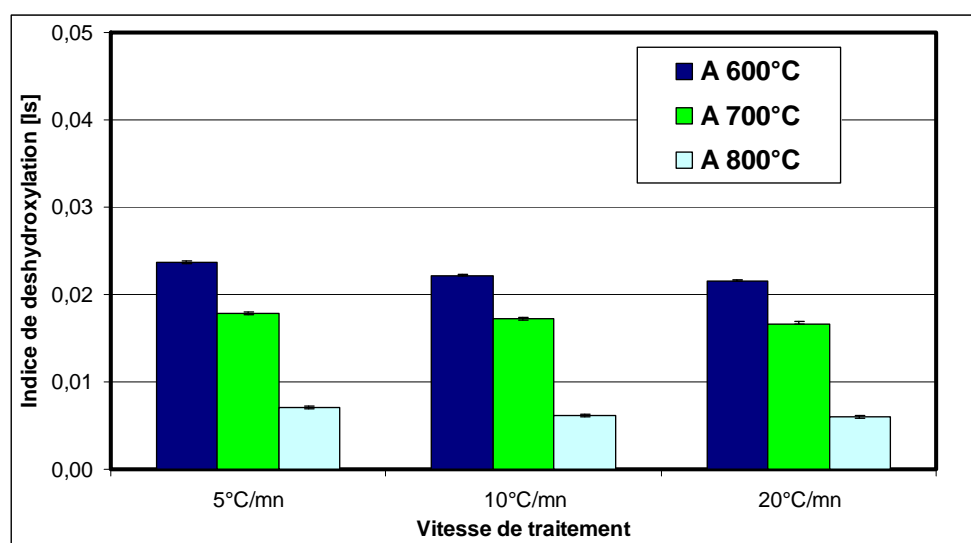
**Tableau IV.8. Composition chimique des boues traitées (BT) [%].**

	BN	BT 600/5	BT 600/10	BT 600/20	BT 700/5	BT 700/10	BT 700/20	BT 800/5	BT 800/10	BT 800/20
SiO <sub>2</sub>	45.31	45.95	46.04	46.16	48.93	49.08	49.81	52.75	52.77	52.84
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.16	9.76	9.83	9.90	9.36	9.68	10.19	10.59	10.74	10.92
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.31	4.12	4.13	4.07	4.14	4.09	4.17	4.36	4.42	4.63
CaO	16.18	19.24	19.67	19.96	19.26	19.31	19.94	19.95	20.03	20.10
MgO	1.95	1.93	1.92	1.88	1.87	1.86	1.89	2.15	2.07	2.10
SO <sub>3</sub>	0.24	0.28	0.28	0.27	0.26	0.26	0.28	0.28	0.27	0.27
K <sub>2</sub> O	1.28	1.29	1.27	1.24	1.16	1.21	1.28	1.28	1.21	1.23
Na <sub>2</sub> O	0.30	0.36	0.37	0.37	0.45	0.38	0.40	0.45	0.45	0.45
LOI	19.98	15.12	15.05	14.80	11.34	10.46	10.22	4.98	3.73	3.48
Fineness [cm <sup>2</sup> /g]		7228	7196	7098	7163	7265	7396	7480	7276	7396

L'estimation du degré de conversion, est calculé à l'aide d'un indice « $I = A/A_0$ »; où « $A$ » est l'aire du pic de la boue traitée thermiquement (après traitement), et « $A_0$ » est l'aire du pic à l'état naturel.

L'indice de déshydroxylation « $I_s$ » est associé à la conversion des phyllosilicates comme la kaolinite en métakaolinite. « $I_s$ » (Figure IV-20) révèle un taux de conversion important (inférieur à 0,03), dès la première montée en température. Cette réduction passe de 44.32 J/g à l'état naturel vers 1.05 J/g pour le traitement à 600 °C avec une vitesse de 5 °C/mn (Figure IV-21), qui est la valeur le plus faible dans le protocole d'essai. A 800 °C avec une montée de 20 °C/mn la réduction passe à 0.006 J/g.

D'un autre côté, on observe l'apparition d'un pic endothermique à 573 °C lié à la transition de  $\alpha$ -quartz en  $\beta$ -quartz (figure IV-21). A cette température les phyllosilicates libèrent les groupes hydroxyles et la transformation du quartz s'effectue sans une perte de masse à une température d'environ 573°C et zéro pression.



**Fig. IV.20. Evolution du pic de déshydroxylation selon l'analyse DSC.**

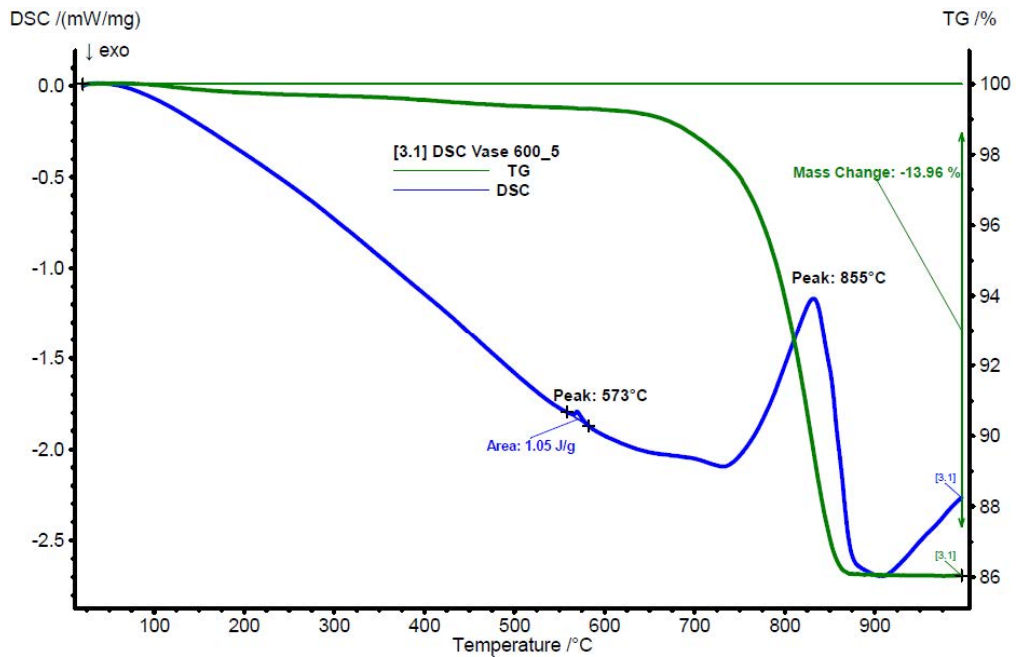


Fig.IV.21. DSC de la boue de dragage après un traitement à 600°C avec une vitesse de 5°C/mn.

L'indice de décarbonatation « $I_c$ » est lié aux émissions de  $CO_2$  résultant de la conversion chimique de calcite en chaux (CaO). La valeur la plus basse de « $I_c$ » indique une libération importante de  $CO_2$ . La Figure IV-22 montre que « $I_c$ » a la valeur la plus faible lorsque la température d'activation est de 800 °C. Ceci se poursuit en augmentant la vitesse. Cependant, les traitements thermiques à 600 °C et 700 °C, n'émettent pas de carbone de dioxyde (les valeurs de l'indice « $I_c$ » sont proches de 1). Comme exemple on peut voir dans le cas de la boue traitée à 800°C avec une montée de 5°C/mn, la réduction de l'aire du pic de décarbonatation à une valeur largement inférieure à 275.6J/g voisinant les 174 J/g (Figure IV-23).

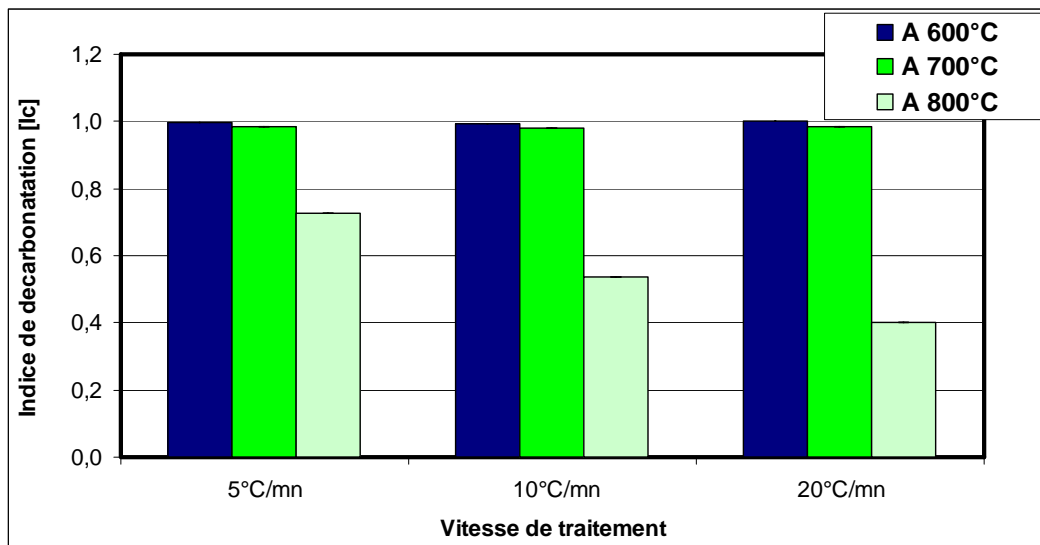


Fig. IV.22. Evolution du pic de décarbonatation selon l'analyse DSC.

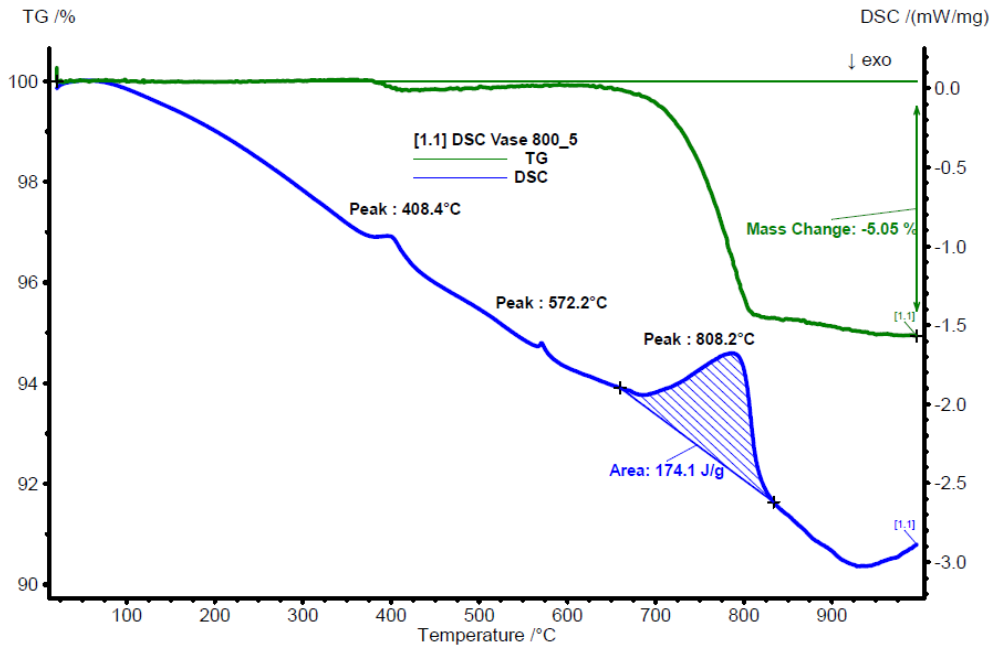


Fig.IV.23. DSC de la boue de dragage après un traitement à 800°C avec une vitesse de 5°C/mn.

Afin d'apprécier l'effet pouzzolanique des boues de dragage traitées thermiquement, l'indice d'activité «  $I_a$  » est calculé et son évolution suivie pendant les premiers 28 jours (Figure IV-24). Cet indice est le rapport entre la résistance d'un mortier élaboré avec un liant contenant 75% de ciment et 25% d'ajout et la résistance d'un mortier de référence. Il est estimé que la pouzzolanité d'un ajout doit être tel que  $0.64 < I_a < 1$ . Cette comparaison entre les mortiers n'est pas faite à consistance constante, mais à quantité d'eau constante. C'est pourquoi une activité caractérisée par une valeur supérieure à 0.67 ne peut pas être attribuée à l'effet filler [123].

On constate que la boue de dragage traitée thermiquement est un matériau actif, puisque l'indice «  $I_a$  » des liants est supérieur à 64% quel que soit le traitement appliqué à l'ajout et ce à partir de 7 jours. En revanche, les traitements 600/20 et 800/20 semblent les plus optimaux au regard de cet indice et les traitements à 700°C n'arrive pas à atteindre plus ce que 0.7 à 28 jours.

On s'intéresse ici aux ouvrages courants, où on a pour cible la résistance caractéristique à 28 jours ou aux parties vulnérables de l'ouvrage, qui est le recouvrement des armatures (à cet endroit le mortier ou le béton sont trop sec pour que la réaction pouzzolanique puisse avoir lieu, car ils sont exposés à une forte évaporation d'eau). Au-delà l'accroissement de la valeur de résistance est un bonus, car dans les ouvrages massifs on demande un développement lent des résistances, dans ce cas l'indice à 90 jours est à solliciter.

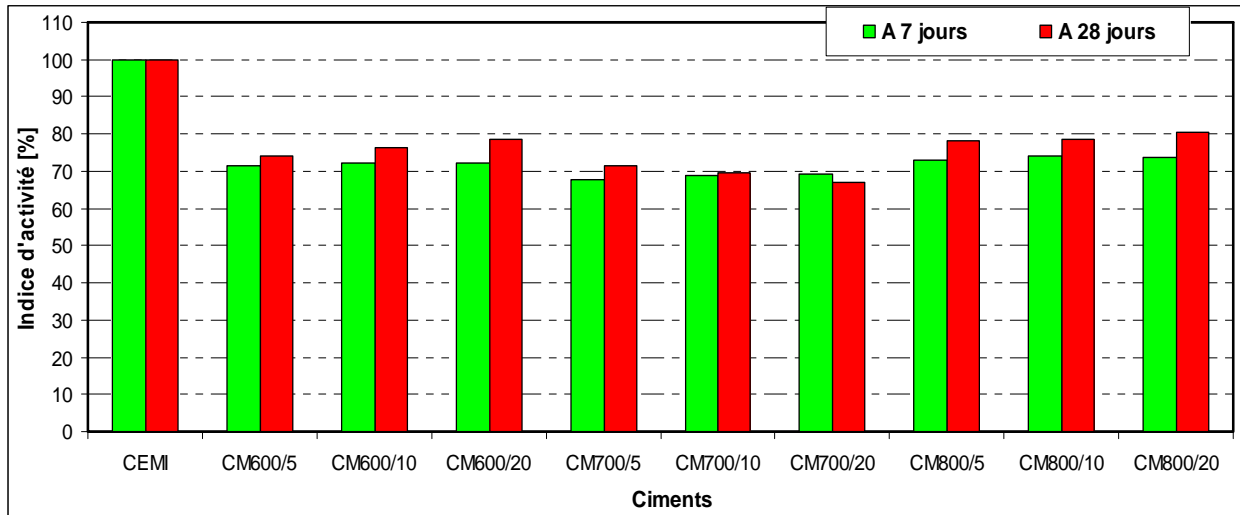


Fig.IV.24. Indice d'activité pouzzolanique des ajouts.

