



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

Université Mohamed Boudiaf - M'sila

Faculté de Technologie

Département de GENIE CIVIL

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER Académique

FILIERE : Génie Civil

SPECIALITE : Matériaux

THEME

**Confection et Activation chimique d'un ciment
Prépare à base de laitier**

Dirigé par :

Dr. Boualleg saida

présenté par :

Benkherredine kherredine

Deloum Abderahim

Promotion: 2018/2019

Remerciements

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance à celles et ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à son élaboration par leurs encouragements et leur aide.

Nous remercions tout d'abord Dr S. Boualleg notre encadreur de mémoire, pour nous avoir encadrés et suivis tout au long de cette mémoire, pour toute l'aide qu'elle a pu nous apporter, et pour sa disponibilité lors de toute cette période passée.

Nous adressons nos remerciements à toutes les personnes qui ont pu nous aider pour les expériences ou les essais au laboratoire Durant ce travail de recherche.

Nous remercions les jurys de notre soutenance de mémoire d'avoir accepté d'examiner notre travail. Nous vous en sommes très reconnaissants.

Nous souhaitons remercier chaleureusement l'ingénieur en génie civil pour avoir partagé un moment de vie intense en travail et en bonne humeur Merci donc à Latifa.

Nous tenons à remercier les personnes qui ont contribuées à la rédaction de ce mémoire.

Nous remercions nos amis pour leurs encouragements tout au long de cette mémoire, merci notamment à votre présence et votre participation à notre soutenance, ainsi de nous avoir soutenus dans les moments les plus stressants.

Enfin, nos dernières pensées vont à nos familles, nos parents, nos frères, nos sœurs, à qui nous dédions ce mémoire.

KHIEREDDINE ET ABDERAHIM

Résumé :

Ce travail consiste à caractériser les ajouts cimentaires tel que le laitier qui sont reconnus par leur faible réactivité et étudier leur comportement avec le ciment sous l'effet de plusieurs paramètres tel que le milieu de conservation, le teneur d'ajout, le dosage en eau. Le laitier combiné avec le ciment ordinaire, ainsi les résultats obtenus des avantages et des inconvénients .Ce travail expérimental a pour objectif d'évaluer expérimentalement l'influence de l'activation chimique sur les propriétés physiques, mécanique et la profondeur de carbonatation, de la pate de ciment et le laitier du mortier.

Mots clés : La pate pure, la résistance mécanique, laitier, activation chimique, ion

ملخص:

يتكون هذا العمل من وصف إضافات الأسمنت مثل الخبث المعترف بها من قبل تفاعلها المنخفض ودراسة سلوكها مع الأسمنت تحت تأثير العديد من المعلمات مثل وسائط الحفظ ودباغة الإضافة الخبث مع الأسمنت العادي ، وبالتالي حصيلة النتائج على مزايا وعيوب ، يهدف .والجرعة في الماء هذا العمل التجريبي إلى إجراء تقييم تجريبي لتأثير التنشيط الكيميائي على الخواص الفيزيائية وميكانيكا وعمق الكربنة في عجينة الإسمنت وخبث الافران والميلاط

الكلمات المفتاحية: معجون نقي ، قوة ميكانيكية ، خبث ، تنشيط كيميائي ، أيون

Abstract;

This work consists in characterizing cement additions such as slag which are recognized by their low reactivity and study their behavior with cement under the effect of several parameters such as the medium conservation, the tanner of addition, the dosage in water. The slag combined with ordinary cement, thus the results obtained advantages and disadvantages. This experimental work aims to experimentally evaluate the influence of chemical activation on the physical properties, mechanics and depth of carbonation, of the cement paste and the mortar slag.

Key words: Pure paste, mechanical strength, slag, chemical activation, ion

SOMMAIRE	
Liste des tableaux	
Liste figure	
Introduction	
Chapitre I. Etude bibliographique :	
I- Le Ciment et Addition minérale	
I-1 Ciment	6
I-1-1 Introduction	6
I-1-2 Définition et généralités.	7
I-1-3 les constituants principaux de ciment.	8
I-1-3-1 Clinker	8
I-1-3-2 Gypse	9
I-1-4 Procédés et techniques de fabrication de ciment	10
I-1-4-1 Différents procédés de fabrication	10
I-1-4-2 Techniques de fabrications	11
I-1-4-2-1 Extraction et préparation des matières premières	12
I-1-4-2-2 Séchage et broyage	12
I-1-4-2-3 Cuisson	13
I-1-4-2-4 Broyage du ciment.	14
I-1-5 Classification des ciments	15
I-1-6 Hydratation et chaleur d'hydratation du ciment	19
I-1-6-1 Processus d'hydratation du ciment portland	20
I-1-6-1-1-Hydratation du silicate tricalcique C3S	20
I-1-6-1-2-Hydratation du silicate bi calcique C2S	22
I-1-6-1-3-Hydratation de l'aluminate tricalcique C3A	22
I-1-6-1-4-Hydratation de l'alumino ferrite tétra calcique C4AF	23
I-1 -6-2 Conclusion	24
I -2 Les Additions minérales	
I- 2 -1 Définition et propriétés	24
I- 2- 2 Types d'additions	25
I- 2- 2-1 Les additions réactives	25
I- 2-2-2 Les additions quasiment inertes	25
I- 2- 3 Principales additions	
I- 2- 3- 1 Laitier de haut fourneau	27
I- 2- 3- 2 Les cendres volantes	27
I- 2- 3- 3 Fumée de silice	28
I- 2- 3- 4 Les pouzzolanes	29
I- 2- 3- 5 Fillers calcaires	30
I- 2- 4 L intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans la	31
l'industrie des ciments	31

Chap. II. Activation chimique du laitier	
II - L'activation chimique	33
II- 1- 1 Introduction	33
II -1 - 2 Définition	33
II - 1 - 3 Activation calcique	33
II - 1 - 4 Activation par le clinker du ciment portland	34
II - 1 - 5 L'activation sulfatique	34
II - 1 - 6 L'activation alcaline	35
II -1 - 6 - 1 Principe	35
II - 1 - 6 - 2 L'activation par les alcalis caustiques (la soude) II-	35
II - 1 - 6 - 3 L'activation par les sels siliceux: (verre soluble)	36
II - 1 - 6 - 4 L'activation par les sels non siliceux (carbonate de Sodium)	37
II - 1 -7 L'activation mixte (sodo -sulfatique)	37
II - 1 - 8 Le rôle des activants	37
Chapitre II. 2 Les laitiers	38
Introduction	38
2-1 Procédés métallurgiques et origine des laitiers	39
2-1 Présentation des procédés sidérurgique et métallique	39
2-1-1 Acier	39
2-1-2 Alliage	39
2-2 Origine des laitiers	39
2-2-1 Laitier de Haut fourneau	41
2-2 Propriétés générales du laitier de Haut fourneau	43
2-2-1 Laitier de Haut fourneau	44
2-2-1-1 Caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques	44
2-2-1-2 Application, Valorisation	44
2-2-1-3 Hydratation du laitier de Haut fourneau	44
2-2-1-3-1 Réactivité hydraulique du laitier	44
2-2-1-3-2 Processus d'hydratation	45
2-2-1-3-3 Activation du laitier	46
2-2-1-4 Propriétés des ciments au laitier de au Haut fourneau	47
2-2-2-5 Risque d'instabilité volumique	53
2-2-2-6 Caractéristiques environnementales.	53
Etude expérimentale	
Chapitre III. Matériaux et Méthodes Expérimentales	
III - 1 Matériaux de bases	
III - 1 -1 Sable	56
III -1 -1-1 Origine	56
III -1 -1 -2 Exploitation	57
III -1- 1 - 3 Caractéristiques Physiques du sable utilisé	57
III- 1- 1 -3 -1 Masse volumique (absolue) : NF P 18-555	57
III- 1- 1 - 3 -2 Masse volumique apparente: NF P 18-554 :	57

III- 1- 1 - 3- 2- 1 Masse volumique apparente à l'état lâche:	57
III -1-1 - 3 - 2 -2 Masse volumique apparente à l'état compact	58
III -1 -1 - 3 -3 Equivalent de sable: NF P 18-598	59
III -1 -1 - 3 -3 -1 Equivalent de sable visuel (ESV):	59
III- 1 -1 - 3 -3 -2 Equivalent de sable avec piston (ESP)	60
III- 1- 1- 3 -4 Analyse granulométrique: NF P 18-560	61
III- 1 -1 -3 -5 Module de finesse	63
III- 1- 2 le ciment	
III -1 - 2 -1 Compositions des ciments élaborés	64
III -1 - 2 -1 Compositions chimique des ciments utilisés	65
III -1 - 2 -3 Caractéristiques physiques de ciment utilisé CRS	65
III - 1- 3 Le haut laitier de haut fourneau	
III- 1- 3 - 1 Composition chimique	66
III- 1- 3 - 2 Caractéristiques du laitier de haut fourneau	66
III- 1- 3 -3 Réactivité hydraulique du laitier	67
III -1 -3 - 3-1 Facteurs influant sur l'activité d'un laitier de haut fourneau et sur son hydratation	67
III -1- 4 l'Activant	68
III 1- 5 Eau de gâchage	68
III- 2 Méthodes	68
III- 2- 1 Mortiers	68
III- 2 -1 -1 Présentation	68
III- 2 - 1 -2 Séquence de malaxage	70
III- 2- 1- 3 Fabrication des éprouvettes	70
III- 2 -1 -4 Conservation des éprouvettes	71
III - 2 - 2 Pates	
III- 2- 3 Essais sur mortiers	72
III - 2- 3- 1 La description des essais expérimentaux	72
Employés:	
III-2-3-1-1 Méthodes employées pour l'évaluation des Résistances mécaniques:	72
III 2 - 3 - 1 - 1 - 1 Traction par flexion	72
III - 2 - 3 - 1 - 1 - 2 Compression	72
III- 2 - 3 - 1 - 1 - 3 Expression des résultats:	73
III -2- 4 Essais sur la pate de ciment :	73
III- 2 -4-1 Essai de consistance :	73
III- 2 -4-1-1 Essai La détermination de la consistance normalisée	73
III- 2- 4 - 2 Essai de prise:	74
III- 2- 4- 2- 1 La Détermination du temps de prise de la pâte du Ciment	75
III - 3 Résultats et interprétation	77

III- 3 -1 Résultats des essais sur la pâte cimentaire	77
III- 3 -2 Variation de la masse volumique en fonction des taux en laitier	77
III- 3 -3 Résultats et interprétation des essais des Résistances mécaniques sur mortier	79
III- 3 -3-1 Résultats des Résistances mécaniques des mortiers en fonction des milieux de conservations avec ou sans activations.	79
III- 3 -3-1-1 Evolution des résistance comprissions des mortiers dans l'air	79
III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers dans l'air	80
III- 3 -3-1-1 Evolution des résistance comprissions des mortiers dans l'eau	81
III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers dans l'eau	82
III- 3 -3-1-1 Evolution des résistance comprissions des mortiers activés dans l'eau	83
III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers activés dans l'eau	84
III- 3 -3-2 Résultats des Résistances flexion des mortiers en fonction des différents taux de laitier.	85
III- 3 -3-2-1 Evolution des résistances comprissions pour CRS 20L%	85
III- 3 -3-2-2 Evolution des résistances flexion pour CRS 20L%	86
III- 3 -3-2-3 Evolution des résistances comprissions pour CRS 30L%	87
III- 3 -3-2-4 Evolution des résistances flexion pour CRS 30L%	88
III- 3 -3-2-5 Evolution des résistances comprissions pour CRS 50L%	89
III- 3 -3-2-6 Evolution des résistances flexion pour CRS 50L%	90
III- 3 -3-2-7 Evolution des résistances comprissions pour CRS 70L%	91
III- 3 -3-2-8 Evolution des résistances flexion pour CRS 70L%	92
III- 3 -3-2-9 Evolution des résistances flexion pour CRS0L%	93
III- 3 -3-2-10 Evolution des résistances flexion pour CRS0L%	94
Conclusion générale et perspective	95- 96
Bibliographie	97- 98

Liste des tableaux :

N°Tableau	Intitulé	N° Page
	PREMIER CHAPITRE	
Tableau I-1	les quatre phases cristallines principales de clinker:	9
Tableau I-2	Désignation des différents types de ciment en fonction de leur composition chimique.	16
Tableau I-3	Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe de résistance	17
Tableau I-4	<i>Les différentes phases du clinker de ciment Portland.</i>	18
	DEUXIEME CHAPITRE	N° Page
Tableau II-1	Echelle de composition chimique des laitiers de haut fourneau	41
Tableau II-2	Hydratation du laitier activé avec la soude	50
Tableau II-3	Hydratation du laitier activé avec la chaux	50
Tableau II-4	Hydratation du laitier activé avec le gypse (sulfatique) Tableau	51
Tableau II-5	Hydratation du laitier activé avec la soude et le gypse (Sodo-sulfatique)	51

Liste des tableaux :

N°Tableau	Intitulé	N° Page
	TROISIEME CHAPITRE	
Tableau III-1	Analyse granulométrique du sable	62
Tableau III-2	Caractéristiques physiques du sable	64
Tableau III-3	Composition chimique des types de ciment utilisés	65
Tableau III-4	Caractéristiques physiques du ciment utilisé(CRS)	65
Tableau III-5	Composition chimique du laitier de haut fourneau	66
Tableau III-6	Désignation des différents mélanges étudiés	69
Tableau III-7	Masse des constituants des mortiers étudiés.	70
Tableau III-8	Valeurs des consistances, début de prise et fin de prise	76

Liste des figures

N° Figure	Intitulé	N° Page
	PREMIER CHAPITRE	
Figure I-1	Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies	12
Figure I- 2	Broyeur sécheur à boulets	13
Figure I-3	Schéma descriptif des différentes phases de cuisson	14
Figure I-4	Grains poly cristallins d'un ciment anhydre	15
Figure I-5	Produit d'hydratation du silicate tricalcique C3S	21
Figure I-6:	Produit d'hydratation de l'aluminate tricalcique C3A	23
Figure I-7	Aspect d'une matrice cimentaire contenant des cendres volantes au MEB	27
Figure I-8	Aspect d'une matrice contenant des fumées de silice (photo MEB)	28
	DEUSIEME CHAPITRE	N° Page
Figure II-1	Schéma de principe d'un haut fourneau	40
Figure II-2	Diagramme de Kiel système Ca O-SiO ₂ -Al ₂ O ₃	42
Figure II-3	Evolution de la résistance à la compression de laitiers de haut fourneau en fonction de l'indice de basicité (cao/sio ₂).	44
Figure II-4	Activation du laitier (Domaine de stabilité du gel d'alumine)	47
Figure II-5	Développement des résistances mécaniques pour les ciments CEM I et CEM III	49

N° Figure	Intitulé	
	Troisième chapitre	
Figure III-1	l'équivalent de sable (ESV)	60
Figure III-2	l'équivalent de sable (ESP)	61
Figure III-3	Analyse granulométrique du sable	63
Figure III-4	Photos de Moules 4cm.4cm.16cm	71
Figure III-5	Photos de table à choc ou de vibration.	71
Figure III-6	Appareil de traction par flexion.	73
Figure III-7	Presse de compression	73
Figure III-8	Schéma d'Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance	74
Figure III-9	Evolution de La Résistance à la compression, conservation à l'air,	77
Figure III-10	Evolution de la résistance la flexion à conservation à l'air	78
Figure III-11	Evolution de la résistance de compression des mortiers au ciment avec ajout au laitier et activé à conservation à l'eau	79
Figure III-12	Evolution de la résistance la flexion à conservation à l'eau	80
Figure III-13	Evolution de la Résistance à la compression à conservation à l'eau	81
Figure III-14	Résistance à la flexion à conservation à l'eau avec activant	82
Figure III-15	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 20% de laitier	83
Figure III-16	Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 20% de laitier	84
Figure III-17	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 30% de laitier	85
Figure III-18	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 30% de laitier	86

Figure III-19	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 50% de laitier	87
Figure III-20	Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 50% de laitier	88
Figure III-21	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 70% de laitier	89
Figure III-22	Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 70% de laitier	90
Figure III-23	Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à CRS 0L% de laitier à différent mode de conservation	91
Figure III-24	Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à CRS 0 %de laitier	92
Figure III-25	Variation de la masse volumique en fonction de la teneur en laitier	93

Introduction générale

1. Problématique

Dans le contexte actuel, l'industrie du béton est confrontée à une double problématique. D'une part, l'emploi de certains ciments comme les CEM 1 s'avère très discutable du point de vue environnemental. En effet, la fabrication du clinker (95% en masse des CEM 1) nécessite une grande quantité d'énergie et provoque un dégagement significatif de CO₂ dans l'atmosphère. On sait qu'une tonne de ciment fabrique induit près d'une tonne de Co₂ rejetée dans l'atmosphère. L'industrie cimentaire est responsable de 5% des émissions de gaz à l'effet de serre liées à l'activité humaine.

D'autre part, Le protocole Kyoto, établi le 16 Février 2005 donne l'obligation pour les pays signataires de réduire leurs émissions de gaz à l'effet de serre de 5,2%, l'augmentation du prix de l'énergie et l'apparition d'écotaxes, obligent à appréhender autrement la composition des bétons, tout en maintenant le même niveau de performance.

Pour pallier cette problématique environnementale et économique, une des solutions pouvant être envisagée est l'emploi d'addition minérale en substitution partielle du ciment. Le laitier s'avère être l'une des solutions les plus avantageuses d'un point de vue économique (grande ressource, des sous produits industriels), et environnemental (faible impact).

Donc Pour réduire ces émissions de CO₂ lie à la production du ciment portland, on peut diminuer la part de clinker dans le ciment ou dans le béton et le remplacer par des additions minérales riches en éléments contenant du calcium et une faible allocation en CO₂.

Dans les ciments mélanges certains laitiers sidérurgiques peuvent remplacer ce rôle de substitut. Comme dans les laitiers de Haut fourneau.

Néanmoins des manques de performances mécaniques à court terme des bétons incorporant du laitier apparaissent lorsque sont murés à température ambiante.

Cela est due à cause que les laitier sont des matériaux à hydratation latente, ils doivent être activés pour développer leur propriétés d'hydratation et améliorant ainsi leurs performances mécaniques au jeune âge.

II. Objectifs de Mémoire

Ce mémoire traite en particulier de l'activation chimique alcaline pour augmenter la vitesse de la réaction d'hydratation en facilitant la dissolution du laitier incorporé dans la matrice cimentaire par deux solutions alcalines l'hydroxyde de sodium (Na OH) et l'hydroxyde de potassium (K OH) ayant différentes molarité et on utilise de petites quantités et chaux comme substituant au laitier a fin d'accélérer l'hydratation du laitier au jeune âge ,et permettant ainsi une augmentation de la résistance mécanique à la compression au jeune âge est souhaitable. Les objectifs visés sont :

- * Identifier les produits chimiques les plus efficaces parmi les activateurs alcalins pour activer le laitier dans les matrices cimentaires à température ambiante (20°C).
- * Recouvrer, au jeune âge, un niveau de performance équivalent à celui obtenu dans les matrices ordinaires (sans laitier).
- * d'étudier la microstructure résultante de la matrice en présence des trois éléments ciment, laitier et activateur chimique.

III. Plan de mémoire

Le mémoire se divise en 3 chapitres.