### IV-3- Caractéristiques physico-chimique des ciments à base des boues activées

#### 3-1- Optimisation de la composition des ciments composés

En raison de la dureté, la résistance et l'abrasion du clinker, nous avons opté pour le broyage séparé des matières premières, ce qui améliore par conséquent les caractéristiques physiques et thermiques des ciments composés et augmentent les propriétés des ciments. Au contraire, un broyage simultané du mélange engendre des particules grossières de clinker et de fines particules de boue traitée, ce qui peut créer des difficultés d'hydratation, car au de-là de 45 $\mu$ m le ciment a des difficultés à s'hydrater et au de-là de 75 $\mu$ m le ciment ne s'hydrate pas complètement [124]. Les matières premières (clinker, gypse, boues traitées) sont mélangées avec des pourcentages différents. Le dosage du gypse naturel (sulfate de calcium déshydraté, CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O) a été maintenu constant à 5% dans la préparation de tous les ciments, pour deux raisons, réguler la prise et ne pas masquer l'influence de la teneur en ajouts sur les propriétés mécaniques du ciment. Tandis que trois pourcentages de boues activées ont été sélectionnés. (Tableau IV-9).

Tableau IV.9. Différents types de ciment modifié selon la matière première.

Ciment Composé (CC)	Gypse	BT	Clinker
Type 1	5%	5%	90%
Type 2	5%	10%	85%
Type 3	5%	15%	80%

Les mortiers normalisés sont élaborés, selon la norme EN 196-1 [107]. Après 28 jours de durcissement dans l'eau, pour atteindre la résistance caractéristique d'un ciment, des essais de compression sont réalisés sur des cubes 4x4x4cm et l'indice de résistance est calculé et présenté en tant que fonction du type de ciment composé (Figure IV-25). L'indice de résistance à la compression est défini comme le quotient entre la résistance à la compression d'un mortier de ciment composé et le mortier fabriqué en utilisant du CEMI. Le ciment composé avec 10% de boues activées (type 2) assure les résistances à la compression les plus élevées quel que soit le cycle thermique appliqué à la boue.

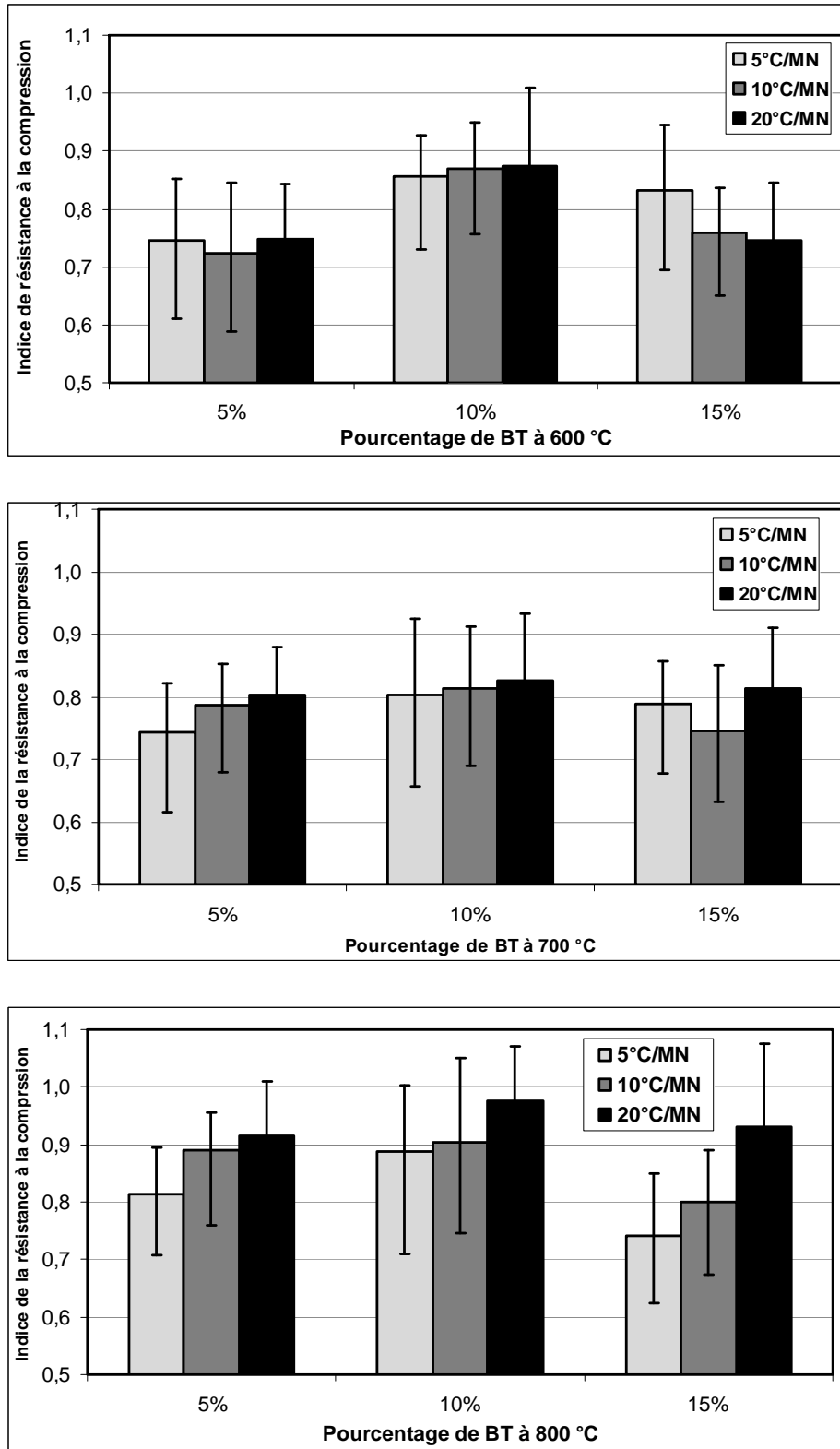


Fig. IV.25. Indice de la résistance à la compression (IRC) des mortiers avec différents types de composition.

### 3-2-Caractéristiques physico-chimiques des ciments composés basés sur 10% des boues activées

La composition chimique des ciments composés (tableau IV-10) satisfait aux exigences de la norme EN 197-1 [112], tels que la perte au feu (LOI) avec moins de 5%, le trioxyde de soufre SO<sub>3</sub> moins de 3.5% et de chaux libre moins de 2.5% indiquant que le risque d'extension est insignifiant.

Le module hydraulique de Michaelis (1.7<HM<2.3), le module de silicique (1.5<SM<3.5) et l'indice hydraulique de Vicat (0.4<VHI<0.5) sont corrects. Les alcalis peuvent réagir avec les granulats et, par conséquent affecter considérablement la durabilité des bétons. L'alcali équivalent (Formule 7) devrait être inférieur à 0.6%. Dans notre cas les ciments composés vérifient cette exigence et (Na<sub>2</sub>O)<sub>eq</sub> est inférieure à 0.56%.

$$(Na_2O)_{eq} = Na_2O + 0.658 K_2O$$

Formule 7

**Tableau IV.10. Composition chimique et propriété physique du ciment composé (Type 2).**

	CEMI	CC 600/5	CC 600/10	CC 600/20	CC 700/5	CC 700/10	CC 700/20	CC 800/5	CC 800/10	CC 800/20
SiO <sub>2</sub>	20.78	23.41	23.01	23.86	23.67	23.17	23.87	23.29	23.64	23.92
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.84	5.77	5.70	5.92	5.70	5.77	5.91	5.71	5.80	5.90
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.49	4.08	4.01	4.18	4.11	4.08	4.21	4.07	4.16	4.22
CaO	61.46	59.37	59.29	59.18	59.23	59.07	58.82	59.23	59.15	59.07
MgO	1.89	1.86	1.90	1.91	1.83	1.91	1.87	1.90	1.90	1.90
SO <sub>3</sub>	2.51	2.49	2.50	2.52	2.50	2.48	2.46	2.55	2.54	2.53
K <sub>2</sub> O	0.61	0.67	0.68	0.68	0.66	0.68	0.68	0.67	0.67	0.68
Na <sub>2</sub> O	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11
LOI	2.64	3.95	3.90	3.80	3.70	3.66	3.54	3.29	3.18	3.13
FL	1.20	1.16	1.13	1.10	1.16	1.13	1.16	1.19	1.13	1.10
HM	2.11	1.79	1.81	1.74	1.77	1.79	1.73	1.79	1.76	1.74
SM	2.49	2.38	2.37	2.36	2.41	2.35	2.36	2.38	2.37	2.36
VHI	0.40	0.48	0.47	0.49	0.48	0.47	0.49	0.47	0.48	0.49
(Na <sub>2</sub> O) <sub>eq</sub>	0.51	0.54	0.56	0.56	0.53	0.56	0.56	0.55	0.54	0.56
Finesse [cm <sup>2</sup> /g]	3870	4451	4366	4286	4350	4510	4616	4683	4521	4559
Consistance E/C	0.266	0.270	0.274	0.278	0.278	0.284	0.288	0.284	0.288	0.290
Densité [g/cm <sup>3</sup> ]	3.03	2.94	2.98	2.99	2.96	2.94	2.91	2.94	2.96	2.95

Il est bien connu que la finesse du ciment a un effet important sur la maniabilité, la teneur en eau du béton et par conséquent le processus d'hydratation. En fait l'hydratation des particules de ciments commence à partir de la surface. Lorsque la finesse est élevée une aire de surface supérieure exige d'être hydratée, ce qui entraîne une accélération de la réaction entre le ciment et l'eau. Il peut être observé que tous les ciments obtenus avec 10% des boues activées ont une finesse supérieure à celle du CEMI, conduisant à une demande plus accrue en eau et une augmentation du taux de libération de chaleur à un âge précoce. La plus haute valeur de finesse est obtenue pour une température d'activation de 800 °C avec une augmentation relative d'environ 19%, tandis que l'augmentation à 700°C est d'environ 16% et à 600 °C en inscrit 13% d'augmentation.

L'eau nécessaire pour obtenir une consistance normale de la pâte augmente au fur et à mesure que la température de traitement ainsi que la vitesse de traitement. Ceci est expliqué principalement par la plus grande finesse des ciments élaborés avec 10% de la chaleur de boue traitée par rapport à celle du CEMI.

On peut noter que la consistance standard, décrite par le rapport E/C, augmente de façon proportionnée avec la température de traitement ainsi que la vitesse. Comme la composition du clinker des ciments ne change pas, l'augmentation du rapport E/C est liée à l'augmentation de la finesse des ciments composés, résultante de l'amélioration du niveau de la surface spécifique des boues traitées. Cette supériorité de finesse des boues traitées par rapport au clinker engendre une rapide absorption de l'eau par l'ajout, ainsi les produits hydratés issus de l'hydratation du clinker nécessitent plus de quantité d'eau afin de remplir l'espace. La grande finesse offre une plus grande surface de particule de ciment a mouillé; tel est le cas de CC 800 avec une finesse supérieure à 4500 cm<sup>2</sup>/g.

Selon les travaux de Browers HGH [125], l'eau retenue réagit avec les composants du clinker (C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>S, C<sub>3</sub>A, C<sub>4</sub>AF), ainsi la pâte de ciment sera constituée d'une eau capillaire d'un ciment anhydre est un gel de ciment.

L'équation d'eau non-évaporable E<sub>n</sub>/C (Masse d'eau retenue par masse de ciment qui réagit) est donnée par la formule 10 :

$$E_n/C = 0.187C_3S + 0.158C_2S + 0.665C_3A + 0.213C_4AF \quad \text{Formule 10}$$

On remarque d'après le tableau VI-11 que ce rapport est constant, car il est lié au composant du clinker lui-même.

La quantité d'eau du gel est donnée par la formule 11 :

$$E_g/C = 0.147C_3S + 0.216C_2S + 0.745C_3A + 0.258C_4AF + 0.261C\check{S} \quad \text{Formule 11}$$

$$\text{Où } C\check{S} = 1 - (C_3S + C_2S + C_3A + C_4AF) - \Sigma(\text{oxydes} + \text{LOI} + \text{FL}) \quad \text{Formule 12}$$

La quantité d'eau qui réagit avec le ciment est donnée par la formule 13 :

$$E_d/C = 0.334C_3S + 0.374C_2S + 1.410C_3A + 0.471C_4AF + 0.261C\check{S} \quad \text{Formule 13}$$

Sachant que la quantité d'eau qui réagit avec le ciment est égale à l'eau du gel plus l'eau retenue ou non évaporable (E<sub>d</sub> = E<sub>g</sub> + E<sub>n</sub>) ceci étant vérifiable. Cette dernière valeur (E<sub>d</sub>/C) est en accord avec la valeur donnée par l'auteur qui déclare qu'une hydratation complète a besoin d'un minimum E/C égal à 0.39.

**Tableau IV.11. Vérification des équations de H.G.H. Brouwers.**

	C3A+C4AF+C3S+C2S	RO	CŠ	E <sub>n</sub> /C	E <sub>g</sub> /C	E <sub>d</sub> /C
<b>CEM I</b>	90.85	6.45	2.70	0.20	0.21	0.41
<b>CC600/5</b>	92.76	7.74	-0.50	0.20	0.24	0.44
<b>CC600/10</b>	92.16	7.72	0.12	0.20	0.23	0.43
<b>CC600/20</b>	93.25	7.60	-0.85	0.20	0.24	0.44
<b>CC700/5</b>	92.83	7.45	-0.28	0.20	0.24	0.44
<b>CC700/10</b>	92.22	7.49	0.29	0.20	0.24	0.44
<b>CC700/20</b>	92.91	7.36	-0.27	0.20	0.24	0.44
<b>CC800/5</b>	92.44	7.16	0.40	0.20	0.24	0.44
<b>CC800/10</b>	92.87	6.98	0.15	0.20	0.24	0.44
<b>CC800/20</b>	93.22	6.92	-0.14	0.20	0.24	0.44

### 3-3-Temps de prise et chaleur d'hydratation

De nombreux facteurs influencent le temps de prise, comme exemple le rapport E/C, la température du mélange, la composition minéralogique du clinker, la finesse du ciment et la présence d'adjuvants et d'additifs pouzzolaniques [82, 126]. L'incorporation des boues traitées modifie la consistance standard et par conséquent le temps de prise des différents ciments composés (tableaux IV-10 et IV-12). La prise est due à la formation de gel des silicates de calciums hydratés et à la formation d'ettringite. Lorsque les particules de ciment sont en contact avec de l'eau, la dissolution des composés anhydres commence à produire des constituants ioniques (Ca<sup>+2</sup>, OH<sup>-</sup>, Na<sup>+</sup>, ...), et la formation d'hydrates dans la solution, par conséquent la précipitation des hydrates tels que l'ettringite, portlandite et CSH. Et la solidification commence directement à la surface des composés du ciment anhydre.

D'un point de vue chimique, la prise est fortement influencée par l'hydratation de l'alite (C<sub>3</sub>S) qui devient significative lorsque la phase liquide est saturée par la portlandite. La consommation brutale d'ions OH<sup>-</sup> en raison de la formation de portlandite accélère la dissolution de tous les constituants du clinker. La production de Ca<sup>+2</sup> dépend principalement de la composition chimique des ciments composés et notamment la teneur en oxyde de calcium CaO. On peut observer que l'incorporation des boues traitées réduit la teneur en CaO et retarde le temps de prise tel qu'observé dans le tableau IV-10.

De plus, la réaction entre l'eau et le ciment forme, en raison de la liaison chimique de l'eau, des produits d'hydratation (gel) qui font grossir les grains de ciment. Au début, ces produits ralentissent les processus de réaction, mais après un certain temps, le processus est accéléré. La surface spécifique grandit sensiblement et les fronts d'hydratation se transforment en une structure continue. Une étude proposée par De Schutter G. [127], montre que plus le rapport E/C est grand, plus les grains de ciment sont dispersés et donc plus la couche d'eau entre les particules de ciment est grande. Donc il faudra plus de temps aux hydrates pour remplir les pores et permettre à la pâte de se densifier. Ainsi, le seuil de percolation prend plus de temps à apparaître dans le cas où le rapport E/C est élevé.

**Tableau IV.12. Temps de prise des ciments composés.**

	<b>CEMI</b>	<b>CC600/5</b>	<b>CC600/10</b>	<b>CC600/20</b>	<b>CC700/5</b>
<b>Début de prise [mn]</b>	100 <sup>±5</sup>	150 <sup>±5</sup>	165 <sup>±5</sup>	170 <sup>±5</sup>	180 <sup>±6</sup>
<b>Fin de prise [mn]</b>	210 <sup>±4</sup>	250 <sup>±4</sup>	260 <sup>±6</sup>	270 <sup>±6</sup>	255 <sup>±5</sup>
	<b>CC700/10</b>	<b>CC700/20</b>	<b>CC800/5</b>	<b>CC800/10</b>	<b>CC800/20</b>
<b>Début de prise [mn]</b>	180 <sup>±4</sup>	175 <sup>±6</sup>	180 <sup>±5</sup>	185 <sup>±4</sup>	180 <sup>±4</sup>
<b>Fin de prise [mn]</b>	260 <sup>±6</sup>	257 <sup>±6</sup>	260 <sup>±6</sup>	270 <sup>±6</sup>	260 <sup>±5</sup>

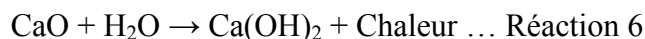
L'hydratation du ciment est un ensemble complexe de réactions chimiques exothermiques. La formation d'hydrates produit un dégagement de chaleur. La figure IV-26 (a, b, c) représente la chaleur dégagée des différents mortiers pendant 7 jours.

Les courbes présentées sur la Figure IV-26 (a, b, c) ont la même forme mais, avec des cinétiques différentes. On observe à jeune âge (moins de cinq heures) le dégagement de chaleur des ciments mortiers composés est plus important que le mortier à base de CEMI. Après 7 jours, la chaleur d'hydratation devient presque stable pour tous les ciments, indiquant que les réactions chimiques ne génèrent plus de chaleur supplémentaire. Le dégagement de chaleur le plus important est obtenu pour l'échantillon élaboré par CC 600/5 avec 265 J/g, l'échantillon avec CC 800/5 dégage 264 J/g et le spécimen avec CC 600/20 libère 252J/g tandis 231J/g est signalé pour le ciment CEMI. Comme la chaleur dégagée est proportionnelle aux produits d'hydratation créés, on peut supposer que la boue activée en combinaison avec le clinker réagit avec l'hydroxyde de calcium (CH) et le transforme en calcium - silicate - hydrates (CSH).

Physiquement, dans les premières heures de réaction, les boues traitées agissent comme des sites de nucléation sur lesquels les premiers hydrates pourraient précipiter. Par conséquent, le taux d'hydratation est affecté par la finesse de particules, en plus l'activité pouzzolanique à long terme et leur impact sur l'accélération de l'hydratation dans les premiers jours. Les pouzzolanes agissent également en tant que filler (effet filler) dans les premières minutes de réaction, ce qui conduit à un meilleur remplissage de l'interface granulat/pâte. Cette union conduit à une forte accélération de l'hydratation [128].

Chimiquement, dans le ciment CEMI, les réactions générant de la chaleur sont comme suit:

\*Dans les deux premières minutes une évolution rapide de la chaleur. Ce pic est attribué à l'effet de l'hydratation de la chaux libre.



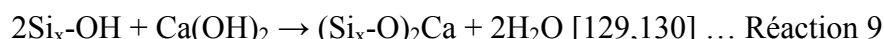
D'autre chercheur suggère une contribution additionnelle à cette réaction, engendrant la production de l'ettringite.



\*Une autre réaction produisant de la chaleur dans les ciments CEMI est attribuée à l'hydratation du hemihydrate de calcium sulfaté en dihydrate de gypse. Ces hemihydrates sont formés par la déshydratation du gypse lors du broyage.



Une autre réaction à la surface des groupes silanols avec l'hydroxyde de calcium. Les groupes silanols forment un acide faible ( $K_1 = 10^{-9.8}$ ) capable de réagir avec la portlandite. Cette réaction dite réaction de neutralisation ajoute un surplus de chaleur aux deux réactions précédentes.



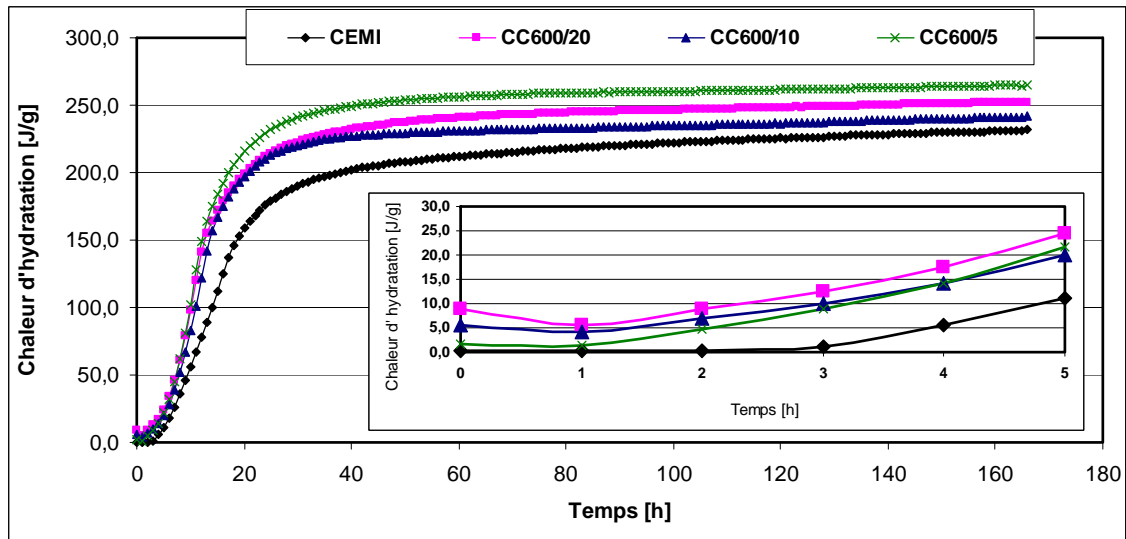


Fig. IV.26.a. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC600.

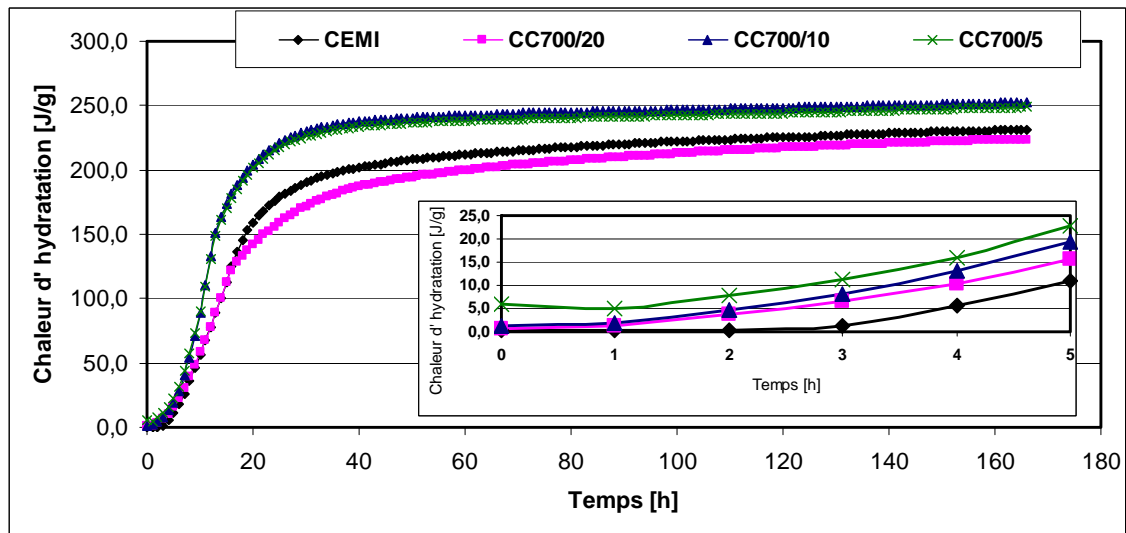


Fig. IV.26.b. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC700.

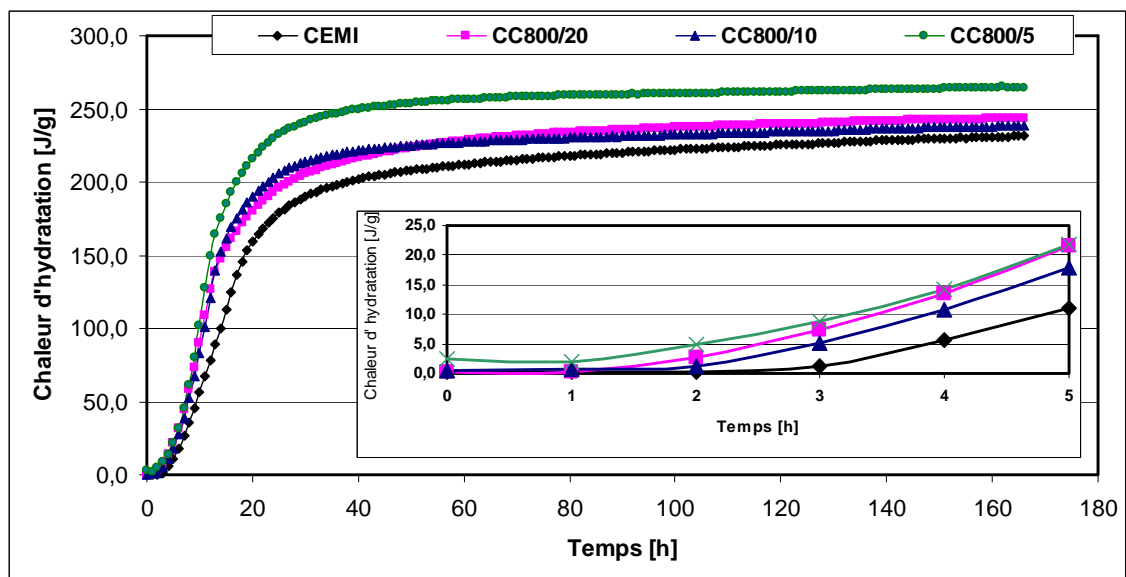


Fig. IV.26.c. Chaleur d'hydratation des mortiers avec ciments composés CC800.

A noter que le niveau réduit de la chaleur d'hydratation du ciment CEMI est dû au module aluminoferrique inférieur à 1.5 indiquant que le clinker est caractérisé par une faible chaleur d'hydratation.

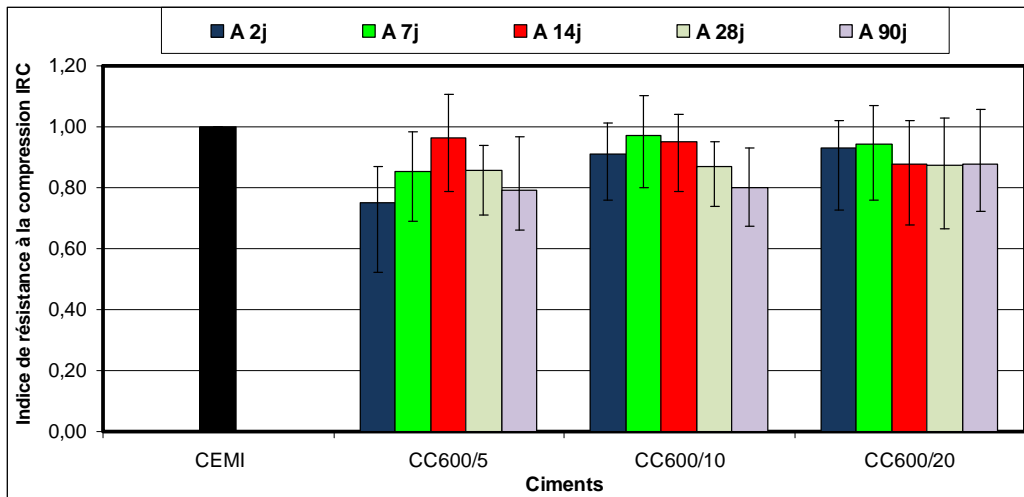
**3-4-Indice de résistance à la compression (IRC) des mortiers normalisés**

La résistance mécanique des mortiers normalisés a été suivie pendant 90 jours. Pour un âge donné, un indice de résistance à la compression (IRC) est défini comme le rapport entre la résistance à la compression du mortier de ciment composé et la résistance à la compression du mortier fabriqué avec du CEMI. Les valeurs des résistances à la compression de CEMI à chaque échéance sont regroupées dans le tableau IV-13.

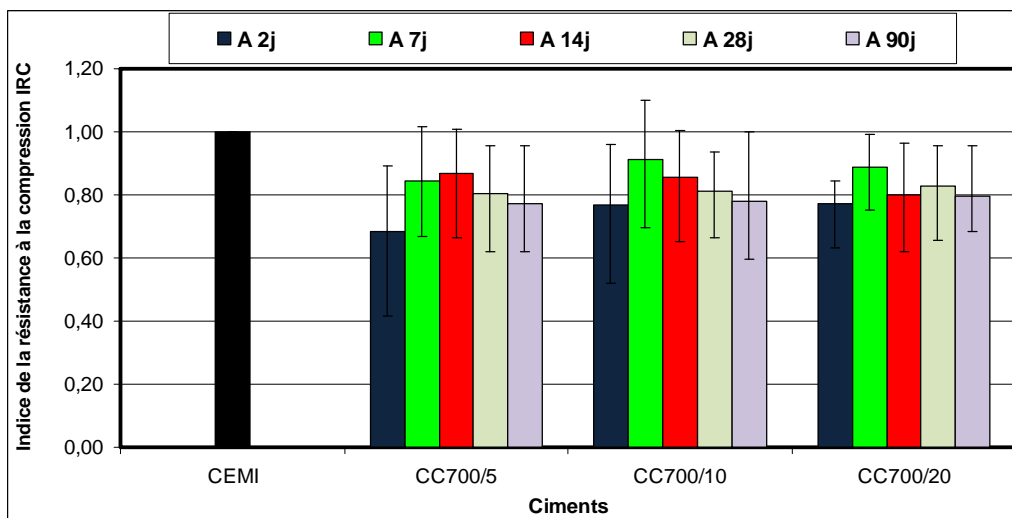
**Tableau IV.13. Résistance Mécanique du mortier normalisé fabriqué avec du CEMI.**

	<b>A 2 jours</b>	<b>7 jours</b>	<b>14 jours</b>	<b>28 jours</b>	<b>90 jours</b>
<b>Résistance[Mpa]</b>	23.00	31.91	39.48	45.67	56.45

L'évolution de l'indice (IRC) en fonction de l'âge est rapportée sur les Figures IV-27, IV-28, IV-29.