Le premier chapitre est consacré à : au début nous présenterons la définition et des généralités sur le ciment et la matrice cimentaire, leurs principaux constituants, ensuite une présentation des différentes méthodes et techniques de fabrication du ciment , hydratation du ciment portland, types des ciments et nous terminerons par une présentation des différentes additions minérales les plus utilisées dans l'industrie cimentaire.

Dans le deuxième chapitre nous aborderons en première partie l'activation chimique, définition et principe puis présentation des différents modes d'activation. Dans la deuxième partie, nous définirons l'origine du laitier de haut fourneau, les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques de ce matériau puis les mécanismes d'hydratation, les risques éventuels concernant leur utilisation et leurs caractéristiques environnementales.

Le troisième chapitre concerne la description des moyens expérimentaux, la caractérisation des matières premières utilisées dans ce travail, et les constituants minéraux de

la matrice cimentaire, à savoir le ciment et le laitier, lesquels seront analysés en premier lieu sur leurs compositions chimiques et minéralogiques. En suite, une présentation des résultats obtenus en laboratoire, et discutés afin de savoir l'effet de l'activation chimique du laitier.

Enfin dans la conclusion, nous ferons un bilan des acquis de ce travail et nous présenterons la valorisation d'un sous produit métallurgique (le laitier de haut fourneau) par activation chimique alcaline en améliorant ainsi ces propriétés hydrauliques pour permettre de mieux comprendre

Son comportement lors de son utilisation dans le système cimentaire et résolvant ainsi le problème économique (consommation immenses d'énergies) et limitant l'impact écologique (émissions des gaz Co_2 durant la production du clinker).

CHAPITRE I
CIMENT ET ADDITIONS
MINERALE

PARTIE A :Ciment

I- 1-1 Introduction [4,5,10]

Le ciment est un « liant hydraulique ». Par « liant », il est sous-entendu une matière susceptible d'en agglomérer d'autres. Le qualificatif «hydraulique» précise, d'une part, que ce liant durcit à froid par gâchage à l'eau, sans addition d'un autre corps réactif et, d'autre part, qu'il durcit, non seulement dans l'air, mais également dans l'eau. Mélangé à certains sols ou granulats, et en présence d'eau, le ciment crée progressivement une cohésion croissante au sein du mélange qui se traduit par l'obtention de matériaux rigides et durs à performances mécaniques élevées.

I-1-2 Historique [14]

Dans la préhistoire et au début de l'antiquité, les maçonneries étaient soit liées à l'argile, soit réalisées sans liant, comme les murs pélasgiques de Grèce ou les murs incas. À Babylone, les maçonneries de briques étaient liées au bitume. Les égyptiens utilisèrent pour les pyramides, notamment, un plâtre grossier produit par cuisson d'un gypse (sulfate de calcium) impur. Les grecs furent parmi les premiers constructeurs employant la chaux obtenue par cuisson du calcaire (carbonate de chaux). Les romains se servirent beaucoup de la chaux dans leurs constructions, mais améliorèrent ce liant dès le 1er siècle ,en l'additionnant de pouzzolane soit naturelle comme les cendres volcaniques actives, soit artificielles comme les briques pilées. Ils obtinrent ainsi un liant hydraulique, appelé ciment romain, qui est en fait intermédiaire entre une chaux et un véritable ciment. Celui-ci permit de construire de grands ouvrages hydrauliques, tel le pont du Gard, ou maritimes tels les ports.

Aucun progrès ne fut accompli sur les liants pendant le moyen âge, dont les principales constructions - cathédrales, châteaux ...

Doivent leur réussite surtout aux progrès réalisés dans l'art de tailler et d'assembler les pierres. C'est seulement au XVIII ème siècle, les procédés de cuisson s'améliorant, que des chaux hydrauliques, intermédiaires entre les chaux et les ciments, furent produites. En 1756, l'anglais Smeaton, en mélangeant celles-ci avec des pouzzolanes, obtint un mortier aussi dur que la pierre de Portland. Cette élaboration fut reprise par ses successeurs. Ainsi fut introduite progressivement dans le langage l'appellation de ciment Portland.

I-1-3 Deuxième naissance et industrialisation [14]

En 1817, le français Louis Vicat, étudiant scientifiquement et non plus empiriquement, comme ses prédécesseurs, découvrit les principes chimiques des ciments et définit leurs règles de fabrication. Aussi en est-il considéré comme l'inventeur.

En 1824, l'anglais Aspdin prit un brevet pour la fabrication d'un ciment de Portland, mais celui-là comportait encore beaucoup de points obscurs. C'est seulement en 1845 que Johnson indiqua de façon précise les règles de fabrication de ce produit. À la fin du XIXème siècle, en France, Le Chatelier étudia la composition chimique des divers constituants des ciments; son œuvre fut perfectionnée et achevée par l'américain Bogue au XXème siècle.

En 1890, on comprit l'intérêt du laitier granulé ajouté au ciment, et après 1945, celui des cendres volantes. Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente: le ciment alumineux fut découvert par Bied en 1908.

Naissance de l'industrie cimentière[15]

La première usine de ciment a été créée par Dupont et Demarle en 1846 à Boulogne. Le développement n'a pu se faire que grâce à l'apparition de matériels nouveaux, comme le four rotatif et le broyeur à boulets. Les procédés de fabrication se perfectionnèrent sans cesse, et le temps nécessaire pour produire une tonne de clinker est passé de quarante heures en 1870, à environ trois minutes actuellement.

I-1-2 Définition et généralité [15]

Selon la Norme européenne (EN 197-1) Le ciment est un liant hydraulique, en d'autres termes est une matière inorganique finement moulue, qui lorsque est gâchée à l'eau forme une pâte permettant de faire prise et qui durcie suit à des réactions et au processus d'hydratation.

Cette matière conserve, après durcissement, sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Les ciments sont constitués de petits grains individuels de différentes matières, mais ils doivent être statistiquement les moyennes en composition. Un haut degré de régularité dans toutes les propriétés du ciment est obtenu par un procédé continu de production en masse et en particulier, par des procédés convenables de broyage et d'homogénéisation.

Dans le langage courant, le terme de ciment peut être source de confusion lorsqu'il est utilisé pour désigner à la fois:

- La poudre de ciment (par exemple telle qu'elle est commercialisée en sac).
- La pâte de ciment au moment de son gâchage à l'eau.
- Le produit obtenu après durcissement. Dans tout ce qui suit, on distinguera ces différents états en appelant :
 - **Ciment anhydre** (sans eau) la poudre de ciment avant son gâchage à l'eau.
 - **Ciment hydraté** : les composés, insolubles dans l'eau, obtenus par combinaison chimique de l'eau avec le grain de ciment anhydre.
 - **Pâte fraîche de ciment** le mélange d'eau et de ciment anhydre avant que l'hydratation n'ait conduit à en faire un solide appelé pâte de ciment durcie. L'expression de : "pâte de ciment durcissant" sera utilisée pour désigner la pâte de ciment dans sa transformation d'un état plus ou moins fluide en un état solide.

I-1- 3 Constituants principaux des ciments [16]

I-1- 3-1 Le clinker [4,5,12]

Le clinker, constituant de base des ciments portland est issu de la cuisson à haute température (1450 °C), appelée clinkérisation, d'un mélange d'environ 80% de calcaire et de 20% d'argile. Sa fabrication peut être réalisée selon quatre méthodes : par voie humide, semi-humide, sèche (la plus courante) et semi-sèche.

Le clinker est composé de quatre phases minérales majeures, dites hydraulique

Il renferme également de faible quantité d'alcalis (Na_2O , K_2O) et des traces de métaux lourds, par ailleurs de faibles proportions de chaux vive (CaO) et / ou de magnésie (MgO) et /ou de Magnésie (MgO).

Ces dernières sont strictement contrôlées, leur teneur est limitée par crainte de gonflement en présence d'eau.

A la sortie du four ; le clinker est finement broyé avec environ de 5% de gypse (Sulfate de Calcium) afin de réguler sa prise le produit ainsi obtenu est le ciment portland.

Mélangé avec de l'eau le ciment donne une pâte de ciment composée de phase solide hydratées et une phase liquide interstitielle alcaline imprégnant un réseau de pores et de capillaire.

Il est établi que le clinker est principalement constitué en proportions variables de :

Nom	Formule chimique	Notation symbolique	Teneur %
-Silicate tricalcique 'Alite'	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C3S	45.0<60<79.7
-Silicate Bi calcique 'Belite'	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C2S	5.7<25<29.8
-Aluminate tricalcique , Aluminate'	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C3A	1.1 <5<14.9
-Alumino-ferrite tétra calcique f	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	C4AF	2.0<10 < 16.5

Tableau I-1: les quatre phases cristallines principales de clinker[16]

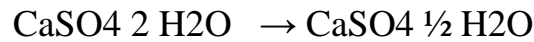
I - 1- 3 - 2 Le Sulfate de Calcium (Le gypse - CaSO_4) : [9,12]

Le gypse est une roche blanche, d'aspect mat, finement cristallin, tendre (rayable à l'ongle) et de densité 2.3. Quelques traces jaunes de soufre peuvent apparaître. Il est constitué en majeure partie de sulfate de calcium hydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$). Le gypse est très pur (souvent 98%) et ne nécessite pas de purification lors de son exploitation.

Le sulfate de calcium (gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) est un régulateur de prise ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication de 3 à 5% de la masse du ciment

La teneur en SO_3 ne doit pas dépasser 3.5% dans le ciment .Pour chaque nature de clinker, il existe un pourcentage optimal de gypse qui donne à la fois les meilleurs résistances et le retrait minimal.

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



I-1-4 Procèdes et techniques de fabrication du ciment[16]

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

I-1-4-1 Différents procédés [16]

Il existe quatre grands procédés de fabrication du ciment la voie sèche, semi-sèche, Semi-humide et humide

Dans le procédé par voie sèche la matière première broyée et séchée passera d'abord dans un préchauffeur à cyclone avec ou sans pré calcinateur, puis dans un four tubulaire de 80 m. C est" le procédé le plus récent et le plus répandu car il est moins énergivores, mais il nécessite la mise en œuvre de moyens importants de captation des poussières (électro filtres, filtres cyclones et multi cyclones, dépoussiéreurs électrostatiques ...).

Dans le procédé par, voie semi-sèche, la poudre est agglomérée sous de boulettes de 10 à 20 mm de diamètre par ajout de 12 à 14 % d'eau, séchée et préchauffée dans une chambre 'Grille LEPOL' puis dans le four.

Dans le procédé par voie semi-humide, la pâte est d'abord débarrassée de son eau dans des filtres-presses. Le gâteau de filtre-presse est ensuite extrudé sous forme de granules et introduit dans un préchauffeur à grilles ou directement dans lm sécheur pour la fabrication du cru.

Dans le procédé par voie humide, La farine crue est transformée en pâte liquide par ajout d'eau puis broyage et malaxage avant d'être introduite directement dans un four qui sera alors plus long (jusqu'a 200 m). Ce procédé consomme beaucoup de combustible pour

évaporer l'eau excédentaire: c'est pourquoi avec le 1er choc pétrolier de 1973, les procédés par voie sèche et semi-sèche lui sont préférés car ils sont plus économiques en besoin énergétique. La voie humide est amenée à disparaître car elle présente l'inconvénient de consommer de 30 à 40 % d'énergie en plus par rapport à la voie sèche.

I- 1-4-2- Techniques de fabrication [16]

Le ciment est produit à partir des roches facilement accessibles: calcaire, craie, marbre et argile. De façon générale, un mélange renfermant environ 80% de calcaire et 20% d'argile. Le mélange, finement broyé, est porté à 1450°C dans un four rotatif pour produire le clinker. Le ciment résulte d'un broyage très fin de clinker. Lors de la phase de broyage, du gypse (5%) est ajouté pour mieux maîtriser le temps de prise. A ce niveau, éventuellement d'autres constituants Minéraux associés, parmi ces substances figurent la pouzzolane naturelle, le laitier de haut fourneau, le calcaire, les cendres volantes.

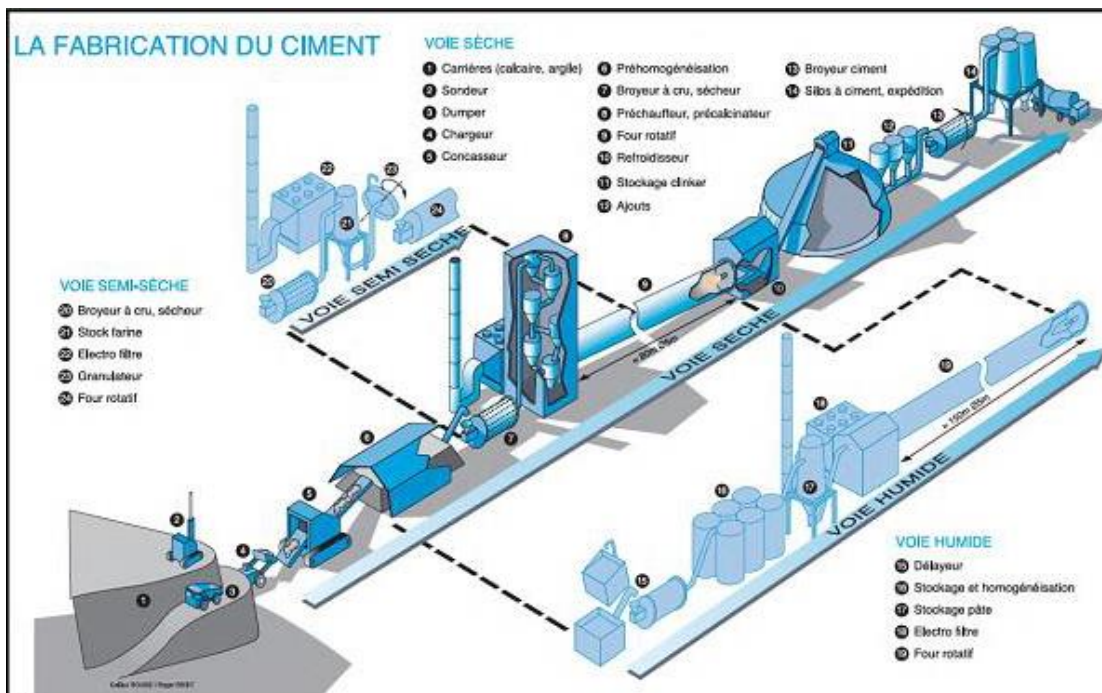


Figure I-1: Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies[16].

I-1-4-2-1-Extraction et préparation des matières premières[16]

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage au bulldozer. La

roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage. Pour produire des ciments de qualités constantes, les matières premières doivent être très soigneusement échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière dans le temps.

I- 1-4-2-2- Séchage et broyage [16]

Pour favoriser les réactions chimiques qui suivent, les matières premières doivent être séchées et broyées très finement (quelques microns) dans des broyeurs à boulets comme le montre la figure I-2 ou dans des broyeurs à meules verticaux. Ces derniers, plus récents, sont plus économiques en énergie et permettent un séchage plus efficace.

Il est possible de fabriquer un ciment portland selon trois voies: la voie humide, la voie sèche et semi-sèche. La première est plus ancienne et implique une grande consommation d'énergie pour évaporer l'eau excédentaire. Dans ces procédés, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées lors de l'opération de broyage afin d'obtenir la farine. Celle-ci peut être introduite directement dans le four sous forme pulvérulente (voie sèche), ou préalablement transformée en granules par humidification (voie semi sèche).



Figure I- 2: Broyeur sécheur à boulets.

I-1-4-2-3- Cuisson[16]

Une fois le cru préparé, il sera acheminé directement à l'entrée du four, qui est souvent constitué d'un grand cylindre d'environ 3 à 6m de diamètre et de 50 à 150m de

longueur, incliné par rapport à l'horizontale de 3 à 5% de façon à permettre une descente progressive des matières en rotation autour de son axe. La partie inférieure du four est équipée d'une flamme entretenant une température de l'ordre de 1450°C; en s'approchant de cette zone, le cru subi des transformations successives qui le conduisent au produit fini qui est le clinker.

Les réactions chimiques de transformation de cru dans le four sont comme suit:

- T Jusqu'à 100°C: évaporation de l'eau libre.
- T > 100°C: Evaporation de l'eau constitutive à l'intérieur des minéraux.
- T > 600°C: Décomposition des matières argileuses. (Silice Si O Fe₂O₃) .
- T > 850°C: Décarbonatation du calcaire
- T > 900°C: Commencement des processus d'interaction entre la chaux (Ca O) et les oxydes d'argile (Si O)
- T = 1450°C: Clinkérisation.

A la sortie du four, le clinker tombe sur une grille de refroidissement rapide à travers laquelle est soufflé par l'air froid (la trempe). Le refroidissement après cuisson joue rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker.

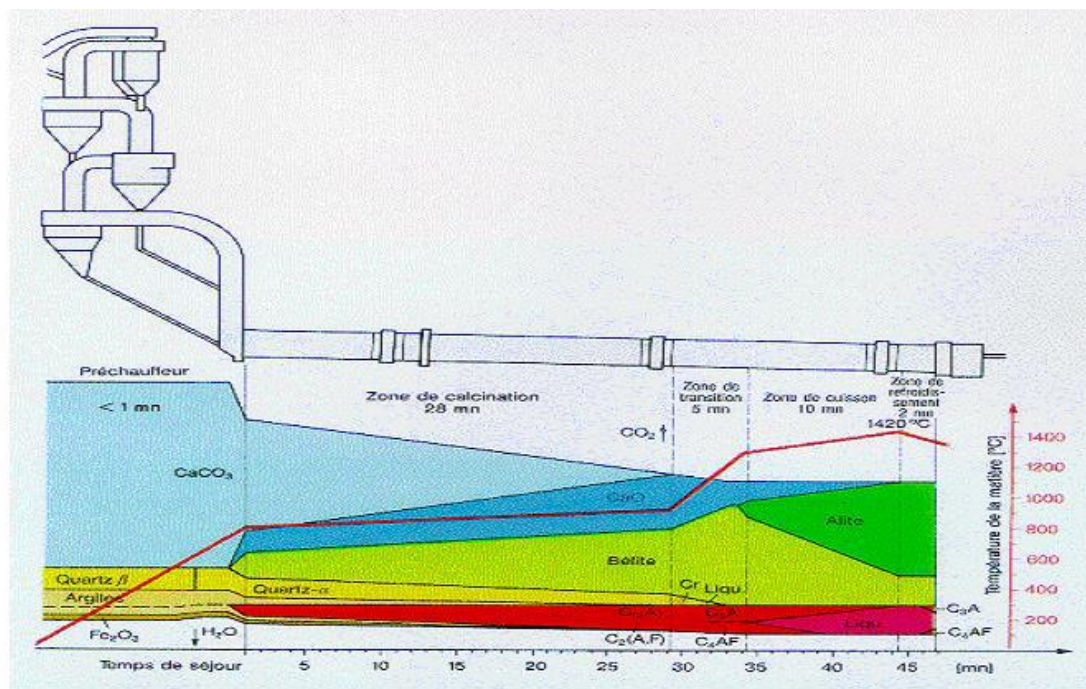


Figure I-3: Schéma descriptif des différentes phases de cuisson.

I-1-4-2-4-Broyage du ciment [16]

Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives, le clinker doit être à son tour broyé très finement. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets. Les corps broyant sont constitués de boulets d'acier qui, par choc, font éclater les grains de clinker progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns. A la sortie du broyeur, un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont renvoyés à l'entrée du broyeur. C'est é l'on ajoute au clinker le gypse (3 à 5%) indispensable à la régulation de prise du ciment. Le clinker finement broyé, se présente sous la forme de grains poly cristallins de quelques dizaines de microns comme l'indique la figure I-4.

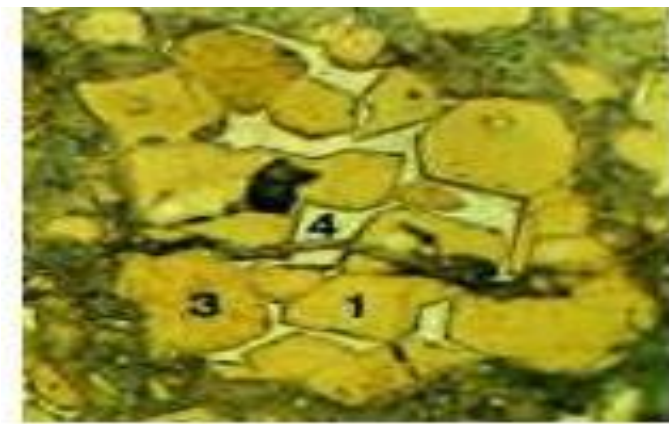


Figure I-4: Grains poly cristallins d'un ciment anhydre

(image) obtenue par microscope optique en lumière réfléchie sur section polie) : [16]

1=C3S; 3=C2S; 4=C3A+C4AF.

Les ciments aux ajouts sont obtenus par des éléments minéraux comme, les fillers calcaires, les pouzzolanes naturelles ou artificielles. Ainsi sont les différentes catégories de ciments qui permettront la réalisation d'ouvrages allant du plus courant au plus exigeant.

I-1-5 Classification des ciments[16]

Les ciments peuvent être classés en fonction de leur composition et de leur résistance normale.

I-1-5-1 Classification des ciments en fonction de leur composition chimique

Les ciments constitués de clinker et des constituants secondaires sont classés en fonction de leur composition, en cinq types principaux par la norme NF P15-301.

Ils sont numérotés de 1 à 5 en chiffres romains dans leur notation européenne

(la notation française est indiquée entre parenthèse):

- CEM I: Ciment portland (CPA - dans la notation française),
- CEM II: Ciment portland composé (CPJ),
- CEM III: Ciment de haut fourneau (CHF),
- CEM IV: Ciment pozzoulanique (CPZ),

	Cim portland	Ciment portland composé		Ciment de haut fourneau			Ciment pozzoulanique		Ciment au laitier et aux cendres	
	CPA-CEM I	CPJ-CEM II/A	CPJ-CEM II/B	CHF-CEM III/A	CHF-CEM III/B	CLK-CEM III/C	CPZ-CEM IV/A	CPZ-CEM IV/B	CLC-CEM V/A	CLC-CEM V/B
Clinker (k)	/95%	/80% ≤94%	/65% ≤ 79%	/35% ≤64%	/20% ≤34%	/5% ≤19	/65% ≤90	/45% ≤64	/40% ≤64	/20% ≤39
Laitier (s)	*	6%≤ Total	21%≤ Total	/36% ≤ 65%	/66% ≤ 80%	/81% ≤ 95%	*	*	/18% ≤ 30%	/31% ≤ 50%
Pouzzolanes (z)	*	≤ 20%	≤ 35%	*	*	*	10%≤ Total	36%≤ Total	18%≤ Total	31%≤ Total
Cendre siliceuse (v)	*	(fumée	(fumée	*	*	*	≤ 35% (fumée	≤ 55% (fumée	≤ 30%	≤ 50%
Fumée de silice (D)	*	De	De	*	*	*	≤ 10%)	≤ 10%)	*	*
Cendres calcique (W)	*	Silice	Silice	*	*	*	*	*	*	*
		≤ 10%)	≤ 10%)							
Schistes (T)	*			*	*	*	*	*	*	*
Calcaires (L)	*			*	*	*	*	*	*	*
Filliers (F)	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

- CEM V: Ciment au laitier et aux cendres (CLC).

La proportion (en masse) des différents constituants est indiquée dans le tableau (I-2).

Les constituants marqués d'une étoile (*) sont considérés comme constituants secondaires pour le type de ciment concerné; leur total ne doit pas dépasser 5%. (Les fillers sont considérés comme des constituants secondaires).

Tableau I-2 : Désignation des différents types de ciment en fonction de leur composition chimique[12].

I-1-5-2 Classification des ciments en fonction de leur résistance normale

Trois classes sont définies en fonction de la résistance normale à 28 jours; des sous classes "R" sont associées à ces trois classes principales pour désigner des ciments dont les résistances au jeune âge sont élevées. Ces classes sont notées, classe 32,5, classe 42,5, classe 52,5. Elles doivent respecter les spécifications et les valeurs garanties selon le tableau I-3.

Les valeurs entre parenthèses sont les valeurs garanties lorsqu'elles peuvent être inférieures aux valeurs spécifiées.

classe	Résistance à la compression (MPa) EN196-1				Retrait à 28 jours	Début de prise	stabilité
	au jeune âge		à 28 jours				
	2 jours	7 jours	mini.	maxi.	(um/m)	(min)	(min)
32.5		(17.5)	/32.5 (30)	< 52.5	<800	/90	<10
32.5R	/ (13.5) (12)	/ <	/32.5 (30)	< 52.5	<1000	/90	<10
42.5	/12.5 (10)		/42.5 (30)	< 62.5	<1000	/60	<10
42.5R	/20 (18)		/42.5 (40)	< 62.5	<1000	/60	<10
52.5	/20 (18)		/52.5 (50)			/60	<10
52.5R	/30 (28)		/52.5 (50)			/60	<10

Tableau I-3 : Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe de résistance [12].

I-1-5-3 Composition chimique du ciment

Les quatre phases minéralogiques principales représentent 90% ou plus de la masse du Clinker: C3S, C2S, C3A et C4AF **Tableau I-4** .

Les constituants mineurs peuvent avoir une influence importante sur les propriétés des Ciments. Les ions sulfates SO₄ et les alcalins Na₂O et K₂O jouent un rôle important dans les réactions de dégradation des bétons (réactions sulfatiques et alcali-granat, respectivement).

Désignation du minéral pur	Formule	Abréviation	Solution solide de la phase pur présente du clinker	Répartition en %
Silicate tricalcique	3CaO, SiO ₂	C3S	Alite	45 à 65
Silicate Bi calcique	2CaO, SiO ₂	C2S	Belite	10 à 30
Aluminate tricalcique	3CaO, Al ₂ O ₃	C3A	Aluminate tricalcique ou celite	5 à 15
Alumino-ferrite de calcium	2 CaO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃	C4AF	Alumino-ferrite	5 à 15

Tableau I-4: Les différentes phases du clinker de ciment Portlan[3].

Notations cimentaires: C=Ca O S= SiO₂ A= Al₂O₃ F=Fe₂O₃ H=H₂O

I-1-6 Hydratation et chaleur d'hydratation du ciment [3]

Lorsque le ciment Portland est mélangé avec de l'eau, il se produit plusieurs réactions chimiques qui sont plus ou moins rapides, ces réactions font intervenir les différents constituants du ciment. Les mécanismes fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été décrits par Henri LE CHATELIER [Le Chatelier, 1900] en trois étapes successives:

- la dissolution des constituants du ciment;
- la formation de solutions sursaturées par rapport aux différents hydrates;
- la précipitation et la cristallisation de ces hydrates dans les vides inter-granulaires.

Les hydrates, formés de grains de ciment hydraté, sont:

* **les silicates de calcium hydratés** ($C = CaO$, $S = SiO_2$, $H = H_2O$) qui représentent au moins la moitié d'une pâte de ciment ordinaire; ils sont souvent appelé gel de C-S-H ; le terme « gel » signifie l'agrégation rigide de matériau colloïdal et indique leur faible Cristallinité

[Baroghel-Bouny, 1994], leur stœchiométrie variable, la complexité de leur équilibre en solution et leur rôle de liant dans une pâte de ciment;

* **la portlandite $Ca(OH)_2$** qui est composée de cristaux plus grossiers cristallisant en plaquettes hexagonales, représentant environ 20 % d'une pâte de ciment ordinaire;

* **les aluminates ou sulfo-aluminates de calcium hydratés** qui représentent environ 10% d'une pâte de ciment ordinaire, dont l'**ettringite** cristallisant sous forme d'aiguilles à base hexagonale.

Ces principaux constituants de la pâte de ciment hydraté guident ses propriétés mécaniques.

I-1-6-1 Processus d'hydratation du ciment portland[3]

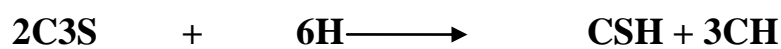
Selon Spiratos et al. [Spiratos et al. 2003], 5 étapes rythment l'hydratation du ciment. L'étape 1 (pré-induction, 0-15 minutes) correspond au mouillage des grains de ciment et à leur dissolution partielle produisant les ions alcalins, calcium, sulfate, hydroxyde et aluminium. Il se forme rapidement une couche de gel amorphe qui ralentit la diffusion des espèces et par là même la vitesse des réactions et du flux de chaleur associé. Le système « ciment/eau » entre alors dans la phase II, dite période d'induction ou dormante (15 minutes-4 heures). Durant cette période, à condition que la concentration en sulfates soit adéquate pour éviter la prise éclair et la fausse prise, les hydrates continuent à se former en faibles quantités (ettringite, C-S-H couvrant la couche initiale de gel riche en aluminate), les concentrations en calcium et hydroxyde augmentent en solution jusqu'à sursaturation, ce qui provoque la phase III d'accélération et de prise (4-8 heures). En effet, la portlandite précipite et les C-S-H se forment rapidement. A la fin de la période, le flux de chaleur passe par un maximum et correspond à un avancement de l'hydratation d'environ 30%. On entre alors dans la phase IV de décélération et de durcissement (8-24 heures) où la couche d'hydrates qui enrobe les grains de ciment est suffisamment épaisse pour ralentir la diffusion des ions et de l'eau. L'hydratation se poursuit toujours mais à vitesse de plus en plus faible durant la période V de cure (1-28 jours sur éprouvettes) et au-delà.

Pour mieux comprendre les changements chimiques et physiques qui se produisent au cours de l'hydratation du ciment portland, il est essentiel d'étudier séparément les réactions des silicates et des aluminates.

I-1-6-1-1-Hydratation du silicate tricalcique C3S[3]

L'hydratation des silicates produit des gels de silicate de calcium hydraté et l'hydroxyde de Calcium.

La réaction du C3S avec de l'eau est la suivante:



Où CSH représente:

(Silicate de calcium hydraté) et CH représente le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C3S Figure I-5 sont:

*Les silicates de calcium hydratés (CSH) qui occupent entre 60 et 70% du volume de solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Ils ont une structure en feuillets formées de cristaux très petits et mal cristallisés.

* La cohésion des feuillets de CSH est due aux forces de Van Der Waals entre leurs parties colloïdales.

L'autre composant principal dans l'hydratation des silicates tricalciques est

* l'hydroxyde de calcium CH (ou Portlandite) qui occupe entre 20 à 25% du volume des solides de la pâte de ciment complètement hydratée.

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

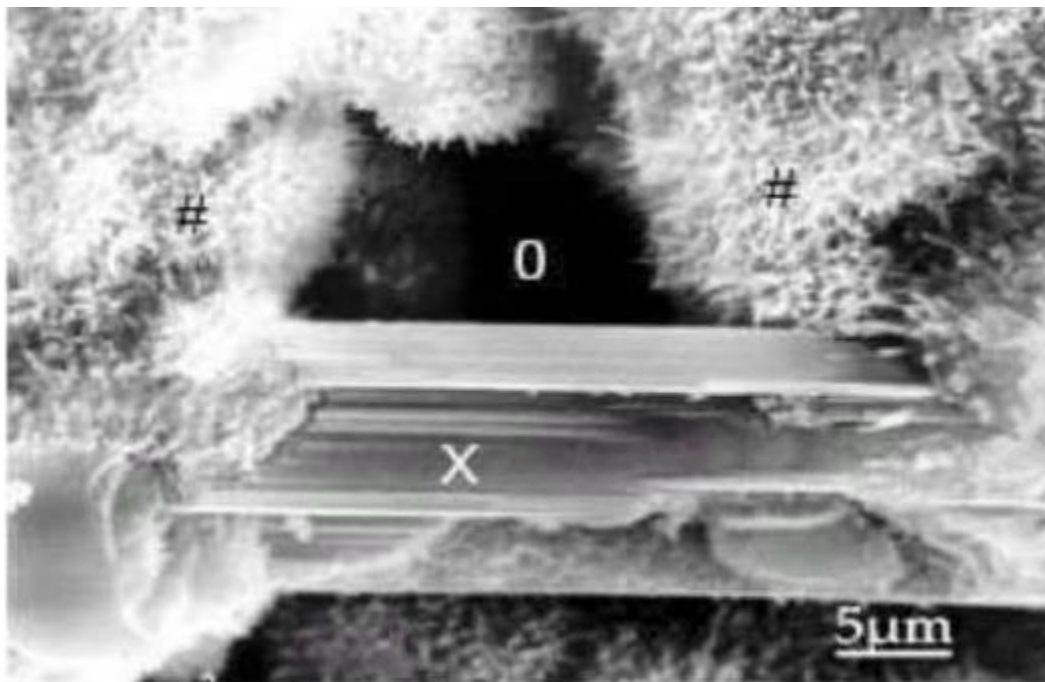
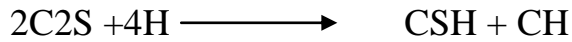


Figure I-5 : CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), La porosité est repérée par (0) : [19].

I-1-6-1-2-Hydratation du silicate bi calcique C2S

Une fois hydraté, C2S donne aussi des CSH. La réaction est donnée par:

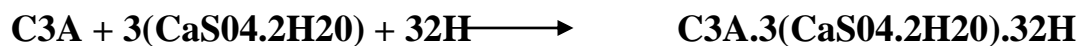


Les études calorimétriques ont montré des résultats semblables à ceux de l'hydratation de C3S mais avec moins d'évolution de la chaleur. Selon des calculs de stœchiométries, l'hydratation de C3S produirait 61 % de gel de CSH et 39% de CH alors que l'hydratation de C2S produirait 82% de gel de CSH et seulement 18% de CH, donc une quantité plus élevée de C2S dans le ciment aurait comme conséquence plus de résistance. Pour la résistance au jeune âge, cependant, plus de C3S est nécessaire, parce que sa vitesse de réaction est plus élevée.

I-1-6-1-3-Hydratation de l'aluminate tricalcique C3A

L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). En l'absence du gypse, la réaction de C3A avec de l'eau est très violente et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de prise rapide. En présence du gypse, les C3A réagissent d'abord pour former le Trisulfo aluminate hydraté (Ettringite) qui se cristallise en aiguilles à base hexagonale Figure I-6.

La réaction est donnée par :



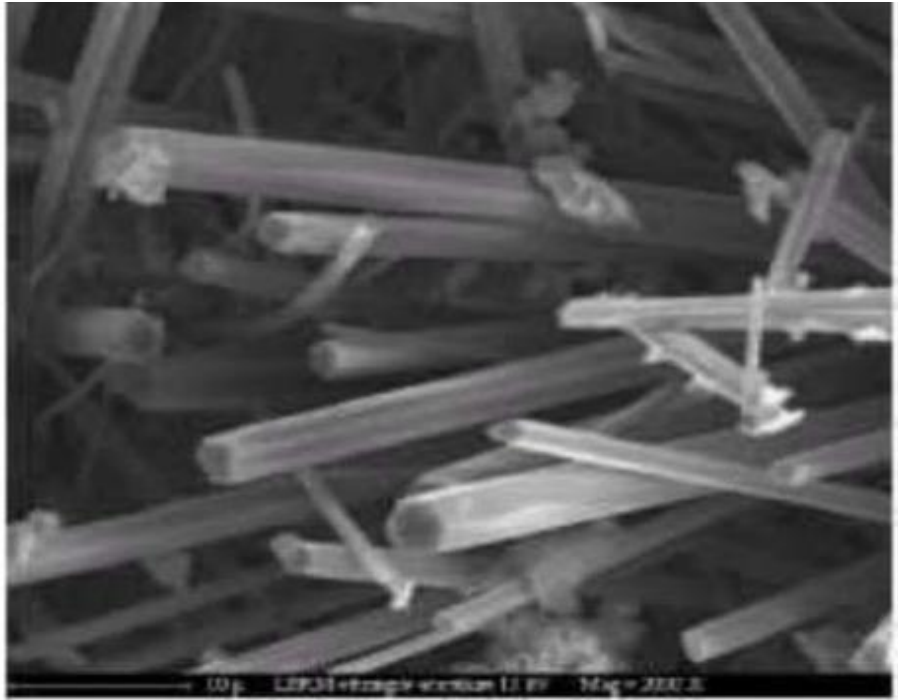
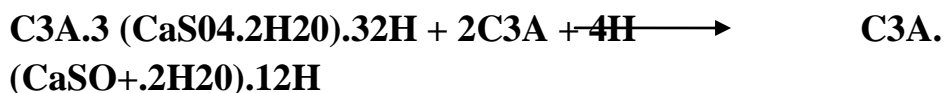


Figure I-6: Ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton.

Microscopie Electronique à Balayage : [19]

Le gypse ajouté au clinker (3 à 5% en poids) n'est pas en teneur suffisante pour transformer tous les aluminates en éttringite. Il apparaît donc secondairement un monosulfo aluminat qui se cristallise en plaquettes hexagonales.

La réaction est donnée par:



Les aluminates hydratés ainsi obtenus occupent 15 à 20% du volume de la pâte de ciment complètement hydratée.

I-1-6-1-4-Hydratation de l'alumino ferrite tétra calcique C4AF

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

Ces sulfo aluminates occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte.

La réaction du C4AF dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance. L'hydratation des aluminates est de grande importance pratique parce qu'ils affectent les propriétés de prise du ciment.

1 -6-2 Conclusion

La réaction d'hydratation du ciment combine les réactions d'hydratation des principaux composants du clinker et, éventuellement, celles de ses composants secondaires. Cependant, les réactions sont plus complexes du fait des interactions chimiques et thermiques qui se produisent au cours du processus d'hydratation et du fait des impuretés présentes dans la solution solide qui influencent beaucoup l'hydratation de chaque phase.

PARTIE B :Les additions minérales

1-2-1 Définition et propriétés : [16,17]

Le ciment dont le constituant principale est le clinker, peuvent contenir d'autres élément, minéraux sous forme d'ajouts au clinker, ayant ou non des propriétés pouzzolaniques ou hydraulique les mêmes constituants, peuvent être introduites dans les bétons et mortiers sous forme d'addition.

***Les propriétés hydrauliques** signifient que le matériau a la capacité de durcir et de faire prise en présence d'eau.

***Les propriétés pouzzolanitque** signifient que le matériau peut se combiner en présence d'eau à la chaux à température ambiante et lui donner des qualités hydrauliques.