**Fig. IV.27. IRC des CC600 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement.**



**Fig. IV.28. IRC des CC700 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement.**

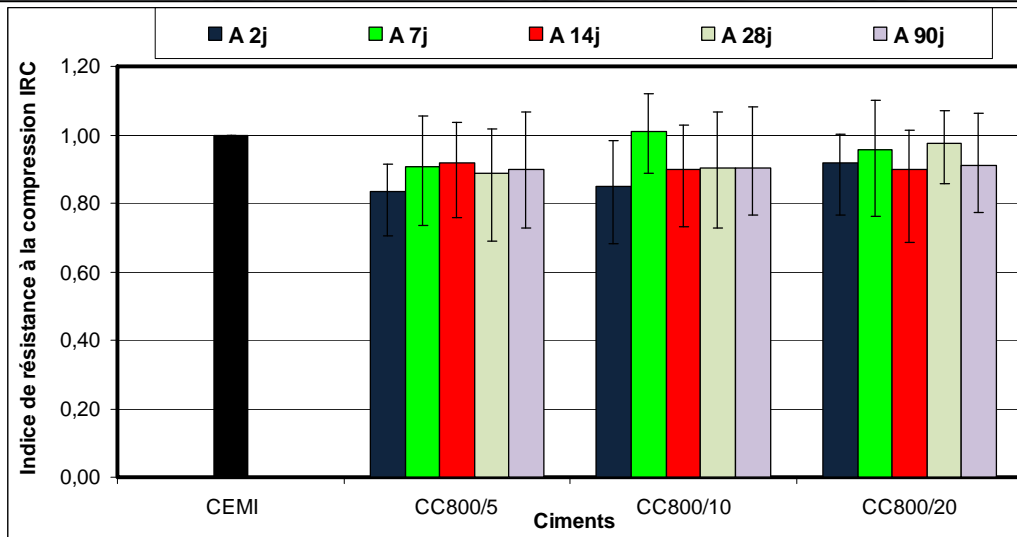


Fig. IV.29. IRC des CC800 à différents âges en fonction de la vitesse de traitement.

On remarque que la résistance à la compression des mortiers fabriqués avec du ciment composé ne parvient pas au niveau du mortier CEMI.

Par exemple, à 28 jours la plus haute résistance à la compression est attribuée au mortier fait avec le ciment CC800/20 (IRC = 0.98), tandis que le plus bas a été affecté au ciment CC700/5 (IRC = 0.80). Pour les mortiers à base de ciment composé avec de la boue traitée à 600° C, la plus haute résistance à la compression est obtenue pour le ciment CC600/20 avec un IRC= 0.87.

Cependant, à 90 jours, une amélioration de l'indice IRC du mortier CC600/20 est observée (IRC = 0.89), tandis qu'une diminution de cinétique du même rapport pour le mortier CC800/20 (IRC = 0.91), soulignant que la meilleure pouzzolanité à long terme est attribué au ciment CC600/20.

La réduction de IRC des mortiers fabriqués avec les ciments composés par rapport aux mortiers CEMI, est attribué à la faible activité pouzzolanique du minéral illite/muscovite lorsque l'activation thermique est au-dessous de 930 °C [131]. En effet la boue étudiée contient plus d'illite/muscovite que la kaolinite (tableau 2). Plusieurs chercheurs [132,133,134] ont évalués la température d'activation optimale des différents matériaux argileux standards. Ils ont montré que les températures optimales d'activation étaient d'environ 650 °C pour la kaolinite, 830 °C pour la Ca-montmorillonite, Na-montmorillonite et la sépiolite 930 °C, pour l'illite et 960 °C. En outre, on sait que le kaolin et la Ca-montmorillonite ont une activité pouzzolanique plus intense que le reste des minéraux même si ces dernières sont calcinées à leur température d'activation optimale.

Le traitement thermique à 700 °C de la boue, avec comme vitesse 5 °C/min et 10 °C/min enregistre les plus faibles résistances mécaniques. Ceci peut être expliqué par un changement morphologique pendant la transition de kaolinite de métakaolinite.

Il faut souligner que la déshydroxylation de la kaolinite avec formation de métakaolinite est un phénomène qui s'accompagne d'un phénomène d'effondrement du réseau cristallin de la kaolinite en un système "désordonné" (la métakaolinite). Cette transition n'est pas seulement structurale, mais le traitement thermique induit des modifications granulaires : on assiste à la formation d'agglomérats poreux de plaquettes.

Selon les travaux de Garcia Diaz E.[135], la surface totale ("S<sub>tot</sub>" correspond à la surface développée des plaquettes de métakaolinite) n'est pratiquement pas modifiée par le traitement, mais la surface externe ("S<sub>ext</sub>" de la poudre correspond à la surface enveloppe des agglomérats de plaquettes constituant la distribution granulaire de la poudre) diminue fortement. Cette forte diminution de la surface externe de la poudre va nuire à la réactivité pouzzolanique du métakaolin. En plus, cette diminution peut être attribuée à la décalcification de gel CSH.

### 3-5- La production de la portlandite

Il est bien connu que le silicate tricalcique C<sub>3</sub>S s'hydrate rapidement, il est en grande partie responsable de la prise, du durcissement de la pâte de ciment à jeune âge et assure les premières résistances (2C<sub>3</sub>S+6H→C<sub>3</sub>S<sub>2</sub>H<sub>3</sub>+3CH). Tandis que le silicate bicalcique C<sub>2</sub>S s'hydrate lentement et augmente le gain de résistance à long terme (2C<sub>2</sub>S+4H →C<sub>3</sub>S<sub>2</sub>H<sub>3</sub>+CH). L'aluminate tricalcique C<sub>3</sub>A et l'aluminoferrite tétracalcique C<sub>4</sub>AF s'hydrate rapidement et contribue peu à la résistance initiale (C<sub>3</sub>A+6H→C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub>).

L'addition de sulfate de calcium permet le contrôle de l'hydratation rapide du C<sub>3</sub>A par formation des composés moins réactifs tels que l'ettringite et le sulfoaluminate (C<sub>3</sub>A+26H+3CSH<sub>2</sub>→C<sub>6</sub>AS<sub>3</sub>H<sub>32</sub>). Lorsque l'ettringite achève sa transformation, les aluminates restants réagissent avec l'eau pour produire d'autres phases (C<sub>2</sub>AH<sub>8</sub>, C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>, C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub>).

Dans les ciments composés, les composants des matériaux pouzzolaniques ajoutés à clinker (silice et/ou alumine), réagissent avec portlandite afin de fournir plus de CSH ou CASH (AS<sub>2</sub>+3CH+6H→CSH+C<sub>2</sub>ASH<sub>8</sub>) [91,133].

Les caractéristiques d'hydratation des ciments composés (CC) sont identifiées en utilisant la technique de DSC (figure IV-30). Le pic lié à la portlandite est situé entre 300 °C et 500 °C, le pic de silice est compris entre 570 °C et 575 °C, la calcite entre 600 °C et 800 °C et le pic lié à la wollastonite est au-delà de 900 °C. En dessous de 200 °C, les pics de gel CSH, ettringite et l'eau sont superposés rendent difficiles leurs distinctions.

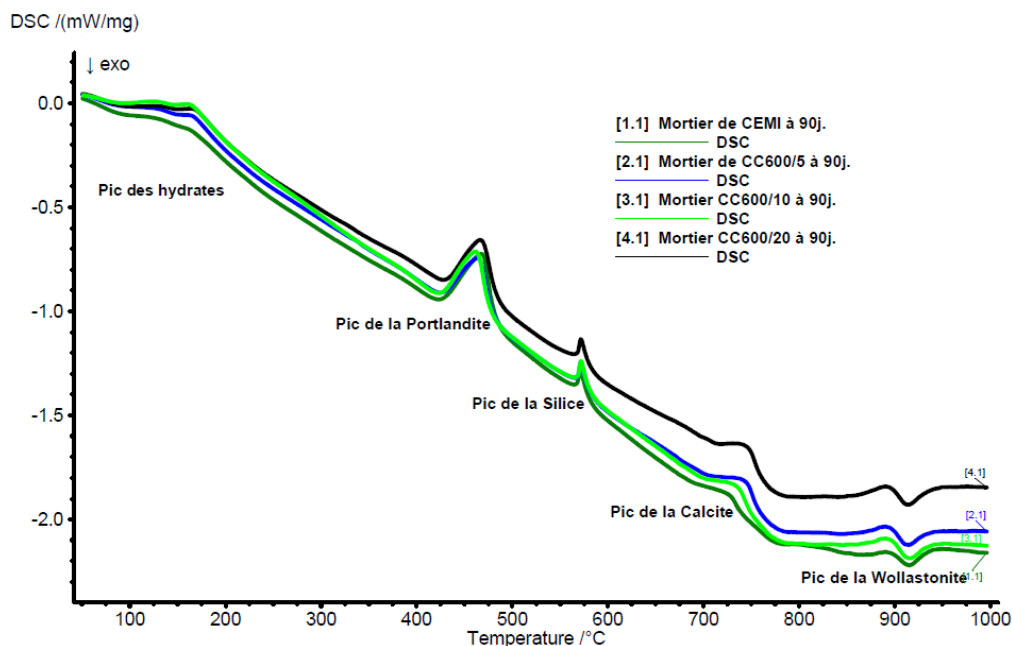


Fig. IV.30. Comparaison selon la DSC entre les mortiers fabriqués avec les ciments CC600 et CEMI.

En utilisant le test thermogravimétrique, les prismes des mortiers utilisés pour l'essai de résistance sont broyés afin de déterminer la portlandite produite. Elle est exprimée par la formule 14 [135] et représentée sur la figure IV-31.

$$Ca(OH)_2 [\%] = \frac{\frac{74Dm_1}{18} + \frac{74Dm_2}{44}}{M_e + Dm} \text{ [gramme de portlandite par gramme de ciment]} \quad \text{Formule 14}$$

$Dm_1$  : Perte de masse de la Portlandite.

$Dm_2$  : Perte de masse de la Calcite.

$Dm$  : Perte de masse globale entre 20°C et 1000°C.

$M_e$  : Masse de l'échantillon.

44 : Masse molaire de  $CO_2$  [g]

18 : Masse molaire de  $H_2O$  [g]

74 : Masse molaire de  $Ca(OH)_2$  [g]

La figure IV-31, illustre le contenu de portlandite produite par les ciments en fonction du temps de durcissement. On remarque que la teneur en portlandite du CEMI augmente en raison de l'hydratation continue de  $C_3S$  et  $C_2S$ .

Pour CC600, il est évident que le taux de portlandite augmente avec le temps de séchage jusqu'à 90 jours en raison de l'hydratation de l'alite ( $C_3S$ ) et la bélite ( $C_2S$ ) produisant du CSH et CH. De l'autre côté, ces ciments produisent moins de portlandite que le ciment CEMI surtout à des âges plus avancés, indiquant la consommation de portlandite par les boues activées. Ce dernier phénomène est étroitement lié à l'activité pouzzolanique de la boue traitée thermiquement.

Le traitement thermique des boues à 800 °C conduit au même phénomène à 28 jours, mais à un âge plus avancé le taux de portlandite produite dépasse celle du CEMI.

Pour les ciments modifiés CC700, il n'y avait aucune activité pouzzolanique, car une plus grande quantité de portlandite a été enregistrée par rapport au ciment portland CEMI, ces ajouts peuvent être classés en tant que filler.

À long terme, les mortiers fabriqués avec du ciment CC600, continue la production de portlandite, mais moins que les autres mortiers, même le mortier CEMI. Cet effet a eu des répercussions sur la cinétique de l'indice IRC de CC600/20 (IRC=0.89).

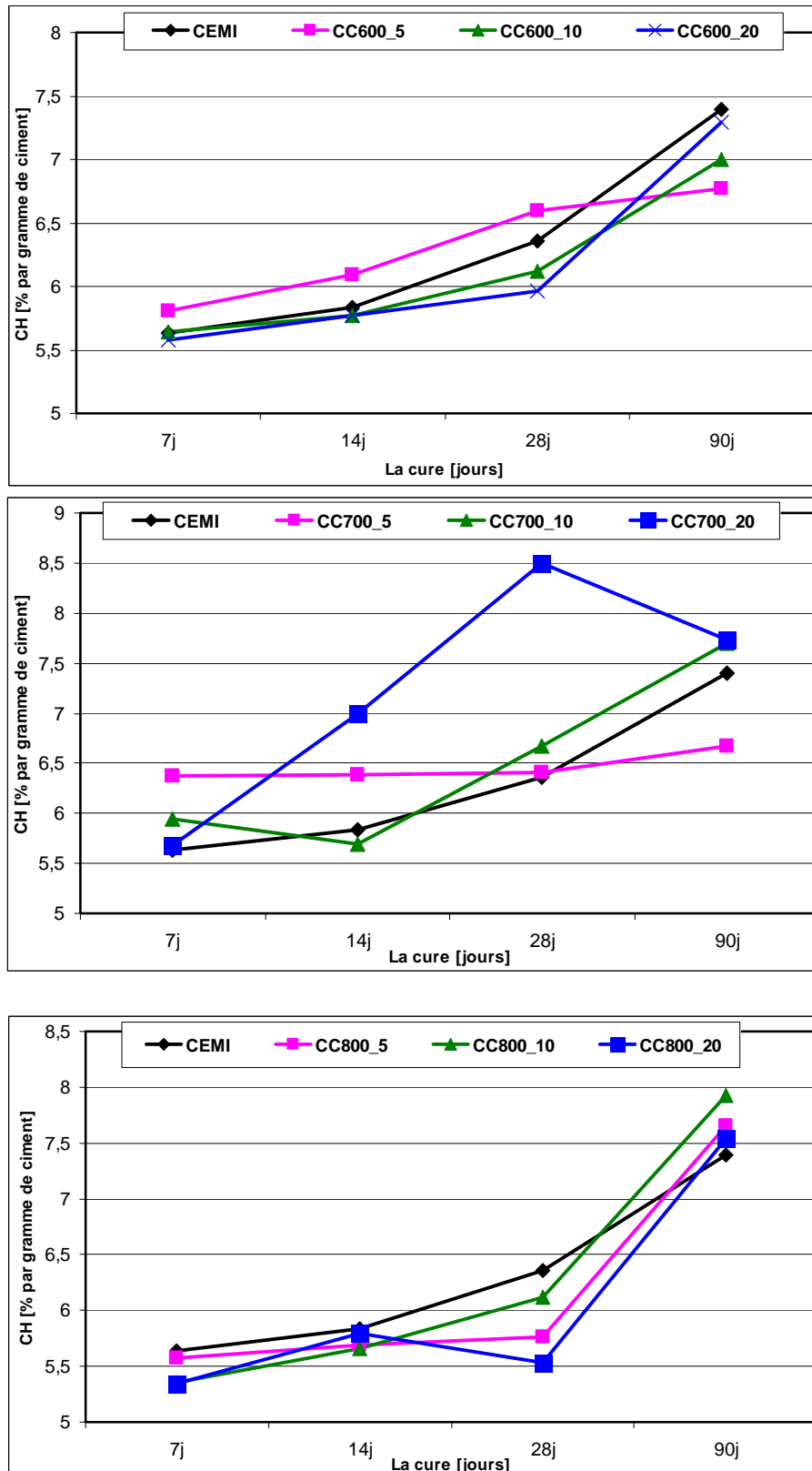


Fig. IV.31. Le pourcentage de Portlandite (CH) produite à différents âges.

### 3-6-Mesure de la porosité accessible à l'eau

D'après la figure 4, on remarque que le mortier à ciment CEMI est plus poreux que les mortiers à ciments composées à tous âges. A 90 jours de murissement la porosité du mortier

CEMI atteint 19% du volume total. La porosité la plus faible est attribuée au mortier avec CC 800/20 qui enregistre 18.29% de porosité. Le mortier le moins poreux élaboré avec CC600 est le mortier fabriqué avec le ciment composé 600/20. Dans la catégorie des CC 700 la plus faible porosité avec 18.58 est affectée aux mortiers CC 700/5.

Il existe différentes formes, arrangements et tailles des pores dans les matériaux cimentaires, il existe deux genres de pores:

- Macro pores** (pores capillaires) constituées par des vides entre les hydrates et anhydres.
- Micro pores** (pores du gel) des vides dans les gels hydratés.

Les pores capillaires (avec une dimension médiane 1.3  $\mu\text{m}$ ) occupent la plupart du volume des vides, ils diminuent en cours de l'hydratation. La porosité des ciments Portland CEMI est centrée justement vers ce genre de pores. Neville M. déclare que si le rapport E/C, est supérieur à 0.38 (dans notre étude le rapport est de 0.5) et même avec hydratation complète le volume du gel ne suffit pas à combler tous les vides [136].

La répartition des tailles des pores dans les mortiers fabriqués avec les ciments avec ajouts, est plus étroite. Car la réaction pouzzolanique qui se déroule tend à améliorer la structure en resserrant la porosité (figure IV-32) et augmente le contenu solide. La porosimétrie des ciments CC est décalée vers les pores à petites tailles (pores des hydrates ou micro pores). Le diamètre de ce genre de pore est inférieur à 2 ou 3 nm.

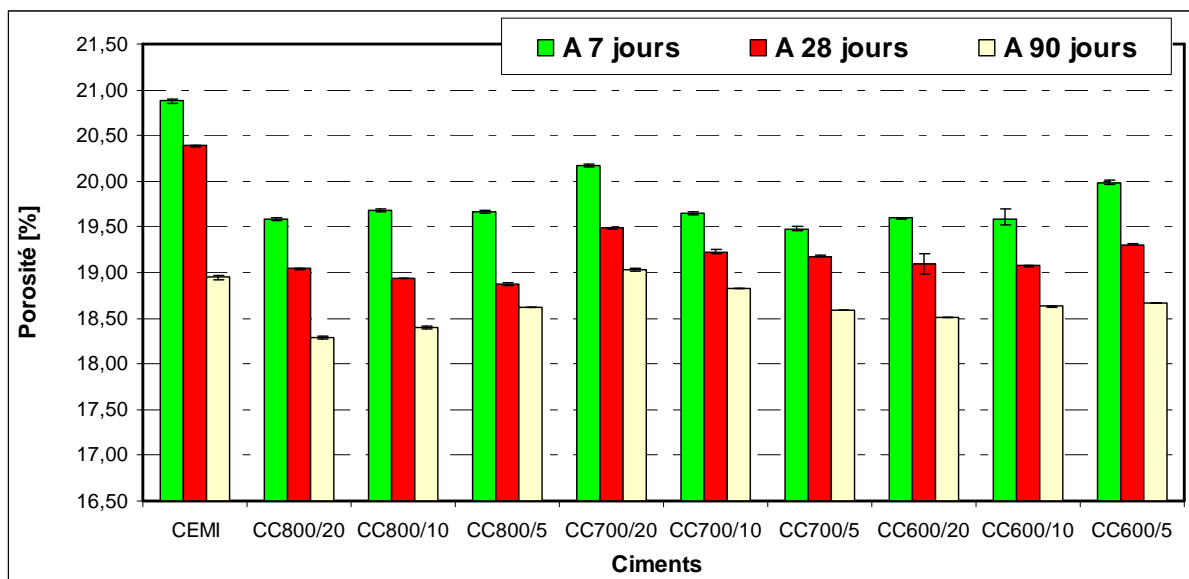


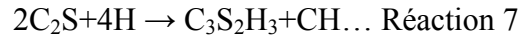
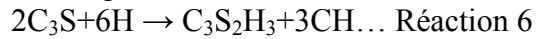
Fig.IV.32. La porosité accessible à l'eau.

### 3-7- Calcul du Coefficient de migration des chlorures en régime non-stationnaire

Les propriétés de transfert et de diffusion sont des paramètres essentiels de durabilité dans les matériaux cimentaires. Les chlorures pénètrent dans la matrice cimentaire par absorption capillaire, pression hydrostatique et/ou diffusion des ions. D'après la figure IV-33, on remarque qu'après 28 jours, le coefficient de migration «  $D_{nssm}$  » dans les mortiers à base de ciments composés est moins important que dans le mortier à base de ciment CEMI. Cette réduction varie de 15% pour le CC600/20 à 1% pour le ciment CC700/5. Cette résistance à l'attaque reste vraie même après une longue durée de conservation (330 jours).

Lorsque les chlorures pénètrent d'un environnement extérieur dans les matériaux cimentaires, ils réagissent avec les hydrates et une autre quantité reste libre dans le réseau poreux. Ces chlorures libres sont responsables de la corrosion des armatures. Ce coefficient est régi par plusieurs facteurs.

\*L'hydratation des silicates  $C_2S$  et  $C_3S$  produit le gel CSH qui comble une partie de la porosité capillaire dans les ciments portland CEMI, selon les réactions :

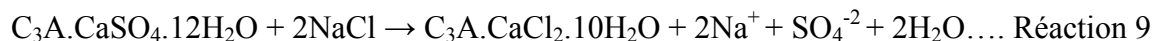


Grâce à sa surface spécifique la contribution de fixation des CSH (fixation physique) est plus significatif que les monosulfates hydratés  $AF_m$ . Dans les travaux de Hirao et al. [68], ils trouvent que 1g de C-S-H peut se lier à 172mg de chlorures, lorsque un C-S-H synthétisé est immergé dans une solution à 0.9% en concentration de chlorures.

Les ciments modifiés génèrent plus de gel CSH provenant de la réaction pozzolanique, avec la formation d'autres hydrates comme le CASH qui en une grande surface spécifique et contribuent aussi à l'adsorption des chlorures.



\*On admet que le sel de Friedel ( $C_3A.CaCl_2.10H_2O$ ) contribue à la fixation des ions chlorures, car lors de la pénétration de ces ions dans la matrice cimentaire, ils seront immédiatement fixés. Les hydrates tel que les monosulfates hydratés  $Af_m$  (avec sa ressemblance avec le sel de Friedel, où l'ion de sulfate est remplacé par deux ions chlorures), fixes les ions de chlorures, suivant la réaction 9.



Cette fixation est expliquée par l'échange des ions  $SO_4^{-2}$ , avec les ions  $Cl^-$ . 1 mole de monosulfate hydraté  $AF_m$  peut se lier à 5 moles d'ions chlorures.

A l'inverse  $AF_t$  ou  $Ca(OH)_2$ , n'ont aucun pouvoir de fixation des ions chlorures.

\*Le  $C_3A$  et  $C_4AF$  jouent un rôle dans la fixation des chlorures en formant des monochloro-aluminates de calcium hydratés (sel de Friedel), ou des monochloro-ferrites de calcium hydratés. Le pourcentage de ces deux minéraux est de 17.5 pour le ciment CEMI, il devient 20.8 en moyenne pour les ciments modifiés, ce qui conduit à une fixation plus importante dans ces dernières dans la fixation interne, suivant les formules [137].



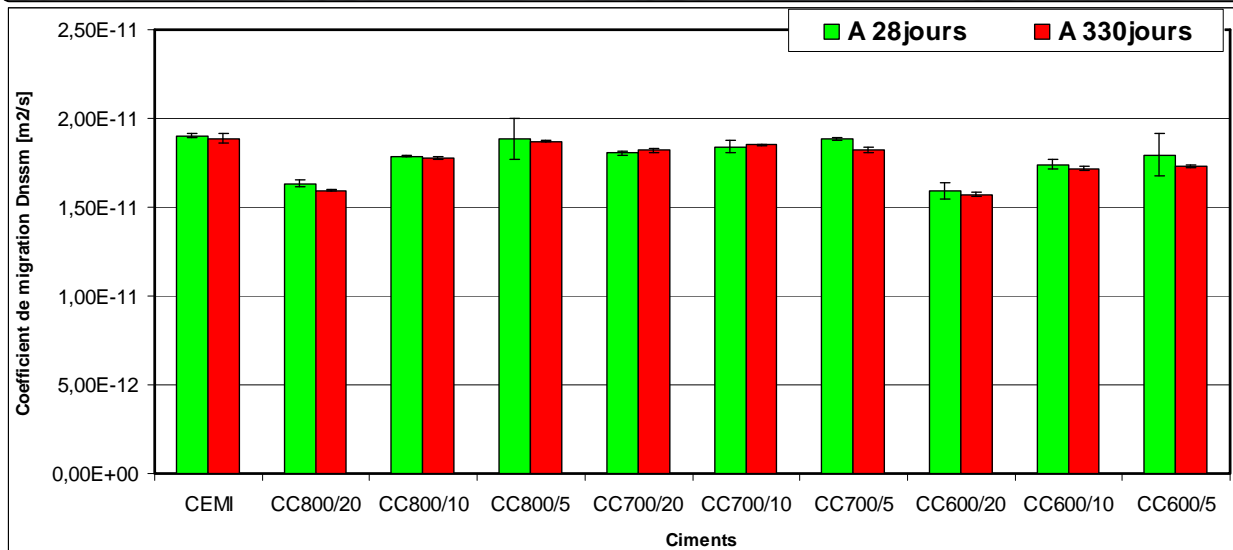


Fig.IV.33. Coefficient de migration des ions chlorure en régime transitoire.

### 3-8-Le retrait libre

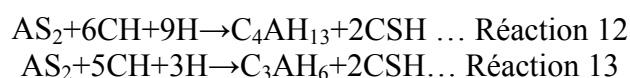
L'essai de retrait lui seule ne peut pas offrir suffisamment d'informations sur le comportement des structures en béton, puisque pratiquement tous les bétons sont soit renforcés par un ferrailage ou par la structure.

Toutefois, cet essai peut fournir des informations nécessaires sur la façon dont les contraintes de séchage se développent.

Le suivi du retrait libre, est illustré dans la figure IV-34. On peut remarquer dans les premiers jours des évolutions très rapides de la pente de retrait, mais à partir du 17<sup>ème</sup> jour la pente est moins raide. Les ciments composés d'une façon générale développent un retrait moins intense que celui engendré par le ciment CEMI. Comme exemple le ciment CC 600/20, a un retrait moins de 13% à 28jours.

Sous l'effet de la gravité, les particules solides s'installent au fond du moule et l'eau appelée eau de ressuage s'accumule sur la surface. Cette eau s'évapore rapidement formant un réseau de ménisque entre les grains [138]. Au fur et à mesure de la perte d'eau, les ménisques provoquent une pression négative sur l'eau capillaire avec une contraction de la matière. Suite à ce phénomène, les pores deviennent de plus en plus petites et la concavité (ou le rayon) des ménisques est plus distincte, ce phénomène s'appelle « suction » [139]. La pression capillaire a tendance à augmenter jusqu'à un seuil critique, lorsque ce dernier est dépassé les ménisques sont trop petits pour couvrir toute la surface. A cet instant, l'air pénètre à l'intérieur, en commençant par les plus grands pores.

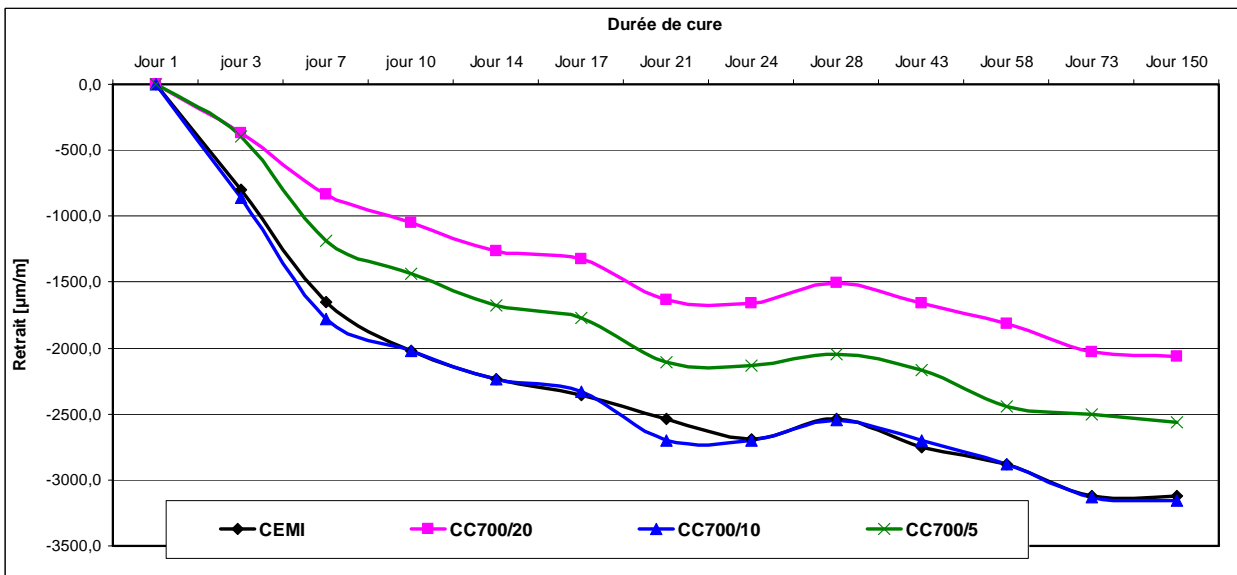
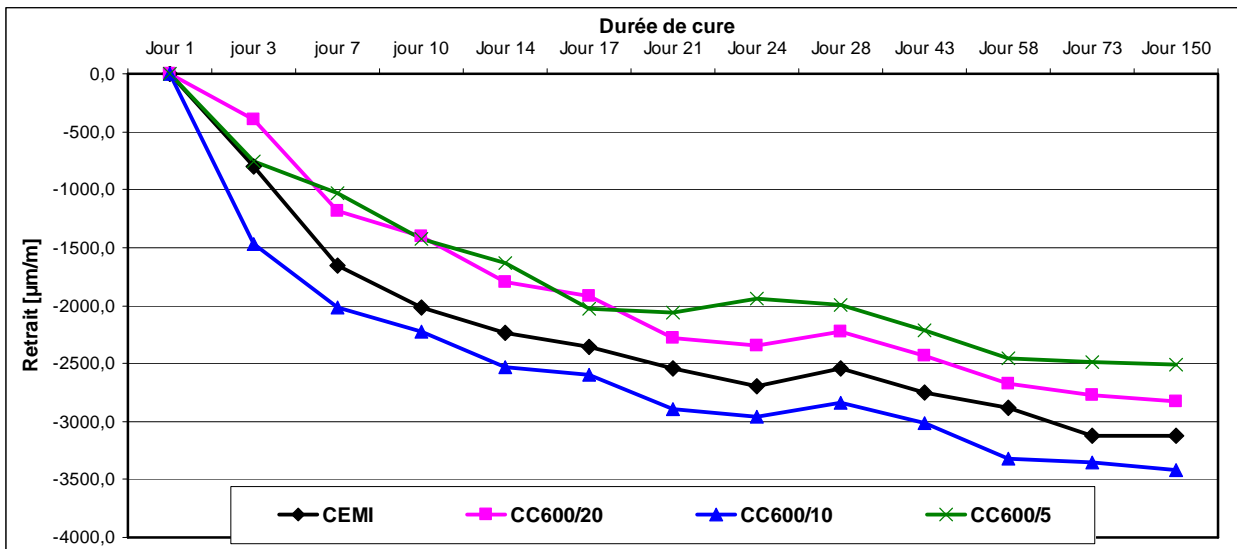
La consommation interne de l'eau par hydratation (réaction 12,13,14) engendre la diminution de la teneur en eau. Ainsi le matériau cimentaire une fois rigidifié a pour conséquence le remplissage de la porosité par les hydrates et la diminution de la teneur en eau dans les pores. Ces derniers sont remplis à la fois par de l'eau liquide, de la vapeur d'eau et de l'air. La création de ces vides fait apparaître des interfaces liquide-gaz appelées ménisques dans les pores, ce qui provoque la mise en tension de l'eau et la mise en compression du squelette solide.