Ces constituant, quand ils se substituent d'une partie du clinker agissent sur les propriétés du matériau à l'état frais et à l'état durci. En effet, ils modifient le processus d'hydratation du ciment, la nature et la structure des produits hydratés Leur incorporation agit ainsi sur l'ouvrabilité et la résistance mécanique des matériaux cimentaires.

Par ailleurs leur utilisation constitue un a tout d'une part économique, leur cout étant inférieur a ce lui du clinker et d'autre par environnemental (réduction des émissions des gaz carbonique CO₂ dans l'atmosphère)

I-2-2 Types d'additions : [16,17]

I-2-2-1 Les additions réactives : elles réagissent avec le ciment portland et forment des hydrates.

Ce sont les additions à caractère hydraulique la tente (laitier granulé de haut fourneau) ou pouzzolanique (cendre volants siliceuse ou calciue, fumée de silice) qui correspondent principalement a des coproduits industriels.

Les pouzzolanes naturelles correspondent a des produits d'origine volcanique (riche en silice et en alumine) possédant naturellement des propriétés pouzzolaniques ou a des produits (argiles et schistes) activités thermiquement.

Ces produits sont appelés également pouzzolanes artificielles

I-2-2-2 Les additions quasiment inertes (filles calcaires) : [16,17]

Elles ne réagissent pas avec le ciment portland, mais modifient les propriétés des matériaux, notamment en raison de leur fine granulométrie qui assure un rôle de remplissage, améliorant certaines propriétés des matériaux frais et durci.

I-2-3 Principales additions**I-2-3-1 Laitier de haut fourneau : [16,17]**

Le laitier de haut fourneau est un sous produit de la transformation du minerai de fer en fonte brute .Il correspond a tout matériel stérile extraite du minerai.

Lorsque ce dernier est refroidie rapidement par trempage, le laitier est essentiellement vérifié (c'est-à-dire non cristallisé) appelé laitier granulé, il possède des caractères intéressantes en tant que constituant principale du ciment et en tout qu'addition minérale.

Le laitier granulé de haut fourneau est un composé a caractère hydraulique la tente, c'est-à-dire qu'une activation est nécessaire pour qu'il développé de telles propriétés.

Le laitier sera étudié d'une manière plus approfondie dans le chapitre. II

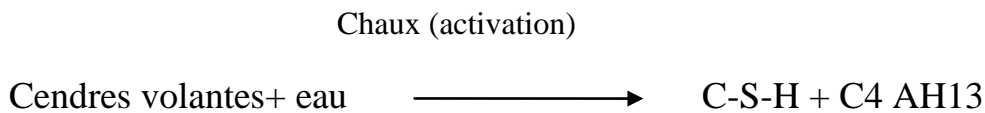
Partie II-2.

I-2-3-2 Les cendres volantes : [16,17]

Les cendres volantes sont des sous produits de la combustion du charbon pulvérisé dans les centrales thermique. Elles sont obtenues par dépoussiérage électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes provenant du courant du gaz des chaudières, alimentées au charbon pulvérisé.

Les cendres volantes se présentent généralement sous forme de sphères de verres solides figure I-7 et peuvent être partiellement au totalement cristallisées.

Ces sphères peuvent être creuses au pleines ont un diamètre compris entre un et 100 μm . Comme le Laitier granulé, les cendres volantes ont besoin d'être activées pour développer les propriétés hydraulique. Leur activation par la chaux libérée lors de l'hydratation du clinker conduit à la formation des produits suivants :



Les Cendres volantes utilisés en tant que constituant principal du ciment et en tant qu'addition minérale peuvent être de nature silico-alumineux ou silicio-calcique.

Les premières ont des propriétés pouzzolaniques, alors que les secondes en plus peuvent développer des propriétés hydrauliques.

Les compositions chimique moyenne des cendres volantes est difficile à établir dans la mesure ou ces dernières sont fortement hétérogènes en raison de plusieurs facteurs liés à la combustion du charbon (type du charbon, température de la fusion et vitesse de refroidissement).

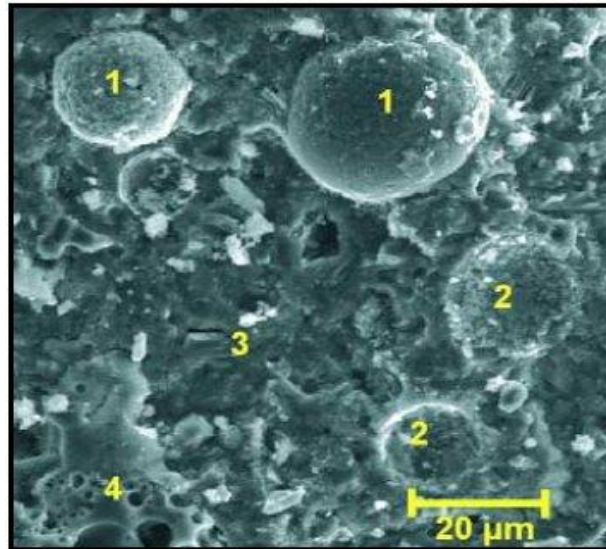


Figure I-7 : Aspect d'une matrice cimentaire contenant des cendres volantes au MEB: [19]

1- Cendre volante en cours d'hydratation

2- Cendre volante totalement hydratée

3 Hydrates

4-Carbonate imbrulé

I-2-3-3 Fumée de silice

La fumée de la silice est un sous produit industriel de la fabrication de silicium métallique ou de divers alliages de Ferro silicium.

La fumée de silice est produite lors de la réduction du quartz très pur par du

Charbon dans un four à arc électrique. Elle est recueillie par filtration des gaz qui s'échappent lors de la combustion.

La fumée de silice se présente généralement sous forme de particules sphériques dont le diamètre moyen est de $0.1 \mu\text{m}$. Figure I-8 ces particules sont essentiellement vitreuses, ce qui en fait un produit hautement pouzzolanique.

D'un point de vue chimique la fumée de silice est essentiellement composée de silice.

La teneur en SiO_2 varie selon le type d'alliage produit. Plus la teneur en silicium de l'alliage est élevée plus la teneur en SiO_2 de la fumée de silice est élevée.

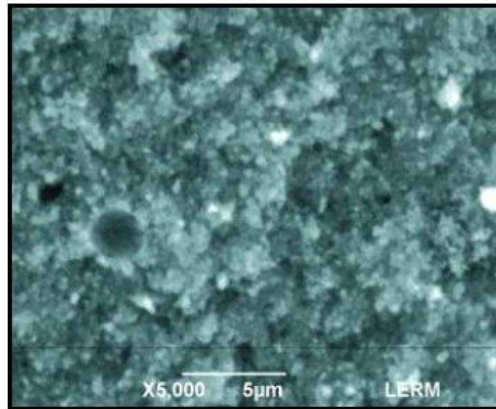


Figure I-8 : Aspect d'une matrice contenant des fumées de silice (photo MEB) : [19]

Comme le laitier de haut fourneau et les cendres volantes, le fumée de silice peut être utilisée en tant qu'un constituant principale et en tout qu'addition minérale notamment dans la fabrication des bétons de haut performance (BHP).

L'effet bénéfiques de la fumée de silice sur la microstructure et les propriétés mécaniques du béton sont dus essentiellement à la rapidité à la quelle la réaction pouzzolanique se développe et l'effet physique particulier aux particules de fumée de silice qui sont connu sous le nom d'effet filler.

Ces deux effets entraînent à la fois une forte compacité et une amélioration des résistances mécaniques du fait de la réaction pozolantque des fumées de silice

Lorsque l'on considère les propriétés du béton aux fumées de silice, il est important de garder à l'esprit qu'on utilise ces dernières de deux manières différentes :

Comme substitue de ciment, pour réduire les quantités de ciment utilisé, en général pour des raisons économiques

Comme ajout, pour améliorer les propriétés du béton aussi bien à l'état frais qu' à l'état durci.

I-2-3-4 Les pouzzolanes : : [16,17]

Les pouzzolanes sont des matériaux, naturels ou artificiels capables de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des composés nouveaux, stables peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes.

Les normes françaises donnent les définitions suivantes des pouzzolanes entrant dans la fabrication des ciments :

***Pouzzolane naturelle :**

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

***Pouzzolane artificielle :**

Est matière essentiellement composée de silice, d'alumine, et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques

Les roches traitées thermiquement (argiles, schistes, latérite, et bauxite).

*Les pouzzolanes sont des roches acide ayant des teneurs élevées en silice et en alumine (entre 70 et 80% pour les deux composants ensemble), puis en fer, en alcalins en magnésium, et en chaux.

*Les pouzzolanes naturelles d'origine sédimentaires ont des teneurs en silice encore plus élevées

Les quantités de chaux sont limitées ce qui explique par ailleurs, la capacité des

Les pouzzolanes sont formées surtout des éléments vitreux. Elles sont plus ou moins réactives. La réactivité est l'aspect chimique de fixation de la chaux.

L'activité pouzzolanique s'explique par une attaque lente de la silice et de l'alumine des pouzzolanes par l'hydroxyde de chaux (portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$))

Des tests chimiques basés sur la quantité de chaux absorbée ou sur la vitesse de fixation ne suffisent pas pour déterminer la réactivité de la pouzzolane.

D'autre part la connaissance séparée des propriétés de chacun des constituants ne permet pas de prévoir le comportement des mélanges. Seules les résultats des essais de l'évolution des résistances mécaniques dans le temps permettent de conclure.

Tous les matériaux appelés pouzzolanes ne possèdent forcément pas cette propriété.

On peut dans certains cas activer les pouzzolanes par certains procédés :

*Ajout de produits chimiques.

*Broyage à une finesse plus élevée

*Traitement chimique.

I-2-3-5 Fillers calcaires

Les fillers sont des produits obtenus par broyage fin ou par pulvérisation des roches naturelles ou non, agissantes sur certaines qualités de ciment (maniabilité, diminution de la perméabilité, et de la capillarité, réduction de la fissurabilité...) grâce à leur granulométrie appropriée.

Les fillers se différencient les uns des autres par :

* Leur origine, leurs compositions chimiques et minéralogiques, les impuretés qu'ils contiennent.

* La finesse, la forme des grains, leur état de surface

* Leur dureté, leur porosité.

Un Filler est dit calcaire s'il contient au moins 90% de carbonate de calcium dans les autres cas les fillers sont désignés par sa roche d'origine

Les fillers les plus utilisés en France sont des les fillers calcaires. Ils sont inertes car ils n'ont aucune action chimique sur les ciments en présence d'eau. Ils jouent essentiellement un rôle de remplissage permettant d'optimiser la compacité des bétons

I-2-4 L intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux dans la l'industrie des ciments: [16,17]

L'introduction des ajouts dans la fabrication des ciments présente un facteur bénéfique car la part du clinker baisse en fonction des taux d'ajout. En effet la production du clinker nécessite une dépense d'énergie importante pouvant être réduite par l'incorporation de cet ajout.

La réaction pouzzolanique étant à base de produits de faible coût et la durabilité est garantie puisque les romains utilisaient déjà ce mécanisme chimique dans leurs ciments pour la confection d'ouvrages qui ont fait leur preuve depuis de nombreux siècles.

Des sous-produits industriels tels que les cendres volantes et fumées de silice condensées sont de plus en plus utilisées dans les pays industrialisés parce qu'ils sont des déchets d'usine. Contrairement aux pouzzolanes naturelles, il n'est pas nécessaire de les pulvériser ou de les soumettre à un traitement thermique avant de s'en servir. Plusieurs pays comme la Chine, la Grèce, l'Italie, l'Inde et le Mexique, utilisent encore des millions de tonnes de pouzzolanes naturelles pour fabriquer des ciments CPA. Pour des raisons d'épargne d'énergie, il y a tout lieu de croire que l'utilisation de ces matériaux se poursuivra et se développera de plus en plus.

CHAPITRE II

ACTIVATION CHIMIQUE DU LAITIER

II-1 L'activation chimique

II-1-1 Introduction: [18]

Le laitier granulé finement broyé ne possède pas par lui-même aucune vertu liante, mais en présence d'un milieu basique il réagit chimiquement pour former des composés possédant des valeurs liantes.

Pour être utilisé en tant qu'addition cimentaire, le laitier doit participer aux réactions permettant de former des systèmes cimentaires durcis. Les matériaux utilisés dans les systèmes cimentaires présentent le plus souvent un caractère hydraulique. Le laitier de haut fourneau est connu comme présentant un caractère dit hydraulique latent. Il a besoin de l'aide d'un agent activateur pour pouvoir accélérer l'hydratation.

II-1-2 Définition

L'activation du laitier finement broyé consiste à assurer une composition chimique dans la solution, permettant aux molécules des composants du laitier de se dissoudre, et de former rapidement des hydrates stables, à partir de l'introduction de quelques agents basiques appelés activateurs.

Les activateurs agissent non seulement à titre de catalyseur d'attaque de verre dans le laitier, mais, également en tant que réactif dans les réactions de formation des hydrates. (Voinovitch et Dron, 1976) et (Voinovitch et al, 1981).

L'activation classique du laitier est effectuée:

- A partir de la portlandite (Ca(OH)_2) produite lors de l'hydratation du clinker.
- A partir de l'ajout de CaO sous forme broyée au laitier finement broyé.
- A partir de la soude.

Suivant la nature de l'activateur à introduire (Dron, 1973) on distingue trois modes d'activations:

II-1-3 Activation calcique : [18]

La chaux confère à la phase aqueuse un pH suffisant pour permettre le passage en solution de l'alumine et par voie de conséquence de la silice et de la chaux. Les réactions de formation d'hydrates consomment l'activateur (la chaux).

Ce type d'activation donne des bétons présentant une faible chaleur d'hydratation (ce qui est bénéfique dans les ouvrages de masses en assurant son durabilité).

II-1-4 Activation par le clinker du ciment portland : [18]

L'hydratation du ciment portland libère une grande quantité de chaux par suite de la réaction d'hydratation du C3S et du C2S (30 % de la masse anhydre du ciment). Cette chaux développe un PH égale à 12 (basicité de la solution sursaturée de la chaux) ce qui favorise la dissolution du verre du laitier. L'absence du réseau de SiO explique la facilité de l'activation du laitier.

Selon (Guetteche et Houari, 2002), quand on mélange le laitier finement broyé avec l'eau, les ions dissous sont presque inexistants, on remarque une faible conductivité qui ne dépasse pas 0,6 ms/cm pour une surface spécifique du laitier de 6000 cm²/g.

Par contre avec l'ajout de 19 % du CPA et 5 % du gypse, la conductivité augmente considérablement. Selon les étapes suivantes:

- La dissolution des constituants du clinker et ceux du gypse.
- Les réactions continuent probablement pour former **l'étringite et le CSH**, ainsi la solution deviendra riche en Ca⁺⁺, la conductivité atteint 12 n,s/cm.
- Le point de saturation en chaux est atteint, **la protlandite se précipite**, la conductivité se baisse après un pic de 12.5 ms/cm.
- La période finale est caractérisée par accélération des réactions et la **Précipitation de la portlandite**, les ions sont consommés, la conductivité diminue lentement.

La plupart des ajouts cimentaires ont en commun de contenir une forme de silice vitreuse réactive qui en présence d'eau, peut se combiner à la température libérée par l'hydratation du C2S et C3S avec la chaux pour former un silicate de calcium hydraté (CSH) du même type que celui formé durant l'hydratation du ciment portland. Cette réaction est généralement lente, et peut se développer sur plusieurs semaines ciment.

II-1-5 L'activation sulfatique : [17,18]

Dans ce type d'activation, une véritable réaction se produira entre les constituants du laitier et le sulfate de calcium, ce dernier (CaSO₄) qui se combine avec les composants du laitier dissous dans l'eau, pour donner naissance à l'étringite, la quantité de l'alumine qui reste, constitue l'hydroxyde d'aluminium et du silicate de calcium hydraté, ce qui

favorise la formation de la structure de la pâte du ciment au laitier et améliore nettement sa résistance. .

II-1-6 L'activation alcaline : [18]

Ce type d'activation est développé à partir des années 70, et utilisé dans plusieurs applications en (URSS) et en Pologne. (Selon Anderson et Gram, 1987)

II-1-6-1 Principe

La littérature fait état de travaux traitant de l'activation chimique des additions minérales (laitiers de haut fourneau, cendres volantes....). Elles indiquent que l'augmentation de la réactivité de ces matériaux passe par 3 étapes [Granizo et al., 2002], [Buchwald et al., 2003] :

- 1-la dissolution des espèces solubles dans la phase alcaline,
- 2- une réorganisation et une diffusion des ions dissous avec la formation de petites structures coagulées,
- 3- la croissance et la condensation de ces structures pour former les produits hydratés.

L'incorporation d'alcalins contribue à augmenter le pH de la solution interstitielle.

D'après l'étape 1, il est donc compréhensible qu'une activation alcaline puisse accentuer la dissolution des phases siliceuses dans les laitiers (système Si-Ca), siliceuses et alumineuses dans les cendres volantes (système Si-Al) puisque cette dissolution est largement accentuée avec l'augmentation du pH au-dessus de 12,5 [Shi et Qian, 2000] .

L'activation alcaline se réfère principalement à l'activation par:

- Les alcalis caustiques (dont la formule chimique est R-OH).
- Les sels non siliceux provenant des acides faibles tels que: R₂-CO₃ , R₂-SO₃ ,R-2S.
- Les sels siliceux du type R₂O (M) SiO₂.

où R représente les ions des métaux alcalins (Na⁺, K⁺, Li⁺), et le module siliceu.

II-1-6-2 L'activation par les alcalis caustiques (la soude) : [17,18]

D'une façon générale les bases solubles accélèrent la dissolution de la silice et de l'alumine. Les hydrates de sodium et de potassium (Na OH) et(KOH) sont courant et bien connu pour accélérer la prise et le durcissement aux premiers âges des ciments portland et plus encore des ciments à fortes teneurs en laitier.

La soude (NaOH) confère à la solution un PH supérieur à 12, favorable à la dissolution du verre du laitier, elle agit comme un catalyseur sur le laitier (catalyseur produit qui permet le déclenchement de la réaction, et qui n'est pas consommé par celle-ci) (Voinovitch et Dron, 1976).

II-1-6-3 L'activation par les sels siliceux: (verre soluble) : [17,18]

Le verre soluble est une solution colloïdale du silicate de sodium ou de potassium ayant une densité qui varie de 1300 à 1500 kg/m³ pour une teneur en eau de 50 à 70 %. C'est un liquide visqueux constitué par un mélange de silicates alcalins ayant une composition variable:

R2O. M. SiO₂ + nH₂O. (Mezghiche, 1989).

Où : M : est le module siliceux (module du verre soluble).

R: représente le sodium (Na) ou le potassium (K).

Le module du verre à **base du sodium** est donné par:

$$M = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Na}_2\text{O}} \quad \text{ou: (K= 1,032)}.$$

Et le module du verre à **base du potassium** et donné par:

$$M = \frac{\text{SiO}_2}{\text{K}_2\text{O}} \quad \text{ou: (K = 1,568)}.$$

Le module du verre soluble tout préparé varie généralement de 2,5 à 3.

La solubilité des silicates alcalins vitreux dépend de leur module silicique, de la température, et de la pression et de la quantité des impuretés et leurs natures.

Mais il faut noter que la densité du verre liquide influe sur la résistance du ciment, en l'augmentant de 1150 kg/m³ à 1300 kg/m³ on remarque une augmentation importante de la résistance en compression à 28 jours de durcissement normal où par étuvage.