La diminution de la quantité d'eau accentue alors les tensions capillaires, ce qui a pour conséquence la variation volumique du matériau par contraction du squelette solide. La formation des ménisques n'intervient que dans les pores de rayon supérieur à 2.5nm

D'un autre côté, la grande finesse des ciments modifiés par rapport au ciment CEMI, joue aussi un rôle dans le développement du retrait dans les premiers jours, cette finesse est de l'ordre de 3870 cm<sup>2</sup>/g pour le CEMI et 4480 cm<sup>2</sup>/g en moyenne pour les ciments modifiés, ce même phénomène a été aussi constaté par Tazawa et al. [80].



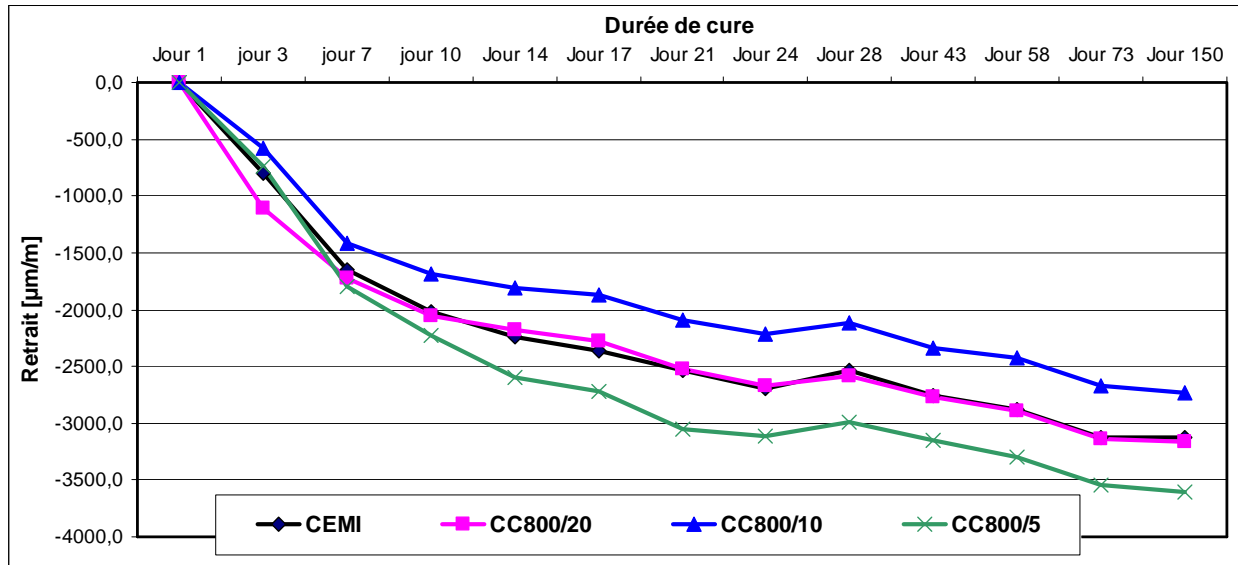


Fig.IV.34. Essai de retrait libre.

### 3-9-La rhéologie des mortiers frais

A la fin du malaxage le matériau cimentaire ou plus précisément la pâte de ciment commence sa floculation. Une contrainte doit être appliquée afin de briser cette structure. Cette contrainte augmente avec le temps, car la force de liaison entre particules augmente avec l'avancement de la réaction d'hydratation du ciment, jusqu'à solidification du matériau cimentaire. Donc, lors de la mise en œuvre la connaissance des propriétés à l'état frais des matériaux cimentaires est primordiale. Les caractéristiques rhéologiques tels que le rapport E/C pour avoir une bonne maniabilité, le temps entre la fin du malaxage et la mise en œuvre (temps de prise), ou la perte de viscosité doivent être connues.

Généralement, la loi de comportement rhéologique est caractérisée par le modèle de Herschel-Bulkley entre la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$  et la contrainte de cisaillement  $\tau$

$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n$$

Dans notre cas, tous les mortiers frais ont un comportement qui s'apparente à un fluide viscoplastique ou un comportement binghamien suivant la relation 1, comme le juge la figure IV-35 (le cas d'un mortier fabriqué avec du CEMI). La variation de la contrainte d'écoulement des différents ciments sont transcrites au tableau IV-14.

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \quad (\text{relation 1})$$

On remarque que le seuil de cisaillement et la viscosité des mortiers modifiés sont supérieurs à celle du CEMI, ce qui veut dire qu'il faut appliquer un taux de cisaillement plus important dans les mortiers modifiés, pour vaincre la compacité du squelette granulaire et la circulation de la phase liquide dans les porosités intergrains. Car l'argile calcinée adsorbent une quantité d'eau à sa surface et forme un agglomérat autour de cette eau, ce qui ralentit la progression de l'hydratation complète du ciment et son ouvrabilité.

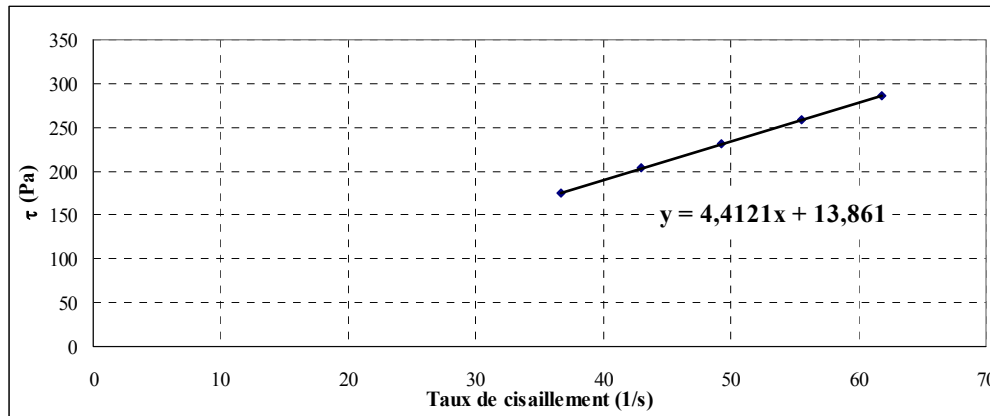


Fig.IV.35. Relation entre  $\tau$  et  $\dot{\gamma}$ . Cas du ciment CEMI.

Tableau IV.14. Seuil de cisaillement et viscosité des ciments.

	CEMI	CC 600/20	CC 600/10	CC 600/5	CC 700/20	CC 700/10	CC 700/5	CC 800/20	CC 800/10	CC 800/5
Seuil de cisaillement $\tau_0$ [Pa]	13,86	17,34	18,40	15,17	21,51	17,61	17,85	17,87	17,37	17,74

De ce fait et d'après la figure IV-36, on remarque après avoir introduit la boue traitée comme ajout à côté du clinker et du gypse, l'augmentation de la viscosité. Cette augmentation veut dire que l'utilisation de cet ajout réduit la maniabilité et l'ouvrabilité des mortiers. Cette réduction est en partie due à la structure poreuse des ajouts et la rétention de l'eau nécessaire à l'hydratation ce qui réduit la fluidité. Le remplacement partiel en masse du clinker par la boue traitée thermiquement augmente le volume, en raison de la diminution de la densité des ciments modifiés (Tableau VI-10), engendrant une plasticité accrue, ce qui réduit la fluidité [140]. D'ailleurs ces constatations sont visibles lors de la détermination du rapport E/C pour avoir une consistance normale, où on a observé une demande en eau accrue avec l'introduction des boues traitées.

Si on accepte que le seuil de cisaillement est contrôlé par la contribution de la phase solide du matériau cimentaire. La figure IV-37, révèle que le début de l'écoulement augmente avec le développement de la finesse.

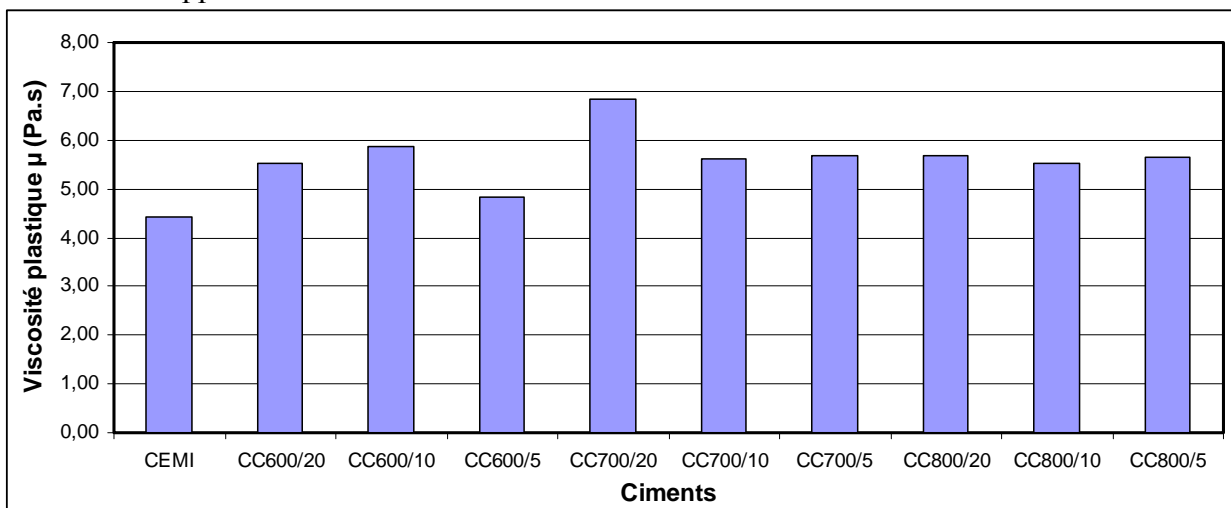


Fig.IV.36. Taux de viscosité des ciments étudiés.

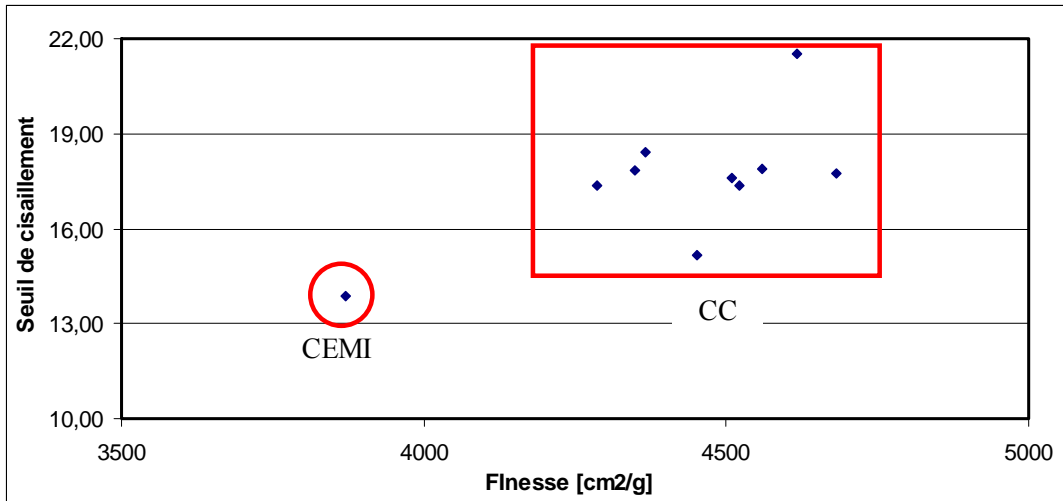


Fig.IV.37. Relation entre seuil de cisaillement et la finesse des ciments

# **CONCLUSION**

L'état algérien à fixer un objectif majeur dans ces investissements. Cet objectif est accroître les infrastructures surtout dans le domaine du bâtiment et travaux publics. Cette croissance, demande dans les brefs délais des investissements considérables dans un autre domaine qui est la fabrication cimentaire. Les usines de ciment tournent à plein régime, pour produire suffisamment de cette matière, qui engloutit à son tour des millions de tonnes de sol. Cette dévastation de l'environnement impose une stratégie raisonnable pour diminuer au maximum l'atteinte à l'écosystème.

L'avancée technologique ouvre chaque jour les portes des matériaux inexplorés. Dans les cinquante années précédentes nous ignorions beaucoup de secrets sur les argiles, leur structure, classification, transformation.... Avec des essais devenus simple comme l'analyse thermique et l'analyse infrarouge comme exemple, ces secrets sont dans la plupart élucidés. Elles sont devenues facile à manipulées.

Le secteur de production du ciment, est le plus absorbeur d'argiles et ne cessent d'engloutir de nouveaux hectares. En parallèle les barrages souffrent d'un mal silencieux qui réduit leurs capacités de stockage et devient encombrants. La vase ou les sédiments de dragage occupent de plus en plus de volume. Après des analyses chimiques et minéralogiques effectuées sur la boue de dragage du barrage K'sob. Elle a révélée l'existence des minéraux, comme l'illite et la kaolinite, l'alumine et l'oxyde de calcium en proportions satisfaisantes. Ceci offre des possibilités concrètes à leur utilisation comme substituant du clinker en vue d'obtention de nouveau ciment.