De même l'augmentation du module siliceux de (2 à 3) influe négativement sur la résistance mécanique en compression (pour les différentes densités).

Une valeur du module siliceux égale à 1,5 semble être favorable pour les différentes densités.

II-1-6-4 L'activation par les sels non siliceux (carbonate de sodium) : [17,18]

Le carbonate de sodium connu dans le commerce par la soude, sa formule est Na_2CO_3 , fabriqué en grande quantité à partir du chlorure de sodium, appelé par fois « cristaux de soude ».

II-1-7 L'activation mixte (sodo -sulfatique) : [17,18]

Il s'agit d'une combinaison des deux activations précédentes soude + sulfate. La soude réagit avec le sulfate de calcium pour donner de la chaux et du sulfate de sodium. La soude joue un rôle de catalyseur alors que le gypse et la chaux participent à la réaction d'hydratation pour former l'étringite et des silicates de calcium hydratés..

II-1-8 Le rôle des activants : [17,18]

A partir des différents types d'activations, on peut déduire le rôle des activants :

- Ils accélèrent la solubilité des constituants du laitier (ils répondent à la condition du PH).
- Favorables à la formation de quelques hydrates stables.
- Favorables à la formation du réseau de la structure de la pâte du liant au laitier.

II-2 Le laitier

Dans cette partie, nous définirons l'origine du laitier du haut fourneau qui est étudiée dans le cadre de ce mémoire, les caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques de ce matériau, les mécanismes d'hydratation, les risques éventuels concernant leur utilisation et leurs caractéristiques environnementales

II-2-1 Origine des laitiers : [16]

Lors de la fabrication d'acier ou d'alliage silicium-manganèse, il se forme des coproduits tels que les laitiers. Chaque laitier peut être considéré comme un produit unique car il résulte du type d'acier ou de l'alliage que l'on a voulu fabriquer. Pendant la fabrication de l'acier par haut fourneau et convertisseur, on obtient deux types de laitiers: les laitiers de haut fourneau et les laitiers d'aciérie de conversion. Pour la fabrication d'alliages silicomanganèse par voie électrique, on obtient le laitier de silicomanganèse. En sidérurgie, les laitiers purifient l'acier en absorbant les impuretés issues des minerais de fer.

II-2-2 Le laitier de haut fourneau : [16]

Pour fabriquer de l'acier industriel, le minerai de fer aggloméré est chargé dans la partie supérieure du haut fourneau en couches alternées avec du coke, un combustible puissant proche du carbone pur fabriqué à partir de charbon. On insuffle de l'air chaud et du charbon pulvérisé dans le bas du haut fourneau à une température proche de 1200°C.

Ceci provoque la combustion du coke qui entraîne la fusion du minerai, ainsi que la formation d'un gaz réducteur qui transforme les oxydes de fer du minerai en métal, formant ainsi du CO et du CO₂. On recueille alors **la fonte liquide** à 1500°C (environ 96% Fe et 4%,5 C) et **le laitier dans le bas du haut fourneau** **Figure II-1**.

Les constituants non-métalliques et/ou non absorbés par la fonte et non gazeux constituent **le laitier de haut fourneau, qui est à l'état liquide**. Il surnage car sa densité d'environ 3, est inférieure à celle de la fonte qui est de 7. La séparation de la fonte et du laitier se fait par un dispositif de siphonage. On parle de laitiers de fraîche production lorsqu'ils entrent, dès leur élaboration, dans la filière de valorisation .

II-2-2-1 Types de laitier de haut fourneau: [16]

On peut obtenir deux types de laitiers de haut fourneau suivant le processus de refroidissement:

II-2-2-1-1 Le laitier de haut fourneau est cristallisé lorsqu'il est dirigé par une rigole vers des fosses où il refroidit et se cristallise lentement à l'air sous forme de roche dure. Après le début de la solidification, ce laitier est arrosé afin d'en abaisser la température puis fragmenté, concassé et criblé.

II-2-2-1-2 Le laitier de haut fourneau est dit vitrifié, ou granulé, s'il est dirigé vers un dispositif dans lequel il subit une trempe (arrosage violent et abondant d'eau sous haute pression). L'énergie calorifique contenue dans le laitier en fusion provoque son explosion et forme instantanément de fines particules d'un produit vitreux désordonné. Il possède ainsi **une énergie interne plus élevée** qu'à l'état cristallin, ce qui **le rend plus réactif chimiquement** [Divet et al, 2006]. **Lors de son hydratation**, le laitier évoluera sous une forme cristalline stable pouvant être mise à profit pour les formulations de ciments ou de bétons.

On distingue deux types de **laitiers vitrifiés**:

II-2-2-1-2-1 le laitier vitrifié granulé, pour lequel le refroidissement se fait en bassin ou par jet d'eau sous pression. Le principe de la granulation est d'extraire le plus possible de chaleur d'une quantité de laitier fondu, en un minimum de temps.

II-2-2-1-2-2 le laitier vitrifié bouleté soumis à deux types d'actions, un jet d'eau et une action mécanique. Le laitier liquide se déverse sur un tambour tournant cannelé qui comporte des trous en périphérie, alimentés en eau sous pression. Les particules de laitiers sont alors projetées à plusieurs mètres du tambour, ce qui permet une trempe à l'air pendant la durée du trajet des particules.

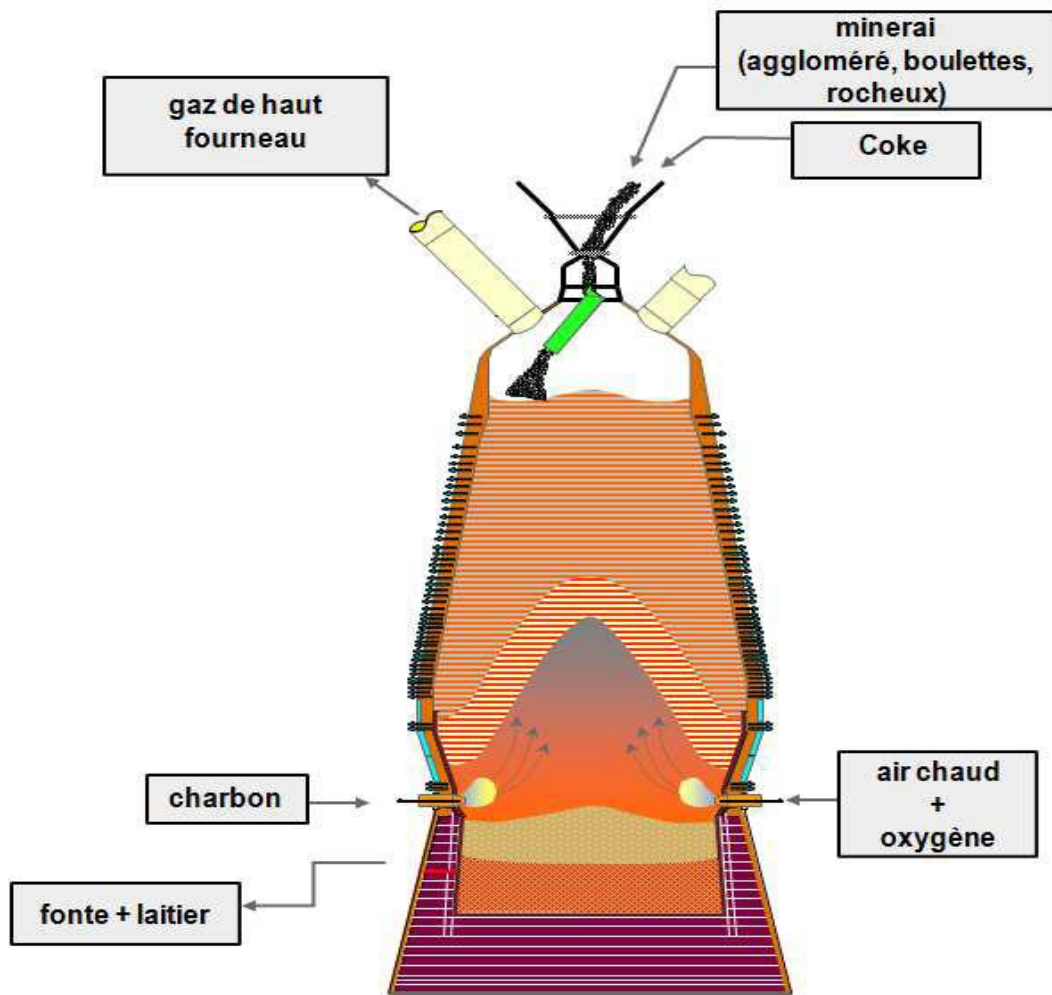


Figure II-1 Schéma de principe d'un haut fourneau (source interne ArcelorMittal.) :
[16]

II-2-2-2 Propriétés générales du laitier de haut fourneau: [16 .17]

II-2-2-2-1 Caractéristiques physico-chimiques et minéralogiques

Les principaux composants chimiques de ce type de laitier sont **la chaux, la silice, l'alumine et la magnésie** qui représentent 95 à 97% de la composition totale du laitier.

Le tableau II-1 nous montre les constituants majeurs sous forme d'oxydes et les teneurs pouvant être rencontrés dans ce type de laitier. Le laitier de haut fourneau est un produit dont la composition chimique est stable dans une même usine, mais peut varier entre usines.

Constituant	Teneur en %
Ca O	35-48
SiO ₂	32-41
Al ₂ O ₃	9-18
Mg O	1-9
Mn O	0,4-0,7
Fe	0,2-3
Fe	0,4-1,5

Tableau II-1 : Echelle de composition chimique des laitiers de haut fourneau (Alexandre et al, 1988, Bellman et al, 2009, Regourd et al, 19831)

Des traces de TiO₂, Na₂O, K₂O, S₂O₃ sont également détectées dans ce type de laitier.

Le laitier de haut fourneau **crystallisé** est typiquement **gris et poreux**. Le laitier de haut fourneau **vitriifié** se présente sous forme d'un sable de **couleur claire**. **L'origine** des deux types de laitiers **est la même**, la différence entre ces deux matériaux réside seulement dans leurs **microstructures et minéralogie**.

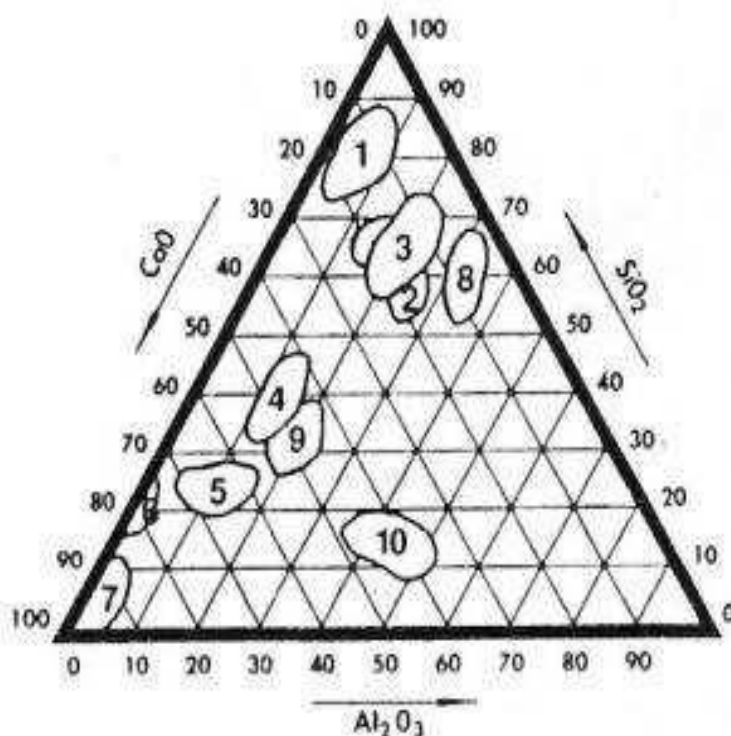
La vitrification des laitiers leur confère des propriétés hydrauliques. Pour être réactif, le laitier doit être **vitreux**: un laitier de haut fourneau granulé doit avoir au minimum deux tiers de sa masse en laitier vitreux [NF P 98-107, 2009] et [NF EN 15167-1, 2006] mais compte généralement plus de 90% de phase vitreuse.

Le laitier se présente sous la forme d'un liquide surfondu qui conserve, du fait de la trempe, **une énergie de cristallisation non dissipée** qui lui permet **d'être hydraulique**.

L'**hydraulicité** du laitier doit être **stimulée** par un **activant basique** pour être **efficace rapidement** (le **laitier seul** mélangé à l'eau durcit mais la cinétique de développement des résistances mécanique est **très lente**), alors que celle du **ciment Portland** intervient par simple addition d'eau.

Cette **prise hydraulique, exothermique**, se produit de façon **très progressive** et permet la formation de **produits d'hydratation solides qui constituent la prise et le durcissement** du laitier et s'accompagne d'un **développement progressif des résistances mécaniques**.

Le diagramme de Kiel, diagramme ternaire représentant le **système chaux-silice-alumine**, situe le **laitier de haut fourneau** par rapport à d'autres liants couramment utilisés. Ce diagramme présenté dans la Figure II-2 indique que ce laitier (**zone 4**) a une composition relativement proche de celle du **clinker du ciment Portland** (zone 5), même si celui-ci ne nécessite qu'un apport d'eau pour déclencher son hydratation.



- 1-Verres
- 2-Basaltes
- 3-Pouzzolanes
- 4-Laitier de haut fourneau
- 5-Clinker Portland
- 6-Laitier de convertisseur
- 7-Chaux
- 8-Cendres silico-alumineuses
- 9-Cendres sulfo-calciques
- 10-Ciments alumineux

Figure II-2: Diagramme de Kiel système Ca O-SiO₂-Al₂O₃: [16]

D'un point de vue minéralogique, le laitier est caractérisé par **une phase amorphe** très majoritaire, de l'ordre de 90%. Pour les 10% restant, on parle alors de germes de cristallisation. Ces germes minéralogiques sont essentiellement des silicates ou des silico-aluminates de chaux (merwinite et mélilite) [Alexandre et al, 1998].

II-2-2-3 Applications, valorisation

Le laitier de haut fourneau cristallisé peut être valorisé en tant que granulats pour bétons ou enrobés bitumineux suivant les normes européenne pour les granulats (EN 13 043, EN (13 242, EN 12620). Il peut également être employé comme matière première pour la laine de roche.

Le laitier de haut fourneau vitrifié moulu, qui est utilisé dans notre étude est principalement valorisé comme **addition pour liants hydrauliques** conforme à la norme [NF EN 15167-1, 2006] ou **dans la fabrication de bétons, mortiers ou coulis** selon la norme [NF EN 206-1]. Le laitier de haut fourneau granulé est également utilisé dans la **production de ciment courant de type CEM III** (jusqu'à 95% de laitier de haut fourneau) selon la norme [NF EN 197-1,2001]. **Le laitier vitrifié** peut être valorisé comme **addition minérale** selon la norme [NF P 98-107, 2009] pour une application d'assise de chaussées. Il est utilisé aussi comme sable ou encore dans l'industrie du verre comme source d'alumine et de silice.

II-2-2-4 Hydratation du laitier de haut fourneau : [16.17]

De nombreuses études sur l'hydratation du laitier de haut fourneau ont déjà été menées et ont permis de proposer des mécanismes d'hydratation et différents modes d'activation, qui seront décrits dans cette partie.

II-2-2-4-1 Réactivité hydraulique du laitier

Il faut tenir compte de plusieurs paramètres pour pouvoir évaluer la réactivité du laitier de haut fourneau.

* **La composition chimique** a un rôle important sur la réactivité du laitier. La réactivité augmente avec la teneur en chaux et en magnésie (jusqu'à 15%), mais diminue avec la teneur en silice et en oxyde de manganèse [Divet et al, 2006].

* Les calculs d'indices de basicité permettent d'évaluer le caractère hydraulique des laitiers. Ils correspondent à la somme des constituants basiques du laitier sur la somme de ses constituants acides. Pour une bonne activité hydraulique, l'indice de basicité

CaO/SiO_2 doit être proche de 1,3 comme illustré dans la Figure II-3 et al, 2006)).

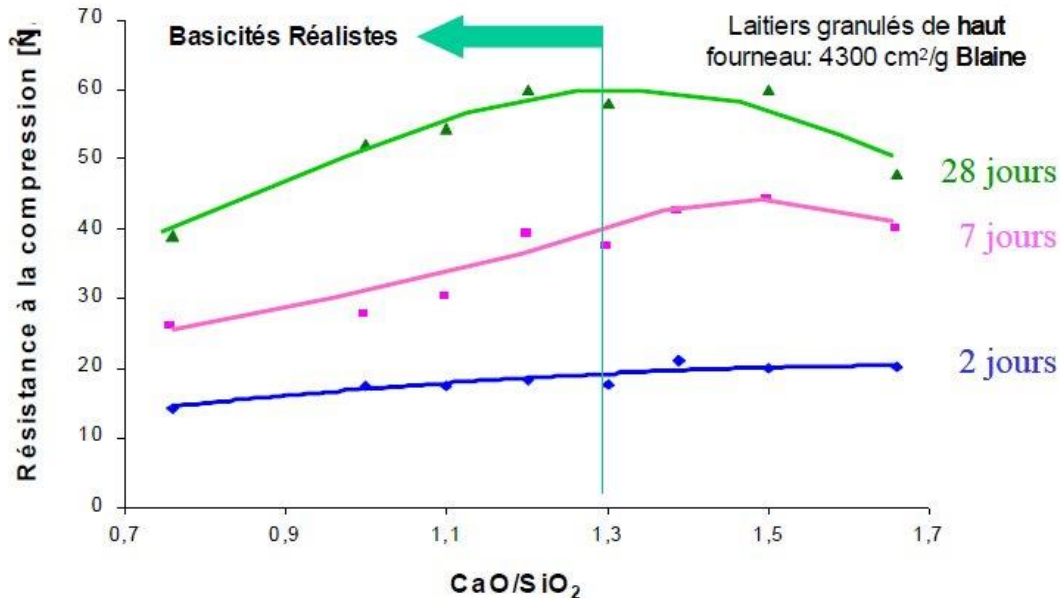


Figure II-3 Evolution de la résistance à la compression de laitiers granulés de haut fourneau en fonction de l'indice de basicité (CaO/SiO_2).

* D'un point de vue granulométrique, plus le laitier est fin, plus la réactivité hydraulique et les résistances mécaniques sont élevées. En effet la surface de contact entre les phases vitreuses du laitier, l'agent activateur et l'eau se trouve augmentée.

* Un des critères les plus importants reste la connaissance de la minéralogie du laitier. En effet, la détermination du taux de vitrification est très importante car sa structure vitreuse est riche en énergie qui n'a pas été dissipée, et n'a pas atteint son niveau d'énergie le plus bas correspondant à l'état cristallin. L'hydraulicité du laitier vitrifié est définie par sa faculté à évoluer, sous l'effet d'une activation basique ou autre, vers son plus bas niveau énergétique en formant des produits d'hydratation solides.

Le laitier vitrifié est ainsi un matériau hydraulique latent (cette particularité est explicitée dans la partie (II-5.2))

L'hydraulicité du laitier dépend donc de sa teneur en verre ainsi que de sa structure.

De nos jours, la teneur en verre des laitiers de haut fourneau utilisés comme constituants

des ciments dépasse largement 90% de la masse initiale, mais on pense que de faibles proportions de matériaux cristallins peuvent avoir un effet bénéfique sur l'hydraulicité [Demoulian, 2003].

*D'autres facteurs influent sur l'activité d'un laitier de haut fourneau et sur son hydratation. On peut citer **la concentration en ions alcalins dans le milieu et la température durant les premières phases du processus d'hydratation** [Van Rompaey, 2006].

II-2-2-4-2 Processus d'hydratation

Contrairement au ciment qui s'hydrate par simple addition d'eau, **le laitier de haut fourneau vitrifié n'est rapidement soluble que dans une eau alcalinisée** et a donc besoin, **pour développer une cinétique d'hydratation** satisfaisant l'objectif recherché (performances conformes aux ciments (NF EN 197-1, 2001)), **d'un agent d'addition appelé activant**. Le processus d'hydratation du laitier est ensuite semblable à celui du ciment Portland tel qu'il fut expliqué par Le Chatelier [Divet et al, 2006].

Le processus d'hydratation peut être vu comme une répétition de cycles dissolution concentration - précipitation, qui se prolonge pendant des années jusqu'à hydratation maximum des grains de laitier (quand les grains de laitier ne sont plus accessibles par la solution alcalinisée). **Cette hydratation est responsable de la prise et le durcissement de laitier vitrifié.**

L'hydratation débute par **la dissolution du laitier dans l'eau de gâchage basique**. Cette dissolution, qualifiée d'hydroxylique par Van Rompaey [Van Rompaey, 2006] aboutit à **une solution basique concentrée**, d'où résulte **une précipitation de composés hydratés**, la dissolution n'est possible que lorsque **le pH du milieu dépasse une valeur de l'ordre de 12**, pH fixé par l'équilibre de dissolution - précipitation de l'hydroxyde de calcium (pH = 12,5 12,6). Cette précipitation fait à son tour chuter la concentration des éléments dans la solution, ce qui permet la solubilisation d'une nouvelle quantité de produit jusqu'à concentration entraînant une nouvelle précipitation de composés hydratés.

Les cristaux formés peuvent apparaître sur les grains de laitier ou sur les granulats. Il y a dans un premier temps une augmentation du frottement interne du squelette, puis formation de ponts cristallins qui se rejoignent en formant un maillage qui entoure les granulats, constituant un ensemble cohérent. La fixation du maillage sur les granulats, qui dépend de

leur état de surface; est facilitée sur les surfaces rugueuses et anfractueuses (pourvues de cavités profondes et sinueuses).

Ensuite, **la précipitation des hydrates formés et leur arrangement cristallin conduisent à un développement des résistances mécaniques dans le temps, au fur et à mesure que se poursuit le phénomène. Les grains de laitiers étant plus lisses que les grains de clinker, hydrates ont plus de mal à se développer sur ces grains et le développement des résistances mécaniques se trouve plus lent pour des ciments au laitier par rapport à des ciments Portland.**

Il est important de prendre en compte **l'activateur dans la réaction d'hydratation.**" En effet, **la quantité et le choix de l'activant influent sur le gain de résistance et la nature des hydrates formés.**

Van Rompaey prétend que les réactions d'hydratation du laitier de haut fourneau forment **des silicates de calcium hydratés ($C_xS_yH_z$),**

Des aluminates de calcium hydratés (C_4AH_{13}) ainsi que

Des sulfo-aluminates de calcium hydratés ($3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot CaSO_4 \cdot 12H_2O$)

Et de l'ettringite ($C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O$). [Van Rompaey, 2006].

II-2-2-5 Activation du laitier : [16.17]

Lors du contact entre le laitier et l'eau, il se produirait une première réaction. Le calcium et l'alumine passent en solution et forme **un gel d'alumine $Al(OH)_3$** . Ce gel se forme entre un pH de 4 et jusqu'à un pH compris entre 8,5 et 10 comme indiqué sur la figure II-4 **Ce gel bloque la poursuite de la dissolution** du laitier et donc de **son hydratation**. Ce phénomène définit le laitier de haut fourneau comme étant **un matériau hydraulique latent**. Il est nécessaire qu'un **activateur** engage la dissolution de ce gel, afin de permettre la poursuite de l'hydratation.

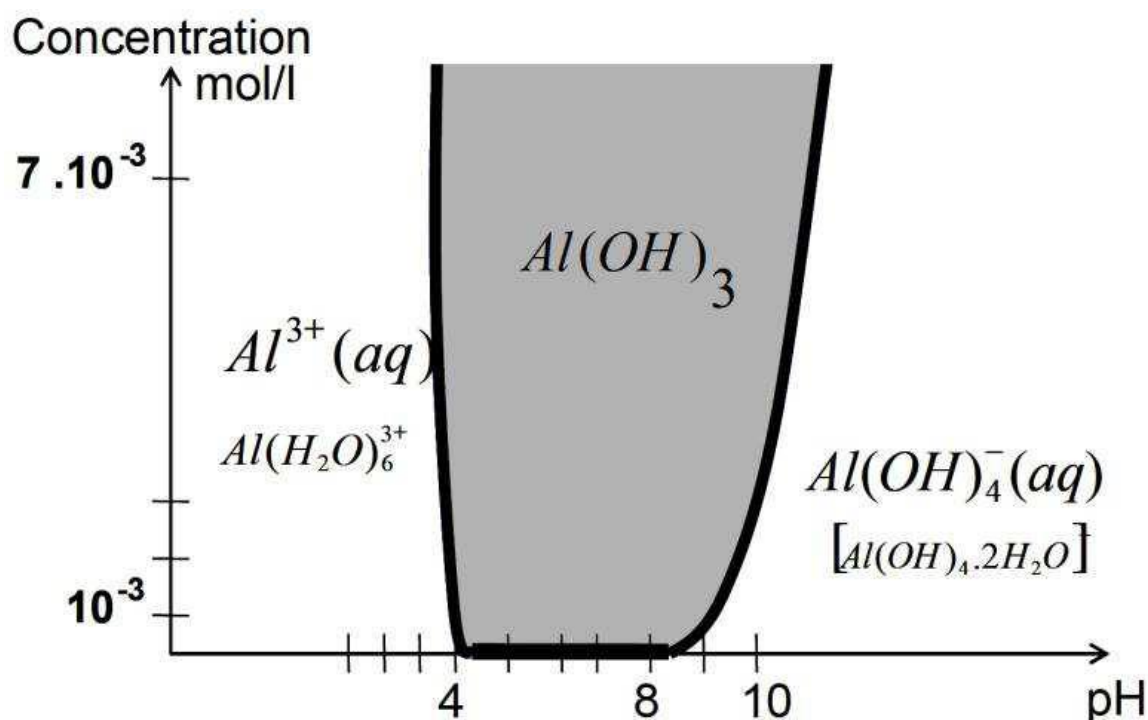


Figure II-4 : Domaine de stabilité du gel d'alumine [Lamberet et al, 2008]

On caractérise l'activation par le mode d'action chimique qu'elle met en jeu [Divet et al, 2006], [NF P 98-107, 2009].

L'activant peut jouer le rôle de catalyseur ou de réactif :

L'activant catalyseur active la réaction de dissolution/précipitation et n'entre pas dans la structure de l'hydrate, tandis que

l'activant réactif active la réaction de dissolution/précipitation, et est consommé lors de la réaction d'hydratation et rentre donc dans la structure de l'hydrate.

II-2-2-5-1 Modes d'activation alcaline

Il existe trois modes d'activation: l'activation alcaline par la soude ou la chaux, l'activation sulfatique par les sulfates" ou l'activation sulfato-calcique (ou solo-sulfatique) qui est une combinaison des deux premières activations. La soude, agit comme un catalyseur tandis que la chaux et les sulfates agissent comme des réactifs.

Les activateurs les plus connus sont: le clinker Portland, les' hydroxydes de calcium, les sulfates de calcium, les sulfates alcalins, la soude, les silicates et carbonates de soude et les chlorures de calcium.

Lors d'une activation alcaline, l'activant peut être **la soude, la potasse ou la chaux**. Le **pouvoir dissolvant** de l'eau est **modifié** par **une élévation** du **pH**, ce qui assure le passage en solution de l'alumine du laitier, de la silice et de la chaux ainsi que **la formation d'hydrates de natures différentes en fonction du choix de l'activant**.

Lors de l'ajout de **soude** ou de **potasse**, il se forme trois hydrates:

Les **C-S-H** (moins denses que ceux formés lors de l'hydratation d'un ciment Portland), **l'aluminate tétra calcique hydraté (C₄AH₁₃)** et **la gehlenite hydraté (C₂ASH₈)**. L'activant se limite à un rôle de **catalyseur**.

Pour **l'activation calcique**, la gehlenite hydraté n'apparaît pas en présence de chaux hydraté. En effet toute l'alumine du laitier se retrouve dans l'aluminate tétra calcique hydraté. Ce composé est nettement plus riche en chaux, d'où une **consommation de l'activant (Ca O)**, comparé à l'activation par la soude. Les grains de silice, dissoute **se trouvent dans les phases hydratées sous calcium hydraté**.

L'activation sulfatique peut concerner les ciments sur sulfatés. Le gypse (CaSO₄, 2H₂O) (ou anhydrite CaSO₄) est un véritable réactif qui se solubilise dans l'eau et se combine avec les éléments du laitier, pour donner naissance à

l'ettringite (C₆AS₃H₃₂, trisulfoaluminate de calcium hydraté en forme d'aiguilles).

Il se forme aussi **des gels de C-S-H** autour des grains de laitier.

Ici, il y a plus d'ettringite que dans **un ciment Portland pur**. Le gypse, l'anhydrite ou le phospho gypse peuvent être utilisés comme activant sulfatiques.

Pour **l'activation sulfato-calcique** (en présence de gypse et de chaux), la chaux présente avec le gypse permet **d'accélérer la cinétique d'hydratation du laitier** par rapport à une activation uniquement à base de sulfate de calcium.

L'activation sulfato-calcique est rencontrée dans **les ciments au laitier de haut fourneau (type CEM III)**. Le gypse et la chaux libérée par l'hydratation des silicates du clinker participent au mécanisme d'hydratation de ces ciments.

Ce mécanisme d'activation peut être aussi utilisé dans les **ciments sur sulfatés** susceptibles, de contenir jusqu'à 5% de constituants secondaires (clinker par exemple).

L'évolution des résistances mécaniques des bétons au laitier est liée à la formation de nombreuses aiguilles d'ettringite dans la pâte durcie.

Au jeune âge, ces résistances sont inférieures à un ciment Portland à 28 jours, mais les résistances à âge avancé (90 jours) peuvent être équivalentes, voire plus élevées pour un ciment au laitier, dans certains cas, selon le taux de remplacement.

On peut voir dans la Figure II-5 des courbes de résistance de mortiers à base de ciment CEM I (au minimum 95% de clinker Portland)

CEM III/B (72% de laitier de haut fourneau et 28% de clinker Portland),

CEMII/B-S (27% de laitier de haut fourneau et 73% de clinker Portland),

et un ciment SSC sur sulfaté.

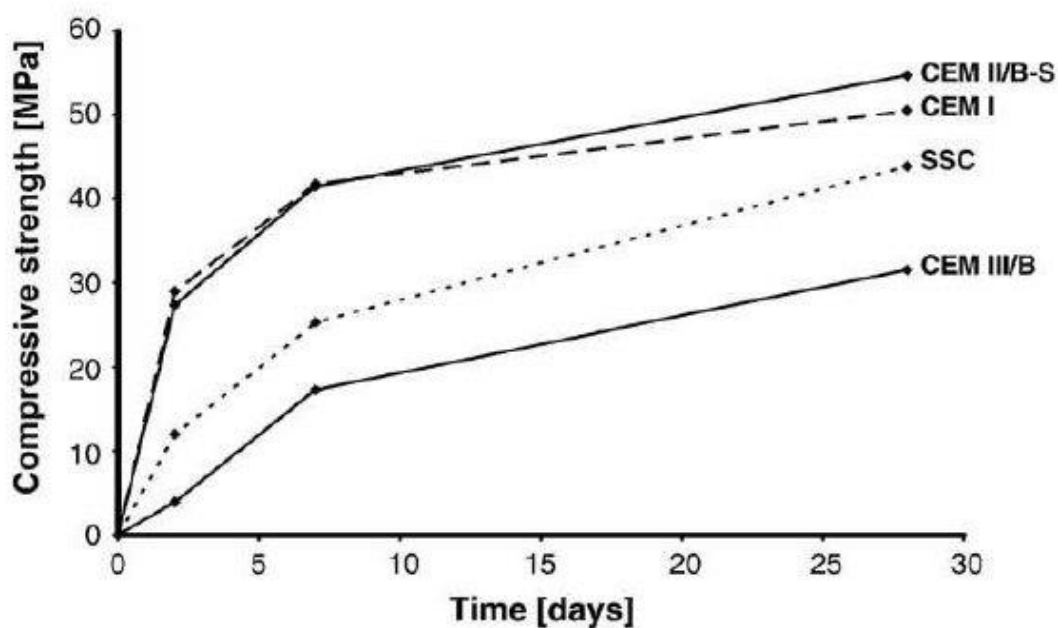


Figure II-5 : Développement des résistances mécaniques pour les ciments CEM I et CEM III (Bellmann et al, 2009)

Pour l'**activation sodo-sulfatique**, la soude joue un **rôle de catalyseur** tandis que la chaux et le gypse **entrent dans la réaction d'hydratation**. Cette activation utilise **cinq fois plus d'activant** que l'**activation calcique**, mais la **quantité d'hydrates formée** est **deux fois plus importante** [Divet et al, 2006].

Tous les produits d'hydratation obtenus à partir des différentes activations se résument dans les réactions données par les tableaux : III-2, III-3 , III-4 , III- 4, III-5 .

Selon (Voinovitch et Dron, 1976), La composition chimique du laitier est schématisée par la formule C5S3A reflétant la répartition courante des 3 oxydes:

L'équation d'hydratation ramenée à une mole s'écrit:

Avec la soude				
C_5S_3A	+	$NaOH$	+	$12H_2O$
Laitier		la soude	→	
			$\frac{1}{3}C_4AH_13$	+
			Aluminate	+
			$\frac{7}{3}CHS$	+
			Silicates	+
			$\frac{2}{3}C_2ASH_8$	
			Gehlinite	
Tableau II-2 : Hydratation du laitier activé avec la soude				

Avec la chaux:				
C_5S_3A	+	$2CaO$	+	$16H_2O$
Laities		La chaux	→	
			C_4AH_13	+
			Aluminates	+
			$3CH_3$	
			Silicates	
Tableau II-3 : Hydratation du laitier activé avec la chaux				

Avec le gypse (sulfatique) :					
$C_5S_3A + 2CaSO_4 + 76/3H_2O \longrightarrow 3CHS + 1/2C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O + 2/3Al(OH)_3$					
Laitier	Sulfate		Silicates	Ettringite	Hydroxyde d'Alu mine
Tableau II-4 : Hydratation du laitier activé avec le gypse (sulfatique)					

Avec la soude et le gypse (Sodo sulfatique) :						
$C_5S_3A + 4CaSO_4 + 2NaOH + 34H_2O \longrightarrow CHS + C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O + Na_2SO_4$						
Laitier	Sulfate	Soude		Silicates	Ettringite	sulfate de soude
Tableau II-5: Hydratation du laitier activé avec la soude et le gypse (Sodo-sulfatique)						

A partir des différentes réactions, on remarque que les différents types d'activations conduisent à des produits d'hydratation dont seul le silicate de calcium hydraté (CSH) apparaît dans tous les cas.

II-2-2-6 Propriétés des ciments au laitier de haut fourneau : [16.17]

L'ajout de laitier de haut fourneau dans des mortiers ou bétons modifie ses propriétés, et donc permet :

-D'améliorer certains aspects du comportement du matériau, mais il peut aussi réduire la cinétique de développement des résistances.

Ainsi, **les résistances mécaniques au jeune âge** (2 jours par exemple) des ciments au laitier sont en général inférieures aux ciments Portland, **mais au-delà de 28 jours**, la pente des courbes de résistance est plus forte que celle des ciments Portland et

Les résistances mécaniques obtenues à long terme peuvent être supérieures [Alexandre et al, 1998]. Ce niveau faible des résistances au jeune âge peut être un inconvénient dans le cas de constructions minces.

Par ailleurs, les ciments au laitier de haut fourneau présentent **une faible chaleur d'hydratation** [Alexandre et al, 1998]. **Cette propriété est intéressante** car elle permet **de réduire le risque de fissuration** lors du retrait thermique et améliore par ce biais la **durabilité vis-à-vis des agents agressifs**.

Les bétons au laitier **offrent une imperméabilité croissante** avec la teneur en laitier.

La pâte de ciment au laitier **développe plus de C-S-H microporeux et une porosité capillaire plus faible** qu'une pâte **de ciment Portland classique**. En effet, on observe une diminution du nombre de pores et de ses rayons moyens (Alexandre et al, 1998).

Les bétons aux laitiers ont **une résistance élevée à la diffusion des chlorures** ainsi qu'une meilleure résistance aux milieux agressifs (eau de mer...) car ils **présentent moins de portlandite** qu'un ciment Portland. **L'eau de mer agit sur la portlandite (Ca(OH)_2) et la dissout** ce qui en augmente ainsi **la porosité et diminue les résistances mécaniques**.

Par contre, les bétons au laitier sont plus **sensibles à la carbonatation accélérée** par rapport à des bétons à base de ciment Portland

II-2-2-7 Risque d'instabilité volumique : [16.17]

Tout risque **de gonflement du laitier** est en principe **écarté**, car le matériau ne contient **ni chaux libre ni magnésie libre**, qui sont les premiers responsables **d'instabilités dimensionnelles**. Toutefois, dans certains cas exceptionnels, [Alexandre et al, 1998], le **laitier cristallisé** peut **ne pas être stable**. Il se désagrège alors après solidification et se transforme en une poudre grossière. Un tel laitier est dit « faisant ». Ce phénomène est dû à la présence de C2S (silicates bi-calcique) dont le passage de la forme β à la forme γ lors du refroidissement, peut s'accompagner **d'une augmentation du volume**.

Cette expansion provoque une réduction du produit en poussière. « L'effusement » reste cependant un phénomène très exceptionnel qui a tendance à **disparaître** avec la diminution de la basicité des laitiers actuels et avec des limites en termes **de composition déterminées par les usines** pour éviter de former des laitiers de haut fourneau cristallisé de type fusant. **Le laitier vitrifié ne présente pas de risque d'instabilité volumique.**

II-2-2-8 Caractéristiques environnementales

D'après l'association américaine « Slag Cément », les pays **valorisant** jusqu'à 80% du **laitier de haut fourneau en remplaçant le ciment Portland par l'introduction de laitier** dans le béton permet **de réduire jusqu'à 59% les émissions de CO2 et de 42% l'énergie** intrinsèque nécessaire à la fabrication de bétons et de leurs éléments constitutifs [Worldsteel, 200]. Ces réductions concernent seulement les bétons au laitier par rapport aux bétons classique.

ETUDE EXPERIMENTALE

—

Chapitre III

Matériaux et méthodes expérimentales

Introduction :

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux utilisés, Les différentes techniques expérimentales utilisées pour les caractérisations granulométrique, chimique des matériaux ainsi que les résultats des essais réalisés avec discussions et analyse sont présentées dans la dernière partie de ce chapitre.