Cette substitution passe par un traitement thermique pour activer le caractère pouzzolanique de la boue. Une calcination lente est effectuée dans un four fixe pendant 5 heures, avec des degrés situés entre le pic de déshydratation et de carbonatation (600°C, 700°C, 800°C) à des vitesses différentes (5, 10, 20°C/mn). Ceci a conduit à un changement d'états de constitution, car l'évaporation d'eau et le changement de certains minéraux, n'ont pas passés sans détériorer les mailles de cette structure.

Avec leur incorporation à côté du clinker afin de produire des ciments, on a obtenu des résultats satisfaisants, qui peuvent être améliorés au fur et à mesure du progrès technologique dans ce domaine. Après avoir réalisé certains essais typiques de caractérisation des ciments, on a constaté les points suivants :

\*La boue contient essentiellement du quartz (22%), la calcite (30%), kaolinite (11%) et illite/moscovite (20%). La déshydroxylation est assez complète à 600 °C. Au-dessus de 700 °C la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) est décomposé, par conséquent du dioxyde de carbone est libéré avec formation de chaux libre ( $\text{CaO}$ ) qui forme la Portlandite lors du contact avec l'humidité atmosphérique.

\* La composition chimique des ciments composés, satisfait toutes les exigences et normes, tels que la perte au feu, les limites de  $\text{SO}_3$  et de chaux libre, ainsi que les différents module comme le module hydraulique de Michaelis, le module de silicique et l'indice hydraulique de Vicat.

\*Après 28 jours de cure (Afin d'arriver à la meilleure résistance caractéristique), les Ciments composés par 10% de boue activée assure une résistance à la compression la plus élevée de tous les cycles thermiques appliquées aux boues.

\*L'incorporation des boues traitées, augmente la demande en eau, afin de donner une consistance normale à la pâte.

\*La croissance de la finesse des ciments avec ajouts, engendre la croissance de la demande en eau de consistance, décrite par le rapport E/C. Ce rapport augmente avec la température ainsi que la vitesse d'activation.

\*Les boues traitées augmentent la chaleur d'hydratation, grâce à la réaction de la silice avec la portlandite, en particulier les traitements thermiques de la boue à 600°C.

\*La réduction de résistance des mortiers à ciment composé par rapport aux mortiers CEMI est observée. Ceci en raison de la faible activité pouzzolanique du minéral illite/muscovite lorsqu'il est traité est au-dessous de 930 °C.

\*A 28 jours, la production des ciments composés CC600 en matière de portlandite est conséquente devant les CC800. Mais à long terme les ciments CC600 produisent moins de portlandite, indiquant leurs caractère pouzzolanique.

\*La résistance aux attaques chimiques des ciments composés est améliorée par rapport au CEMI, grâce à une finesse et une pouzzolanité accrue et une meilleure porosité.

\*La rhéologie des mortiers, indique un comportement binghamien, avec l'augmentation de la viscosité, ce qui réduit la maniabilité et l'ouvrabilité des mortiers.

Avec ses remarques, on peut dire que ces ciments peuvent être utilisés dans des structures à sollicitations modérées. Mais cette étude peut être améliorée par plus d'essai sur les ajouts expérimentés, comme une étude plus détaillée sur la pouzzolanité, à l'aide de la diffraction aux rayons X et la résonance magnétique.

# **BIBLIOGRAPHIE**

# Bibliographie

- [1] Bouchedja Abd. - Directeur Général ABHCSM. La politique nationale de l'eau en Algérie. Euro-RIOB 2012: 10ème Conférence Internationale 17 au 19 Octobre 2012 Turquie – Istanbul.
- [2] Hasbaia M, Hedjazi A, Benayada L. Variabilité de l'érosion hydrique dans le bassin du Hodna : cas du sous bassin versant du l'oued El Ham. *Mar Sci Agron Vét* 2012; 1:28-32.
- [3] Despois J. Le Hodna (Algérie). Publication de la faculté des lettres d'Alger. 1953. p 46-49, 75-76.
- [4] Zerrouki A, Lazib N. Contribution des images Alsat-2A à l'étude géologique de la région de M'sila. Consulter le 24/09/2014 sur le site <http://www.asal.dz/asal-geolog-msila.php>.
- [5] Guasmi I, Djabri L, Hani A, Lamouroux C. Pollution de l'oued Medjerda par les nutriments. *Larhyss Journal* 2006 ; 5 : 113-119.
- [6] Kellil A, Bensafia D. Elimination des phosphates par filtration directe sur lit de sable. *Revue des sciences de l'eau /Journal of Water Science* 2003. Vol. 16 ; 3 : 317-332.
- [7] Ouarts A, Saoudi A, Chekireb D. Etude des efflorescences toxiques à cyanobactéries dans le barrage Mexa, Algérie. *Rev. Microbiol Ind San et Environ* 2011. Vol 5 ; 1 : 81-100.
- [8] Bouzid-Lagha S, Djelita B. Etude du phénomène d'eutrophisation dans le Barrage de Hammam Boughrara (Wilaya de Tlemcen, Algérie) . *Hydrological Science Journal* 2012. N°57. Vol 1 : 186-201.
- [9] Etude FAO foret. Lutte contre l'ensablement. 2010 ; Rapport N° 158 : 3-4.
- [10] Geneviève C-G. Les régions sources de poussières au Sahara. *Revue sécheresse* 1990 ; N°02, Vol 01 : 134-141.
- [11] Megnounif A, Terfous A, Ghenaim A, Poulet JB. Rôle des crues dans la production de sédiments transportés en suspension dans un cours d'eau des bassins versants méditerranéens. VIII Journées Nationales Génie Civil – Génie Côtier, Compiègne 7-9 septembre 2004. 341-347.
- [12] Larfi B, Remini B. Le transport solide dans le bassin versant de l'oued Isser, impact sur l'envasement du barrage Beni Amrane (Algerie). *Larhyss Journal* 2006 ; N° 05 : 63-73.
- [13] Morsli B, Habi M, Mazour M, Hamoudi A, Halitim A. Erosion et ruissellement en montagnes méditerranéennes d'Algérie du Nord: analyse des facteurs conditionnels sous pluies naturelles et artificielles. *Rev Mar Sci Agron Vét* 2012 ; 1 : 33-40.
- [14] Remini W, Remini B. La sédimentation dans les barrages de l'Afrique du nord. *Larhyss Journal* 2003 ; 2 : 45-54.
- [15] Nedjraoui D, Bédrani S. La désertification dans les steppes algériennes : causes, impacts et actions de lutte . La revue électronique en science de l'environnement 2008 ; Vol 8 : N°01. DOI : 10.4000/vertigo.5375.
- [16] Salamani M, Nedjraoui D. Le suivi à long terme des écosystèmes steppiques : Une plateforme de recherche sur la désertification. 14th International Soil Conservation Organization Conference. Water Management and Soil Conservation in Semi-Arid Environments 2006 ; Marrakech- Maroc. Mai 14-19 (ISCO 2006).
- [17] Nedjraoui D. Evaluation des ressources pastorales des régions steppiques algériennes et définition des indicateurs de dégradation. In : Ferchichi A.(comp.),Ferchichi A. (collab.). Réhabilitation des pâturages et des parcours en milieux méditerranéens. 2004 ; Zaragoza. CIHEAM : 239-243 (Cahiers Options Méditerranéennes; n.62).
- [18] Khaldi AK, Dahane A. Elevage et processus de désertification de la steppe algérienne. *Revue d'écologie et environnement* 2011 ; 07 : 70-79.
- [19] Cheverry Cl, Robert M. La dégradation des sols irrigués et de la ressource en eau : une menace pour l'avenir de l'agriculteur et pour l'environnement des pays du sud de la méditerranée ? *Etude et gestion des sols* 1998 ; 217-226.
- [20] Boualla N, Benziane A, Derrich Z. Origine de la salinisation des sols de la plaine de M'léta (bordure sud du bassin sebkha Oran. *J of Applied Biosci* ; 53 : 3787-3796.
- [21] Remini B. Une nouvelle approche de lutte contre l'envasement des barrages : La technique des obstacles émergés. *Larhyss Journal* 2011 ; 9 : 43-53.

- [22] Remini B. Evolution de la sédimentation dans les retenues de barrage et le soutirage des particules fines. *Courrier du savoir* 2002 ;02 : 29-34.
- [23] Remini B. La problématique en Algérie du nord. *Larhyss Journal* 2010 ; 8 : 27-46.
- [24] Bruk S. Méthodes de calcul de la sédimentation dans les lacs et les réservoirs. Contribution au programme hydrologique internationale PHI-II Project , A.2.6.1 Panel ; Janvier 1986 : 161-162.
- [25] Aubert G. Réflexions sur l'utilisation de certains types de banquettes de (Défense et Restauration des Sols) en Algérie. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, 1986 ; Vol. XXII, n° 02 : 147-151.
- [26] Arabi M, Kedaïd OE, Bourougaa L, Asla T, Roose E. Bilan de l'enquête sur la défense et restauration des sols (DRS) en Algérie. *Revue sécheresse* 2004 ; Vol. 15, N°01 : 87-95.
- [27] Direction générale des forêts, Rapport national relatif à la mise en œuvre de la convention des nations unies sur la lutte contre la désertification, Mai 1999.
- [28] Bosc J-L, Chauveau J-M, Clément J, Degenne J, Marrey B, Paulin M. Joseph Monier et la naissance du ciment armé. édition du Linteau ; Paris 2001. p 11-17.
- [29] Aïtcin P-C. Cements of yesterday and today. *Concrete of tomorrow*. *Cem Concr Res* 2000; 30 : 1349-1359.
- [30] Brocard J. Encyclopédie pratique de la construction et du bâtiment, Tome I. Paris ; Librairie Aristide Quillet 1968. p 813-815.
- [31] Taylor HFW. *Cement chemistry*. 2ème édition. London ; Edition Thomas Telford 1997. p 262.
- [32] Festa J, Dreux G. *Nouveau guide du béton et de ses constituants*. 8ème édition. Paris ; Edition Eyrolles 1998. p27, 31.
- [33] Naceri A, Messaoudene I. Effet de l'activation mécanique du laitier de haut fourneau sur le comportement mécanique du mortier. *Lebanese Sci J* 2006 ; Vol 7. N° 2 : 85-96.
- [34] Behim M. *Sous-produits industriels et développement durable : Réactivité, Rôle et durabilité des laitiers d'El Hadjar dans les matériaux à matrice cimentaire*. Thèse doctorat d'état soutenue à l'université de Badji Mokhtar. Annaba 2005. p161.
- [35] Adamiec P, Benezet JC, Benhasseine A. Relation entre une cendre volante silico-alumineuse et son charbon. *Poudre et grains* 2005 ; Vol.15. N°3 : 35-46.
- [36] Aïtcin P-C. *Bétons haute performance*. Paris ; Edition Eyrolles 2001. p 191-194.
- [37] Feng X, Clark B. Evolution of the physical and chemical properties of fly ash products for use in portland cement concrete. *World of coal ash conference*, Denver colorado USA, 9-11 Mai 2011.
- [38] Ollivier JP, Carles-Gibergues A, Hanna B. Activité pouzzolanique et action de remplissage d'une fumée de silice dans la matrice de béton de haute résistance. *Cem Concr Res* 1988 ; 18 : 438-448.
- [39] Srivastava V, Agawal VC, Kumar R. Effect of silica fume on mechanical properties of concrete. *J Acad Indus Res* 2012 ; Vol 1 N°4 : 176-179.
- [40] Geoffray J-M, Valladeau R. Morphologie et couleur des pouzzolanes. *Bulletin de liaison du laboratoire de ponts et chaussées*. 92 nov. -dec. 1977- Ref 2116 : 91-94.
- [41] Goufi N, Kaid N, Abidelah A, Ayad K, Kerdal Dj. Effet de la pouzzolane de Béni-Saf sur la durabilité des bétons. Alger 2011. 8ème séminaire sur les technologies du béton : 56-64.
- [42] Ghrici M, Kenai S, Said-Mansour M. Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements. *Cem Concrete Comp* 2007 ; 29 : 542-549.
- [43] Benali H. *Les minéralisations associées aux roches magmatiques tertiaires du nord de l'Algérie*. Thèse doctorat. Université des sciences et de la technologie Houari Boumediene. Alger. 2003.
- [44] Hamidi M, Kacimi L, Cyr M, Clastres P. Evaluation and improvement of pozzolanic activity of andesite for its use in eco-efficient cement. *Constr Build Mater* 2013 ; 47: 1268-1277.
- [45] C. El-Ouazzani D, Mansouri K, B. Fokam C. Etude préliminaire de la valorisation des boues de papeterie comme matières premières secondaires dans les mortiers de ciment Portland. *Revue Nature et technologie* 2013 ; 9 : 13-18.
- [46] Garcia R, Vigil de la Villa R, Vegas I, Frias M, Sanchez de Rojas MI. The pozzolanic properties of paper sludge waste. *Constr Build Mater* 2008 ; 22 :1484-1490.