Dans la première partie ce chapitre, sont présentés :

- ✓ Les propriétés des matériaux utilisés
- ✓ Mode de préparation des mortiers et des pates.
- ✓ La confection et la conservation des éprouvettes
- ✓ La méthode d'essai sur mortier (résistance mécanique à la compression, durabilité...)
- ✓ Les méthodes d'essai sur pate

III-1 Matériaux de bases

Nous avons utilisé pour la confection du mortier des matériaux locaux dont les caractéristiques sont déterminées expérimentalement au laboratoire de génie civil de l'université de M'Sila.

*Le sable de rivière fin d'origine silicique de la région de BOUSAADA (OUED MAITER) .

* Le ciment utilisé est CEM I-SR 3 : Ciment portland résistant aux sulfates encore noté (CRS) ciment courant résistant au sulfate type : CEM I 42.5R .

*Le laitier de haut fourneau.

*L'eau potable du laboratoire.

III - 1 -1 Sable**III -1 -1-1 Origine**

Le sable de base de notre recherche provient des abords de l'OUED M'AITER. Cet oued est situé entre les collines de BOUSAADA, dont le vent provient du sud est chargé de grains fins. L'avancée du désert a permis donc au fil des ans, le dépôt du sable dans l'OUED, qui par la suite a assuré son transport et son étalement. Ainsi plusieurs couches de sable fin mélangé aux galets de l'OUED se sont formées sur des profondeurs de plusieurs mètres, le long de l'OUED MAITER

III-1-1-2 Exploitation

Au seuil de ces dernières années ; plusieurs entreprises étatiques et privées exploitent des Carrières le long de l'OUED avec divers moyens surtout mécaniques. Le matériau mélangé de grains fins et de galets, est passé à travers des tamis de dimensions de mailles égales à 50 mm, puis livré aux différents chantiers de toute la région et ses environs, telles que M'SILA, BOURDJ-BOUARRERIDJ, SETIF, ... etc.

III-1-1-3 Caractéristiques Physiques du sable utilisé

Les caractéristiques du sable (sable de dune) est déterminé expérimentale, au aboratoire de génie civil de l'université de M'SILA, suivant les normes françaises AFNOR

III-1-1-3-1 Masse volumique (absolue) : NF P 18-555 :

C'est la masse de l'unité de volume de la substance, c'est-à-dire le rapport entre sa masse et son volume absolu.

Mode opératoire :

On détermine la masse volumique absolue du sable à l'aide du récipient de capacité 1000 ml.

On prend 03 échantillons de masse 150g.

On place l'échantillon dans le récipient de capacité 1000 ml et on y verse 150 ml d'eau préparé préalablement dans 2^{ème} récipient gradué, puis on malaxe soigneusement le contenu pour chasser l'air qui Y existe. Après cette opération, on détermine le volume final occupé par le mélange sable - eau.

Soit (V) ce volume.

Sachant que le volume (VJ d'eau versé est 300 ml, il serait facile de déterminer

le volume occupé par le sable seul. Volume de sable: $V_l = V - 150$ (ml)

La masse volumique absolue du sable est déterminée par la formule:

$$p = M/V_l \quad \text{Avec: } M=150g$$

III-1-1-3-2 Masse volumique apparente: NF P 18-554 :

III-1-1-3-2-1 Masse volumique apparente à l'état lâche:

C'est la masse du matériau par unité de volume y compris des vides existant entre les

© **Mode opératoire :**

On détermine la masse volumique apparente du sable à l'aide d'un entonnoir standardisé de capacité 2 à 2,5 litres.

- On remplit l'entonnoir avec du sable sec.
- On pèse le récipient vide M_1 .
- On place le récipient sous l'entonnoir à une distance de 10 à 15 cm et on le remplit avec du sable.
- Une fois le récipient est rempli, on nivelle la surface du sable et on pèse le tout. Soit M_2 ce poids.

Volume de récipient, $V_r = 1000 \text{ cm}^3$.

La masse volumique apparente du sable est donnée par la formule suivante :

$$\rho_{\text{app}} = (M_2 - M_1) / V_r$$

III-1-1-3-2-2 Masse volumique apparente à l'état compact :

C'est est la masse du matériau par unité de volume après compactage compris les vides et entre les grains.

Généralement elle est Supérieure à la masse volumique à l'état lâche.

© **Mode opératoire :**

Même méthode que celle de l'état lâche, après remplissage du récipient «après tassement» on soumet ce dernier à 30 secousses manuelles.

On complète le remplissage du récipient après le tassement du sable, puis on

nivelle ce dernier et on le pèse. Soit M_2 le poids de l'ensemble (sable + récipient), la masse volumique à l'état compact est donnée par la formule suivante :

$$\rho_C = (M_2 - M_1) / V_r$$

M_1 : Masse du récipient à vide.

M_2 : Masse du récipient plus le sable.

V_r : Volume du récipient.

III-1-1-3-3 Equivalent de sable: NF P 18-598 :

L'essai permet de mettre en évidence la proportion d'impuretés argileuses ou es contenues dans le sable et le pourcentage de poussières nuisibles et les éléments qui diminuent la qualité du béton et mortier.

© Mode opératoire :

- Tamiser une quantité de sable (masse supérieure à 500 g). Prendre une pesée de 120g.
- Remplir l'éprouvette de solution la vente jusqu'au premier repère (10cm).
 - A l'aide de l'entonnoir verser la prise d'essai (120g) dans l'éprouvette et taper fortement à plusieurs reprises avec la paume de la main à fin de chasser toutes les bulles d'air e favoriser le mouillage de l'échantillon.
- Laisser reposer pendant 10 minutes.
- Fermer l'éprouvette à l'aide du bouchon en caoutchouc et lui imprimer 90 cycles de 20cm de cours horizontale en 30 secondes à la main à l'aide d'un agitateur mécanique.
 - Retirer ensuite le bouchon, le rincer avec la solution lavente au-dessus de l'éprouvette,
- Rincer ensuite les parois de celle-ci.
 - Faire descendre le tube laveur dans l'éprouvette, le rollier entre le pouce et l'index en faisant tourner lentement le tube et l'éprouvette et en imprimant en même temps au
- Un léger piquage. Cette opération a pour but de laver le sable et de faire monter éléments fins et argileux.
 - Effectuer cette opération jusqu'à ce que la solution la vante atteigne le 2^{ème} repère.
- Laisser ensuite reposer pendant 20 minutes.

III-1-1-3-3-1 Equivalent de sable visuel (ESV):

Après 20 minutes de dépôt de sable, lire la hauteur h_l du niveau supérieure du flocculant au fond de l'éprouvette à l'aide d'une réglette.

Egalement avec la règle la hauteur h_2 comprise entre le niveau supérieur de la partie sédimentaire et le fond de l'éprouvette.

$$ESV = \frac{h_2}{h_1} \times 100 \text{ [\%]} \quad \text{Ou' :}$$

$h_2 < h_1$ Avec: h_1 : sable propre + éléments fins.

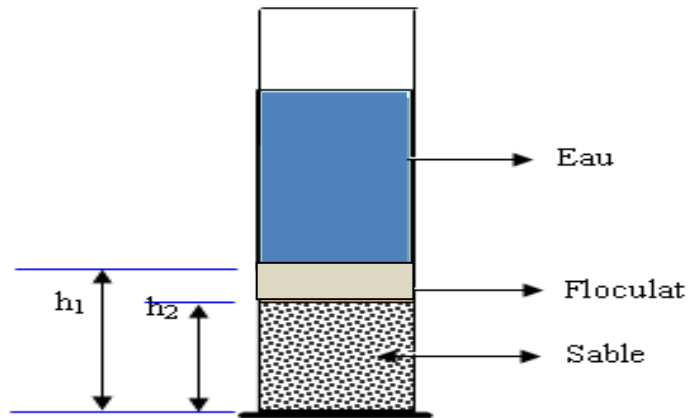


Figure III-1 : l'équivalent de sable (ESV)

III-1-1-3-3-2 Equivalent de sable avec piston (ESP):

- Introduire le piston dans l'éprouvette et laisser descendre doucement jusqu'à ce qu'il repousseur le sédiment. A cet instant bloquer le manchon du piston et sortir celui-ci de l'éprouvette.
- Introduire le réglelet dans l'encoche du piston jusqu'à ce que le zéro vienne buter
- contre la Face intérieure de la tête du piston. Soit h ; la hauteur lue et correspondant à la hauteur de la partie sédimentée.

$$ESP = \frac{h'}{h_1} \times 100 \text{ [\%]}$$

Ou h' : La hauteur du sable ($h; < h_1$)

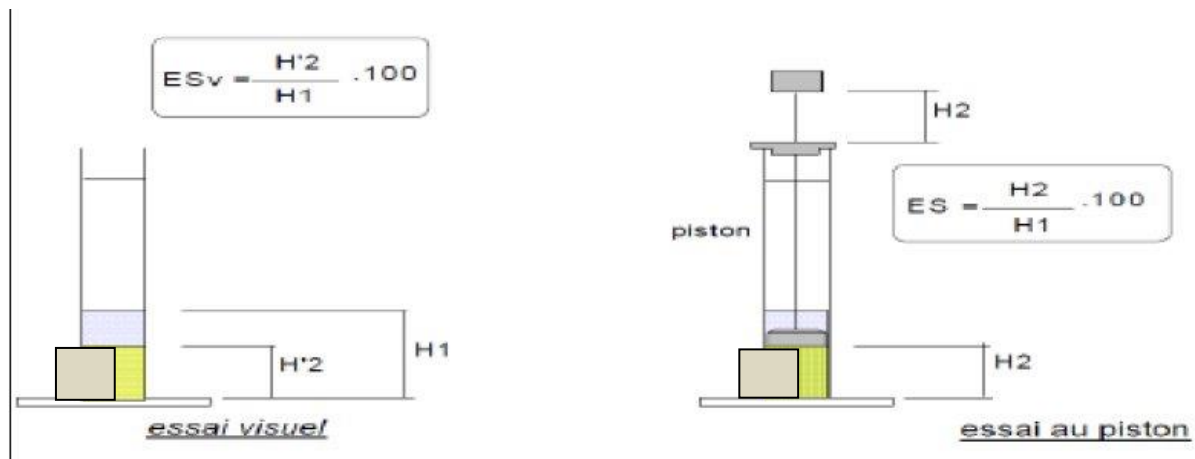


Figure III-2: Equivalents de sable avec piston et visuel

III-1-1-3-4 Analyse granulométrique: (NF P 18-560):

© Mode opératoire:

- Prélever (1,5 kg) de matériau (sable sec).
- Peser chaque tamis à vide à 1 g près, soit m_i la masse du tamis.
- Constituer une colonne de tamis propres et secs dont l'ouverture des mailles est respectivement de haut en bas : 5-2,5-1,25-0,63-0,315-0,125 et éventuellement 0,08mm. La colonne est coiffée par un fond pour recueillir les éléments passant au dernier tamis et un couvercle pour éviter la dispersion des poussières. On commence par peser les tamis ainsi que le fond.
- Verser le matériau (sable sec) sur la colonne et la fixer soigneusement sur la machine d'agitation mécanique, agité pendant 5 minutes. Arrêter l'agitateur, puis séparer avec soin les différents tamis.
- Peser chaque tamis séparément à 1 g près. Soit M_i la masse du tamis (I) + le sable. La différence entre M_i et m_i (tamis de plus grandes mailles) correspond au refus partiel RI du tamis!
- Reprendre l'opération pour le tamis immédiatement inférieur.

- Ajouter le refus obtenu sur le sixième tamis à R1, soit R2 la masse du refus cumulé du tamis 2 ($R_2 = R_1 + \text{Refus partiel sur tamis}$).
- Poursuivre l'opération avec le reste des tamis pour obtenir les Masse des différents refus cumulés R3, R4,

Le tamisât cumulé est donné par la relation suivante: $T = 100 - R_c$

Ou' :

* T: Tamisât en %

* R_c : Refus cumulés en %

Tableau III-1: Analyse granulométrique du sable

<i>Tamis(mm)</i>	<i>Refus partiel (g)</i>	<i>Refus cumulés</i>		<i>Tamisât(%)</i>
		<i>(g)</i>	<i>(%)</i>	
5	23.9	23.9	1.59	98.41
2.5	170.6	194.5	12.97	87.03
1.25	170.7	365.2	24.35	75.65
0.63	147.4	512.6	34.17	65.83
0.315	655.3	1167.9	77.86	22.4
0.125	282.4	1450.3	96.68	3,32
0.08	44.8	1495.1	99.67	0,33
Fond	4.5	1499,6	99.97	0,03

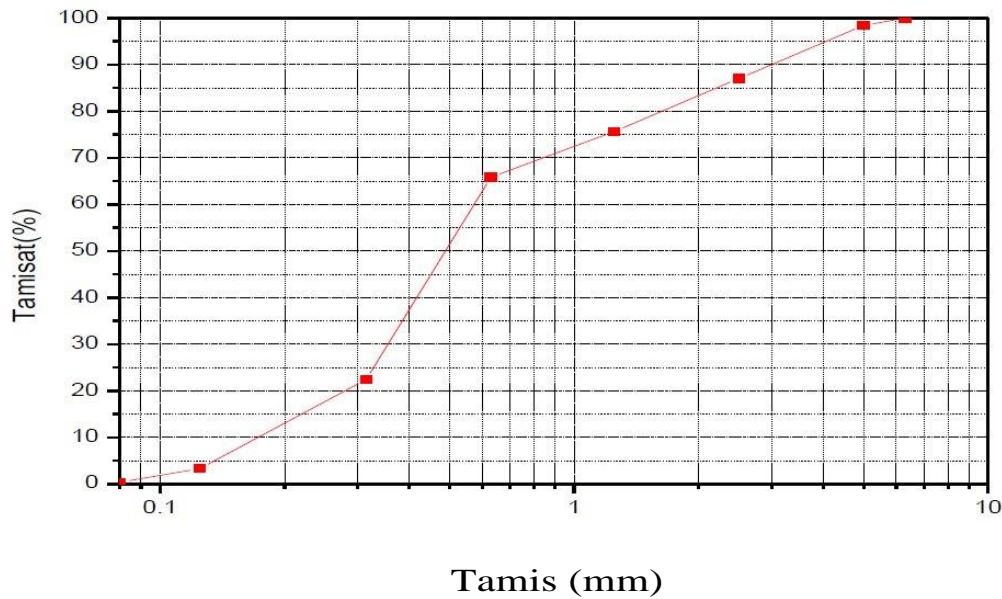


Figure III-3: Analyse granulométrique du sable.

III-1-1-3-5 Module de finesse :

C'est un facteur très important, qui nous permet de juger la grosseur du sable, par le rapport de la somme des refus cumulés des tamis de mailles :

[0.16-0.315-0.63-1.25-2.5 et 5 (mm)] sur 100 et calculé par la relation suivante:

Ou: R_c : Refus cumulé.

$$M_f = \sum \frac{R_c}{100}$$

Le sable de Boussaâda : $M_f = 2.47$

*Les normes soviétiques spécifient le M_f des sables comme suit :

-Sable gros $M_f > 2.5$

-Sable moyen $2 < M_f < 2.5$

-Sable fin $1.5 < M_f < 2$

-Sable très fin $1 < M_f < 1.5$

On se basant sur cette classification, on trouve le résultat suivant:

Pour le sable de Boussaâda : $2 < M_f < 2.5$: C'est un sable moyen

Les résultats obtenus dans cette étape sont regroupés dans les tableaux suivants :

Tableau III-2 : Caractéristiques physiques du sable

Caractéristiques		Sable	Norme
Masse spécifique (g /cm ³) (absolue)		2.54	NF P 18-555
Masse volumique apparente	Etat (g/cm ³) lâche	1.46	NF P 18-555
	Etat (g/cm ³) compact	1.66	
porosité	Etat (lâche)(%)	42.51	NF P 18-554
	Etat compact (%)	34.64	
Equivalent de sable	E.S.V (%)	71.42	NF P 18-598
	E.S.P (%)	69.61	
Teneur d'eau (%)		1.01	NF P 18-555
Degré d'absorption d'eau (%)		2.02	NF P 18-555

III-1-2 le ciment

Le ciment utilisé est CEM I-SR 3 : Ciment portland résistant aux sulfates (teneur en C3A du clinker ≤ 3 %) de type : CEM I 42.5R la classe de résistance à la compression à 28 jours est ($\geq 42.5 \leq 62.5$) CEM 42.5R est encore noté (CRS) ciment courant résistant au sulfate .

II-1-2-1 Compositions de ciment élaborés :

Dans cette étude des Compositions de ciment avec différents pourcentages d'ajout de laitier ont été utilisés :

CRSt = 450g du CRS 42.5+ 0% de laitier.

CRS20%L = 360g de CRS 42.5 + 20% de laitier.

CRS30%L = 315g de CRS 42.5 + 30% de laitier.

CRS50%L = 225g de CRS 42.5 + 50% de laitier.

CRS70%L = 135g de CRS 42.5 + 70% de laitier.

Avec des compositions chimiques indiquées le tableau III-3

Nom de l'échantillon	CRSt				
	CRS0%L	CRS20%L	CRS30%L	CRS50%	CRS70%
SiO2 (%)	21,18	23.72	25.3	30.74	34.82
Al2O3 (%)	4.32	5.54	6.16	8.13	9.41
Fe2O3 (%)	4.99	4.1	3.77	2.49	1.73
CaO (%)	61.69	59.65	58.57	56.08	53.89
MgO(%)	2.09	3.02	3.62	5.62	7.05
SO3 (%)	2.2	2.11	2.08	2.07	1.99
K2O(%)	0.47	0.48	0.46	0.45	0.44
Na2O(%)	0.1	0.1	0.11	0.12	0.13

Tableau III- 3 : composition chimique des types de ciment utilisés.

Caractéristiques	CRS
Masse volumique absolue (g/cm ³)	3.01
Masse volumique apparente (g/cm ³)	1.9
Surface spécifique (g/cm ²)	3674

Tableau III-4 : Caractéristiques physiques du ciment utilisé(CRS)

III-1-2-3 Le haut laitier de haut fourneau

Les principaux composants chimiques de ce type de laitier sont **la chaux, la silice, l'alumine et la magnésie** qui représentent 95 à 97% de la composition totale du laitier.

III- 1-3-1 Composition chimique

Le tableau : III-5 nous montre les constituants majeurs sous forme d'oxydes et les teneurs pouvant être rencontrés dans ce type de laitier. Le laitier de haut fourneau est un produit dont la composition chimique est stable dans une même usine, mais peut varier entre usines.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	So ₃	K ₂ O	Na ₂ O
Laitier	36.03	11.35	0.76	41.97	7.32	1.89	0.45	0.16

Tableau III-5: composition chimique du laitier de haut fourneau

D'un point de vue minéralogique, le laitier est caractérisé par une phase amorphe très majoritaire, de l'ordre de 90%. Pour les 10% restant, on parle alors de germes de cristallisation. Ces germes minéralogiques sont essentiellement des silicates ou des silico-aluminates de chaux (merwinite et mélilite) [Alexandre et al, 1998].