- [47] Bahurudeen A, Santhanam M. Influence of different processing methods on the pozzolanic performance of sugarcane bagasse ash. *Cem Concr Comp* 2015 ;56 :32-45.
- [48] Millot G. Argiles et minéraux argileux. Dans *.Dictionnaire des roches et minéraux*. Paris ; Encyclopaedia Universalis et Albin Michel éditions 2001. p 58-66, 806-810.
- [49] Soro NS. Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite. Thèse pour l'obtention de grade de docteur. Université de Limoges. 2003. p16.
- [50] Verdel C, Niemi N, Van Der Pluijm BA. Variation in the illite to muscovite transition related to metamorphic conditions and detrital muscovite content : Insight from the paleozoic passive margin of the southwestern United States. *The Journal of Geology* 2011; 119 : 419-437.
- [51] Hashin Z, Shtrikman S. On some variational principles in anisotropic and nonhomogeneous elasticity. *J Mech Phys Solid* 1962 ; 10 :335-342.
- [52] Gaudette HE, Eades JL, Grim RE. The nature of illite. Proceedings of the 13th national conference on clays and clay minerals conducted by the clay mineral society. Wisconsin, USA ; October 5-8, 1964: 33-48.
- [53] San Nicolas R, Cyr M, Escadeillas G. Characteristics and applications of flash metakaolins. *Appl Clay Sci* 2013 ; 83-84 : 253-262.
- [54] Bridson D, Davies TW, Harrison DP. Properties of flash-calcined Kaolinite. *Clays Clay Miner* 1985 ; Vol 33 N° 3 : 258-260.
- [55] Brown GH, Montgomery ET. Deydration of clays. Washington government printing office 1913. p1-23.
- [56] E. Grim R. Clay mineralogy. USA ; McGraw Hill Book Company 195. p 200-202.
- [57] Bresson A. Influence de la minéralogie sur le comportement des mortiers de ciment au jeune âge. Mémoire présenté pour l'obtention du grade de maître ès science (M.Sc.). Université de Laval Québec. 2006. p 5-9
- [58] Gagnon JP. Influence d'un superplastifiant sur l'énergie d'activation lors de l'hydratation d'un coulis de ciment. Mémoire de maîtrise en sciences appliquées, Département de chimie. Université de Sherbrooke, 1996, p 9-12.
- [59] G. Snelson D, Wild S, O'Farrell M. Heat of hydration of Portland Cement-Metakaolin-Fly ash (PC-MK-PFA) blends. *Cem Concr Res* 2008 ;38 :832-840.
- [60] Thongsanitgarn P, Wongkeo W, Chaipanich A, Poon CS. Heat of hydration of Portland high calcium fly ash cement incorporating limestone powder : effect of limestone particle size. *Constr Build Mater* 2014 ;66 :410-417.
- [61] Langan BW, Weng K, Ward MA. Effect of silica fume and fly ash on heat of hydration of portland cement. *Cem Concr Res* 2002 ;32 :1045-1051.
- [62] Chatterji S, Thaulow N, Christensen P. Pozzolanic activity of byproduct silica-fume from ferro-silicon production. *Cem Concr Res* 1982 ; 12 : 781-784.
- [63] Prince W, Ollivier JP, Truc O. Aspect électrochimique de l'essai accéléré de perméabilité aux ions chlorures. *Matériaux et constructions* 1999 ; 32 : 243-251.
- [64] Yang CC. On the relationship between pore structure and chloride diffusivity from accelerated chloride migration test in cement-based materials. *Cem Concr Res* 2006 ;36 : 1304-1311.
- [65] Yang CC, Wang LC. The diffusion characteristic of concrete with mineral admixtures between salt ponding test and accelerated chloride migration test. *Mater Chem Phys* 2004 ;85 : 266-272.
- [66] Fang Y, Zhang S, Kawashima S, Shah SP. Influence of kaolinite clay on the chloride diffusion property of cement-based materials. *Cem Concr Comp* 2014 ;45 :117-124
- [67] Song HW, Jang JC, Saraswathy V, Byun KJ. An estimation of the diffusivity of silica fume concrete. *Build Envir* 2007. ;42 : 1358-1367.
- [68] Hirao H, Yamada K, Takahashi H, Zibara H. Chloride binding of cement estimated by binding isotherms of hydrates. *J Adv Concr Tech* 2005 ; Vol 3, N° 1 : 77-84.
- [69] Vocka R, Gallé C, Dubois M, Lovera P. Mercury intrusion porosimetry and hierarchical structure of cement pastes : Theory and experiment. *Cem Concr Res* 2000 ; 30 : 521-527.
- [70] Gallé C. Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry : A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying. *Cem Concr Res* 2001 ;31 :1467-1477.

- [71] Pandey SP, Sharma RL. The influence of mineral additives on the strength and porosity of OPC mortar. *Cem Concr Res* 2000 ;30 : 19-23.
- [72] Li YX, Chen YM, Wei JX, He XY, Zhang HT, Zhang WS. A study on the relationship between porosity of the cement paste with mineral additives and compressive strength of mortar based on this paste. *Cem Concr Res* 2006 ;36 : 1740-1743.
- [73] Association Française de Genie Civil AFCG. Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages : Maitrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction. 2004. p55.
- [74] Klemczak BA. Modeling thermal shrinkage stresses in early age massive concrete structures- comparative study of basic models. *Archive of civil and mechanical engineering* 2014 ; 14 : 721-733.
- [75] Slowik V, Schmidt M, Fritzsich R. Capillarity pressure in fresh cement-based materials and identification of the air entry value. *Cem Concr Comp* 2008 ; 30 : 557-565.
- [76] Bouaziz A, Hamzaoui R, Rezigue S, Bennabi A. Valorisation du sable de dune dans les formulations des mortiers et des bétons. 31ème rencontres de l'AUGC 2013. Cachan-France. p 1-11.
- [77] Yurtdas I. Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice cimentaire : étude expérimentale sur mortiers. Thèse pour l'obtention du grade de docteur. Université des sciences et technologies de Lille. 2003. p 15-17, 122-123.
- [78] F. Ferraris C. Mécanismes du retrait de la pâte de ciment durcie. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en sciences techniques, école polytechnique fédérale de Lausanne. 1986. p 86-89.
- [79] Barcelo L, Moranville M, Clavaud B. Autogenous shrinkage of concrete : a balance between autogenous swelling and self-desiccation. *Cem Concr Res* 2005 ;35 : 177-183.
- [80] Tazawa E-I, Miyazawa S. Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste. *Cem Concr Res* 1995 ; Vol 25. N°2 : 281-287.
- [81] Lee KM, Lee HK, Lee SH, Kim GY. Autogenous shrinkage of concrete containing granulated blast furnace slag. *Cem Concr Res* 2006 ; 36 : 1279-1285.
- [82] Brooks JJ, M. Johari MA, Mazloom M. Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete. *Cem Concr Comp* 2000 ;22 : 293-301.
- [83] Hu J, Ge Z, Wang K. Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times. *Constr Build Mater* 2014 ;50 : 657-663.
- [84] Batis G, Pantazopoulou P, Tsivilis S, Badogiannis E. The effect of metakaolin on the corrosion behavior of cement mortars. *Cem Concr Comp* 2005 ;27 :125-130.
- [85] Kocak Y, Nas S. The effect of using fly ash on the strength and hydration characteristics of blended cement. *Constr Build Mater* 2014 ;73 : 25-32.
- [86] Moulin E, Blanc P, Sorrentino D. Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements. *Cem Concr Comp* 2001 ;23 : 463-469.
- [87] Antoni M, Rossen J, Martinera F. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. *Cem Concr Res* 2012 ; 42 :1579-1589.
- [88] Talero R. Performance of metakaolin and Portland cement in ettringite formation as determined by ASTM C452-68 : Kinetic and morphological differences. *Cem Concr Res* 2005 ;35 : 1269-1284.
- [89] Aubert JE, Segui P, Husson B, Measson M. A method developed to quantify lime and gypsum consumed by mineral additions. *Cem Concr Comp* 2012 ; 34 : 874-880.
- [90] Donatello S, Tyrer M, Cheeseman CR. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. *Cem Concr Comp* 2010 ; 32 : 121-127.
- [91] Tironi A, A. Trezza M, N. Scian A, F Irassar E. Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. *Cem Concr Comp* 2013 ;37 :319-327.
- [92] Kadri El-H, Kenai S, Ezzian K, Siddique R, De Schutter G. Influence of metakaolin and silica fume on the heat of hydration and compressive strength development of mortar. *Appl Clay Sci* 2011 ; 53 : 704-708.
- [93] Coussot P, Grossiord J-L. Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton. EDP sciences. 2001. p 10-11.
- [94] Atzeni C, Massidda L, Sanna U. Comparaison between rheological models for portland cement pastes. *Cem Concr Res* 1985 ; 15 : 511-519.

- [95] Pedrajas C, Rahhal V, Talero R. Determination of characteristic rheological parameters in portland cement pastes. *Constr Build Mater* 2014 ;51 :484-491.
- [96] F.Ferraris C, H. Obla K, Hill R. The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete. *Cem Concr Res* 2001 ;31 : 245-255.
- [97] Papo A, Piani L. Effect of various superplasticizers on the rheological properties of Portland cement pastes. *Cem Concr Res* 2004 ; 34 : 2097-2101.
- [98] Zhang X, Han J. The effect of ultra-fine admixture on the rheological property of cement paste. *Cem Concr Res* 2000 ; 30 : 827-830.
- [99] Adjoudj M, Ezziane K, Kadri El-H, Ngo T-T, Kaci A. Evaluation of rheological parameters of mortar containing various amounts of mineral addition with polycarboxylate superplasticizer. *Constr Build Mater* 2014 ; 70 : 549-559.
- [100] Senff L, Modolo RCE, Santos Silva A, Ferreira VM, Hotza D, Labrincha JA. Influence of red mud addition on rheological behavior and hardened properties of mortars. *Constr Build Mater* 2014 ; 65 : 84-91.
- [101] NF EN 196-2: Méthodes d'essais des ciments. Partie 2: Analyse chimique des ciments; 2013.
- [102] Le Parlouër P, Legendre B. Matériaux de référence pour les techniques d'analyse thermique et de calorimétrie et méthodes de mesures calorimétriques. *Revue française de métrologie* 2005 ;1 : 19-26
- [103] XP P 94-047. Sols reconnaissances et essais. Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau, Méthode par calcination ; 1998.
- [104] NF EN 196-6: Méthodes d'essais des ciments. Partie 6: Détermination de la finesse; 2012
- [105] NF EN 196-3: Méthodes d'essais des ciments. Partie 3: Détermination du temps de prise et de la stabilité; 2009
- [106] NF EN 196-9: Méthodes d'essai des ciments. Partie 9: Chaleur d'hydratation- Méthode semi-adiabatique; 2010.
- [107] NF EN 196-1: Méthodes d'essai des ciments. Partie 1: Détermination des résistances mécaniques; 2006.
- [108] Ismail I, A. Bernal S, L. Provis J, San Nicolas R, G. Brice D, R. Kilcullen A, Hamdan S, SJ Van Deventer J. Influence of fly ash on the water and chloride permeability of alkali-activated slag mortars and concretes. *Constr Build Mater* 2013 ; 48 :1187-1201.
- [109] NF P 18-459 Essai pour béton durci- Essai de porosité et de masse volumique ; 2010
- [110] NF P15-433 Méthodes d'essai des ciments- détermination du retrait et du gonflement ; 1994.
- [111] Soualhi H, Kadri El-H, Ngo T-T, Bouvet A, Cussigh F, Kenai S. A vane rheometer for fresh mortar : Development and validation. *Appl rheo*. DOI 10.3933/Applrheol-24-22594.
- [112] NF EN 197-1: Ciment: Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Part 1; 2012.
- [113] Sperinck S, Raiteri P, Marks N, Wright K. Dehydroxylation of kaolinite to metakaolinite- A molecular dynamics study. *J Mater Chem* 2011; 21: 2118-2125.
- [114] Janotka I, Puertas F, Palacios M, Kuliffayova M, Varga C. Metakaolin sand-blended-cement pastes: Rheology, hydration process and mechanical properties. *Constr Build Mater* 2010;24: 791-802.
- [115] Aasly K, Malvik T, Myrhaug EH. Advanced methods to characterize thermal properties of quartz. In: *Proceeding of the XI international conference on Innovations in ferro alloy industry 2007*. New Delhi, India. p 381-392.
- [116] Jiang T, Li G, Qiu G, Fan X, Huang Z. Thermal activation and alkali dissolution of silicon from illite. *Appl Clay Sci* 2008; 40: 81-89.
- [117] Sanders JP, Gallagher PK. Kinetic analyses using simultaneous TG/DSC measurements Part II: decomposition of calcium carbonate having different particle sizes. *J Therm Anal Calorim* 2005; 82 :659-664.
- [118] Truche C. Caractérisation et quantification des minéraux argileux dans les sols expansifs par spectroscopie infrarouge aux échelles du laboratoire et du terrain. Thèse pour l'obtention de grade de docteur. Université de Toulouse 3 Paul Sabatier. France; 2010. p 67.
- [119] Joussein E, Petit S, Decarreau A. A new method to determine the ratio of clay minerals in mixtures by IR spectroscopy. *C R Acad Sci Paris, Sciences de la terre et des planètes/ Earth and planetary Sciences*, 2001; 332:83-89.

- [120] Djedid A, Bekkouche A, A. Mamoune SM. Identification et prévision du gonflement de quelques sols de la région de Tlemcen. Bull Lab Pont Chauss 233 ; Juillet-Août 2001 : 67-75.
- [121] NF P 11-30. Exécution des terrassements, classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières, 1992.
- [122] Bich Ch. Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin: Evolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique. Thèse pour l'obtention de grade de docteur. Institut national des sciences appliquées de Lyon France ; 2005. p118.
- [123] Baron J, Ollivier JP, Weiss JC. Les bétons, bases et données pour leur formulation. Troisième tirage ; Edition Eyrolles 1999. p51-52, 61.
- [124] Binici H, Aksogan O, H. Cagatay I, Tokyay M, Emsen E. The effect of particle size distribution on the properties of blended cements incorporating GGBFS and natural pozzolan (NP). Powder tech 2007;177:140-147
- [125] Brouwers HJH. The work of Powers and Brownayard revisited : Part 1. Cem Concr Res 2004 ;34: 1697-1716.
- [126] Cyr M, Trinh M, Husson B, Casaux-Ginestet G. Effect of cement type on metakaolin efficiency. Cem Concr Res 2014; 64: 63-72.
- [127] De Schutter G. Influence of hydration reaction on engineering properties of hardening concrete. Materials and structures 2002 ; 35 :447-452.
- [128] Wild S, Khatib JM, Jones A. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete. Cem Concr Res 1996 ;26 :1537-1544
- [129] Mostafa NY, El-Hemaly SAS, El-Wakeel EI, EL-Korashy SA, Brown PW. Characterization and evolution of the pozzolanic activity of Egyptian industrial by-products: I: Silica fume and dealuminated kaolin. Cem Concr Res 2001; 31:467-474.
- [130] Mostafa NY, Brown PW. Heat of hydration of high reactive pozzolans in blended cements: Isothermal conduction calorimetry. Thermochemica acta 2005; 435:162-167.
- [131] He C, Makovicky E, Osbaeck B. Thermal stability and pozzolanic activity of calcined illite. Appl Clay Sci 1995; 9: 337-354.
- [132] Chakcouk A, Samet B, Mnif T. Study on the potential use of tunisian clays as pozzolanic material. Appl Clay Sci 2006; 33:79-88.
- [133] Fernandez Lopez R. Calcined clayey soils as a potential replacement for cement in developing countries. Thèse pour l'obtention de grade de docteur. Ecole polytechnique fédérale de Lausanne. Suisse; 2009. p. 53.
- [134] He C, Osbaeck B, Makovicky E. Pozzolanic reactions of six principal clay minerals activation, reactivity assessments and technological effects. Cem Concr Res 1995;25:1691-1702.
- [135] Garcia Diaz E. Réactivité pouzzolanique des métakaolinites : Corrélation avec les caractéristiques minéralogiques des kaolinites. Thèse pour l'obtention de grade de docteur. Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne et de l'institut national polytechnique de Grenoble. France; 1995. p 58-71,147.
- [136] M. Neville A. Propriétés des bétons. Paris ; Edition Eyrolles 2000. p 28-30.
- [137] Nguyen TS. Influence de la nature du liant et de la température sur le transport des chlorures dans les matériaux cimentaires. Thèse de doctorat en génie civil à l'institut national des sciences appliquées (INSA) Toulouse, 2006.
- [138] Slowik K, Schmidt M, Fritsch R. Capillary pressure in fresh cement-based materials and identification of the air entry value. Cem Concr Comp 2008 ;30 : 557-565.
- [139] Arai W. Influence des cycles hydriques de la dessiccation et de l'humidification sur le comportement hydromécanique des géomatériaux non saturés. Thèse pour l'obtention de grade de docteur, INSA de Lyon, 2013.
- [140] Sahmaran M, Özkan N, Keskin SB, Uzal B, Yaman İÖ, Erdem TK. Evolution of natural zeolite as a viscosity-modifying agent for cement-based grouts. Cem Concr Res 2008 ; Vol38 Issue 7 : 930-937.