III-1-3-2 Caractéristiques du laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau vitrifié moulu, qui est utilisé dans notre étude est principalement valorisé comme **addition pour liants hydrauliques** ou **dans la fabrication de bétons, mortiers ou coulis**. Le laitier de haut fourneau granulé est également utilisé dans la **production de ciment courant de type CEM III** (jusqu'à 95% de laitier de haut fourneau).

La vitrification des laitiers leur confère des propriétés hydrauliques. Pour être réactif, le laitier doit être **vitreux**.

Le laitier se présente sous la forme d'un liquide surfondu qui conserve, du fait de la trempe, **une énergie de cristallisation non dissipée** qui lui permet **d'être hydraulique**.

Cette prise hydraulique, exothermique, se produit de façon très **progressive** et permet la formation **de produits d'hydratation solides qui constituent la prise et le durcissement** du laitier et s'accompagne **d'un développement progressif des résistances mécaniques**.

III-3-3 Réactivité hydraulique du laitier

L'**hydraulicité** du laitier doit être **stimulée** par **un activant basique** pour être **efficace rapidement** (le **laitier seul** mélangé à l'eau durcit mais la cinétique de développement des

résistances mécanique est **très lente**), alors que celle du **ciment Portland** intervient par simple addition d'eau.

Le laitier vitrifié est ainsi un matériau hydraulique latent

III-3-3-1 Facteurs influant sur l'activité d'un laitier de haut fourneau et sur son hydratation

Il faut tenir compte de plusieurs paramètres pour pouvoir évaluer la réactivité du laitier de haut fourneau.

* **La composition chimique** a un rôle important sur la réactivité du laitier. La réactivité augmente avec la teneur en chaux et en magnésie (jusqu'à 15%), mais diminue avec la teneur en silice et en oxyde de manganèse [Divet et al, 2006].

* Les calculs **d'indices de basicité** permettent d'évaluer **le caractère hydraulique** des laitiers. Ils correspondent à **la somme des constituants basiques du laitier sur la somme de ses constituants acides**. Pour **une bonne activité hydraulique**, l'indice de Basicité **CaO/SiO₂** doit être proche de **1,3** [Divet et al, 2006].

* **D'un point de vue granulométrique**, plus le laitier **est fin**, plus **la réactivité hydraulique** et **les résistances mécaniques** sont élevées.

* **a connaissance de la minéralogie du laitier**, En effet, la détermination du **taux de vitrification** est très importante **car sa structure vitreuse est riche en énergie qui n'a pas été dissipé**

* **L'hydraulicité du laitier dépend donc de sa teneur en verre ainsi que de sa structure.**

***La concentration en ions alcalins dans le milieu et la température durant les premières phases du processus d'hydratation** [Van Rompaey, 2006]

III -1- 5 l'Activant

L'activant utilisé est le l'hydroxyde de potacium (K OH) dissout dans de l'eau de concentration 1.5g/l ?, incorporé dans le mélange lors du malaxage.

III 1- 6 Eau de gâchage :

L'eau de gâchage utilisé est une eau potable fournie au laboratoire de génie civil.

Cette eau est acceptable pour la confection du mortier étudié.

On rappelle que l'eau de gâchage utilisée pour la confection du mortier doit être pure

elle ne doit pas contenir une quantité excessive de vase, de matières organiques,

sels, matières sucrées, etc.

III-2 Méthodes

Nous présentons dans cette partie les différentes méthodes d'essais utilisées.

Tout d'abord la préparation des différents corps d'épreuves, pate mortier et puis

les essais qui ont été effectués afin de comprendre leurs comportements.

III-2-1 Mortiers

III-2-1-1 Présentation

Nous avons adopté la même méthode de préparation pour tous les mortiers.

Le Proportions en masse des différents constituants sont les suivantes : une part de liant (450 g), trois parts de sable (1350 g) et une demi-part d'eau (225 g), rapport Eau/Ciment=0,5).

Les essais sont effectués dans les laboratoires de génie civile de m'silla à température de 20 ± 1 °C. Les types de mortiers qui ont été systématiquement étudiés à paramètres fixé (nature du ciment, laitier, taux d'incorporation du laitier, nature et dosage de l'activant) :

- Le mortier témoin avec ciment (CRS 0%) sans incorporation du laitier ni d'activant.
- Le mortier incorporant le ciment et l'activant à fin d'étudier s'il ya activation du ciment

- Le mortier contenant le ciment et le laitier avec les taux (20% 30% 50% et 70%) afin d’apprécier l’effet du substituant sur les propriétés d’usage.
- Le mortier incorporant le ciment le laitier et l’activant dont les propriétés obtenues sont à comparés avec les mortiers précédents.

La désignation des différents mélanges est représentée au tableau III-6

Les masses des constituants sont données dans le tableau III-7.

Mélange (ciment -x% laitier- y% activant	
	Désignations
Mélange	M
Ciment	CRS0%L , CRS20 L%, CRS30L%, CRS50L%, CRS70L% , CRS20L%a, CRS30L%a, CRS50L%a, CRS70L%a, CRS10%a ₂ ,
X%	Taux d’incorporation du laitier
Laitier	Laitier de haut fourneau
Y%	Dosage et concentration en activant
Activant	Oxyde de potacium (K OH)
Mode d’introduction de l’activant	e : dans l’eau (solution))

Tableau III-6 : Désignation des différents mélanges étudiés

Non de mortier	Masse de ciment(g)	Masse d’eau (g)	Masse de sable (g)	Masse de laitier	Masse d’activant(g)
Ciment	450	225	1350	0	Dosage selon chaque type d’activant utilisé
Ciment -X%laitier	(1-X/100).450	225	1350	(X/100).450	
Ment – y% activant	450	225	1350	0	
Ciment-X%laitier-y% activant	(1-X/100).450				

Tableau III-7 : De masse des constituants des mortiers étudiés.

III-2- 1-2 Séquence de malaxage

Les constituants anhydres sont pesés puis introduits dans le bol du malaxeur, un premier malaxage de 30 secondes à faible vitesse est effectué pour homogénéiser ces constituants Solides .

L'eau est ensuite introduite pendant 15 secondes et en maintenant le malaxeur à faible vitesse le malaxeur est arrêté pendant 1 min et 30s pour décoller du bol du malaxeur tout le mortier qui y adhère le malaxage est ensuite repris pendant 1 min et 30s à grande vitesse. Les activateurs sont ajoutés dans le solide (liant) le laitier est incorporé en substitution du ciment avec un rapport d'eau sur liant ($E/C = 0.5$) constant La séquence de malaxage adoptée n'a pas varié.

III-2-1-3 Fabrication des éprouvettes

Après le malaxage, le mortier obtenu est ensuite placé en deux couches dans le moule constitué de trois compartiments Figure III-4 permettant la réalisation de trois éprouvettes : $4\text{cm} \times 4\text{cm} \times 16\text{cm}$. La mise en place du mortier est réalisée par l'intermédiaire d'une table à chocs chaque couche subissant 60 chocs normalisés comme l'indique Figure III-5.

Ensuite les moules sont protégés par un film en plastique afin d'éviter tout échange hydrique avec l'extérieur et conservés à une température ambiante de 20°C



Figure : III-4 Moules $4\text{cm} \times 4\text{cm} \times 16\text{cm}$



Figure : III-5 :Table à choc

III-2-1-4 Conservation des éprouvettes

Le démoulage est effectué à 24 heures après le coulage, période durant la quelle toute évaporation a été évité .Les éprouvettes sont alors marquées, puis emballées dans des sacs plastiques interdisant tout départ d'eau après les avoir couvertes avec un film plastique et stockées dans une salle à température de 20°C et d'autres dans de l'eau jusqu'à l'échéance de l'essai. Pour une composition donnée, trois éprouvettes par échéance .

III-2-2 Pates

Les pates de ciment ont été utilisées pour la caractérisation microstructurale et pour éviter que les analyses soient perturbées par les granulats. Les pates de ciment étudié sont des mélanges préparés manuellement et sont composés de ciments et Les activants sont ajoutés dans

le solide (liant) le laitier est incorporé en substitution du ciment avec un rapport d'eau Sur liant ($E/C = 0.35$) constant.

Les pattes sont désignées selon le même principe que les mortiers.

III-2-3 Essais sur mortiers**III-2-3-1 La description des essais expérimentaux employés:**

Essai pour évaluation les résistances mécaniques (compression, flexion,).

Ces essais, sont réalisés sur plusieurs éprouvettes 4cm×4cm.16cm en mortier ayant des compositions différentes

Pour la détermination des résistances mécaniques (compression, flexion) Une description de cet essai est donnée ci-après.

III-2-3-1-1 Méthodes employées pour l'évaluation des résistances mécaniques:**III-2-3-1-1 -1Traction par flexion:**

Ce test a été réalisé sur des éprouvettes de mortier de dimensions 4x4x 16 cm à des âges 2, 7et 28 jours.

L'éprouvette est placée symétriquement entre les éléments de l'appareil Figure III-6 de la flexion. Deux de ces éléments servaient d'appuis, le troisième est destiné à appliquer un moment fléchissant au milieu de l'éprouvette. Après rupture de cette dernière les valeurs sont lues directement sur la règle de l'appareil d'essai ; la charge de rupture (en N), la contrainte de traction (en N/cm²) et la contrainte de flexion (en N/cm²). Les deux morceaux obtenus étaient marqués et testés en compression.

III-2-3-1-1-2 Compression:

Ce test a été donc réalisé sur les deux morceaux obtenus après rupture des éprouvettes par flexion.

L'appareil utilisé est une presse automatique Figure III- ayant une force maximale de 1500 KN et destinée à la compression de plusieurs types d'éprouvettes (cylindriques et prismatique). Les échantillons étaient placés au milieu de l'appareil, la surface de contact entre ces derniers et les plateaux de compression était environs de 16 cm². L'augmentation de la charge de compression se faisait automatiquement et la force de rupture était indiquée en KN par aiguille.

III-2-3-1-1-3 Expression des résultats:

On retient pour charge de rupture, la charge maximale enregistrée au cours de l'essai et on calcule la résistance (R) par la relation suivante:

$$R = \frac{F}{S} \quad \text{Où: } F: \text{ est la charge maximale en KN).}$$

S: est la surface de compression de l'éprouvette exprimée en millimètre carrée.

R: la résistance à la compression exprimée en MPa



Fig. III-7: presse de compression.



Fig. III-6: appareil de traction par flexion

III-2-4 Essais sur la pâte de ciment :**III-2-4-1 Essai de consistance****III-2-4-1-1 La détermination de la consistance normalisée (Norme européenne EN 196-3)**

La pâte de ciment est composée principalement de ciment (C) et d'eau (E). Soit E et C les concentrations (en masse) d'eau et de ciment pour un volume unité de pâte. Dès que l'on mélange le ciment avec l'eau, l'hydratation va commencer et les propriétés de la pâte sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée, la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée.

Mais après un certain temps les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange se raidit, on dit qu'il fait prise, et le matériau commence alors à s'apparenter plus à un solide qu'à un fluide.

- **Objectif de l'essai :**

L'essai de consistance effectué avec l'appareil de Vicat conformément à la norme 196-3, la consistance de la pâte de ciment est une caractéristique, qui évolue au cours de temps.

Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres, il faut pouvoir partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.

Le but de cet essai est de déterminer la quantité optimale d'eau de gâchage pour l'obtention d'un bon mortier

Principe de l'essai :

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement d'une aiguille cylindrique de $\varnothing = 10$ mm sous l'effet d'une charge constante (300g). L'enfoncement est d'autant plus rapide et important que la consistance est plus fluide Figure III-8

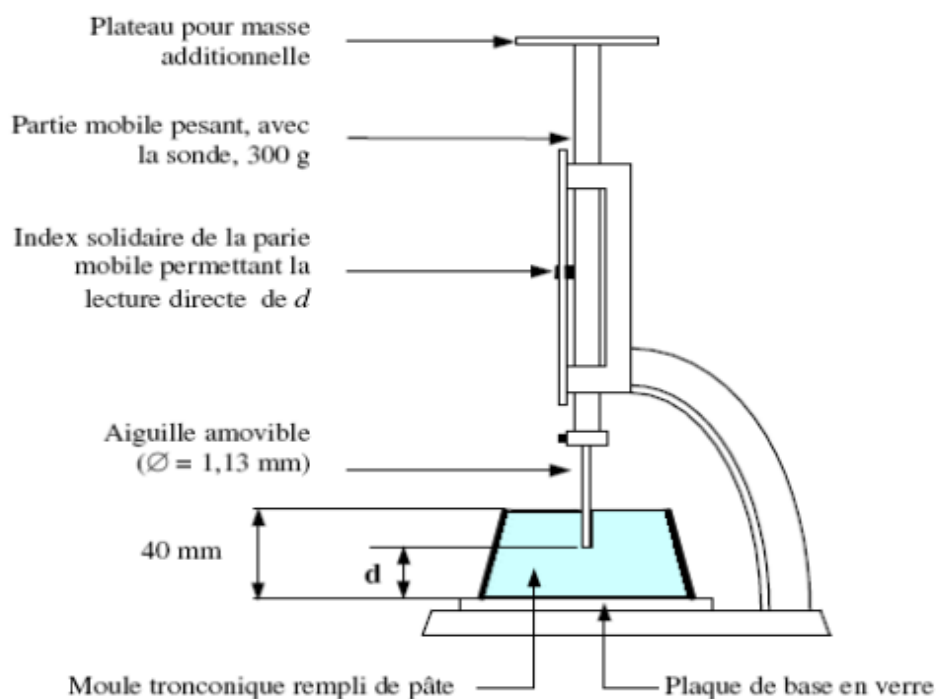


Figure III-8: Schéma d'Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance

III-2-4-2 Essai de prise:**III-2-4-2-1 La Détermination du temps de prise de la pâte du ciment**

Le temps de prise a été déterminé à l'aide de l'appareil de Vicat. L'essai consiste à mesurer le temps écoulé entre l'instant où l'on mélange le liant avec de l'eau et celui où l'aiguille de l'appareil s'arrête à 4 mm du fond de l'anneau.

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

Principe d'essai :

L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat manuel ou automatique : Figure III-9.

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

Si $d = 6\text{mm} \pm 3$ On dit que c'est le début de prise, le temps est mesuré à partir du temps 0 du début de malaxage. Si l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte vaut $d = 0.5\text{mm}$. On dit que c'est la fin de prise, alors la pâte devient un bloc rigide.

Résultats et interprétation

III - 3 Résultats et interprétation

III- 3 -1 Résultats des essais sur la pâte cimentaire

Ciment/laitier	Consistance	Début et fin de prise			Surface spécifique g/cm ²	L'ajout utilisé
	C(%)	P(mm)	Début	Fin H : min		
CRS	23	7	2 :50	3 :40	3674	/
CRS/20%	23	6	3 :10	3 :45	3653	Laitier
CRS/30%	24	5.5	3 :23	4 :05	3280	Laitier
CRS/50%	24	5.1	3 :40	4 :25	3240	Laitier
CRS/70%	25	5.2	3 :45	4 .40	3225	Laitier

Tableau III-08 : La consistance et début de prise et fin de prise

III-3-2 Variation de la masse volumique en fonction des taux en laitier

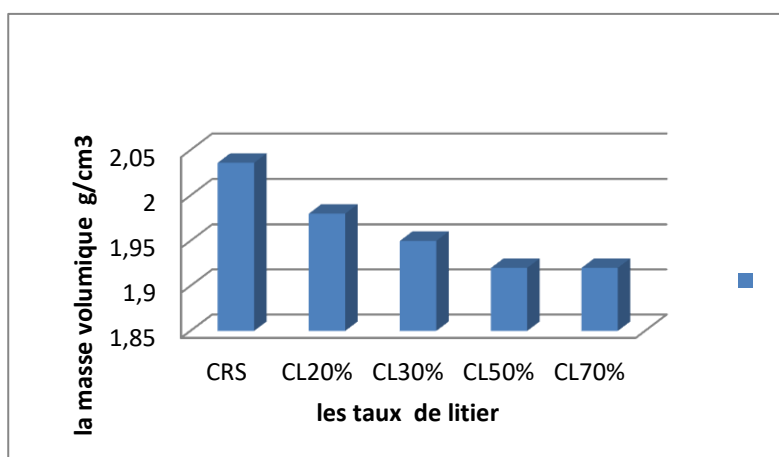


Figure III-09 : Variation de la masse volumique en fonction de la teneur en laitier.

L'augmentation de pourcentages de laitier contribue à une diminution sensible de la de la masse volumique des ciment élaboré . Celle-ci est attribuée à la substitution d'une quantité de clinker (plus dense,(avec une densité de 1.56 t/m³) par une quantité de laitier moins dense (de 1.20 t/m³).

III- 3 -3 Résultats et interprétation des essais des Résistances mécaniques sur mortier

III- 3 -3-1 Résultats des Résistances mécaniques des mortiers en fonction des milieux de conservations avec ou sans activations.

III- 3 -3-1-1 Evolution des résistance comprissions des mortiers dans l'air

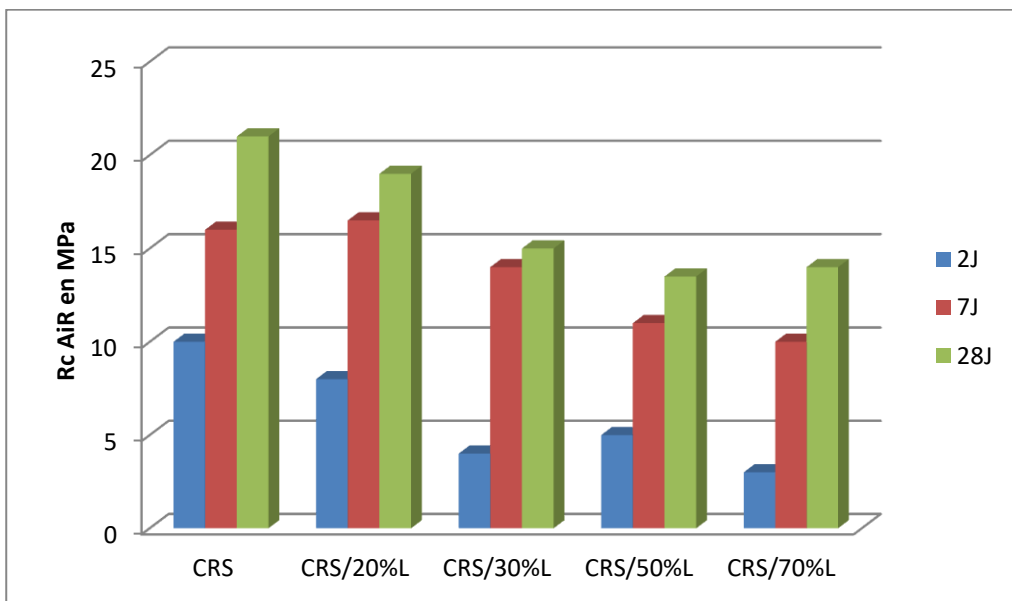


Figure III-10 : Evolution de La Résistance à la compression en (MPa) , conservation à l'air.

Les résistances de compressions au jeune âge montrent un abaissement significatif que se soit pour mortier confectionné au ciment CRS ou celle des mortiers au ciment (CRS et différent teneur en laitier)- le mortier au ciment à 20% en teneur au laitier présente une résistance à la compression à 28J proche à celle du mortier au ciment CRS.

III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers dans l'air

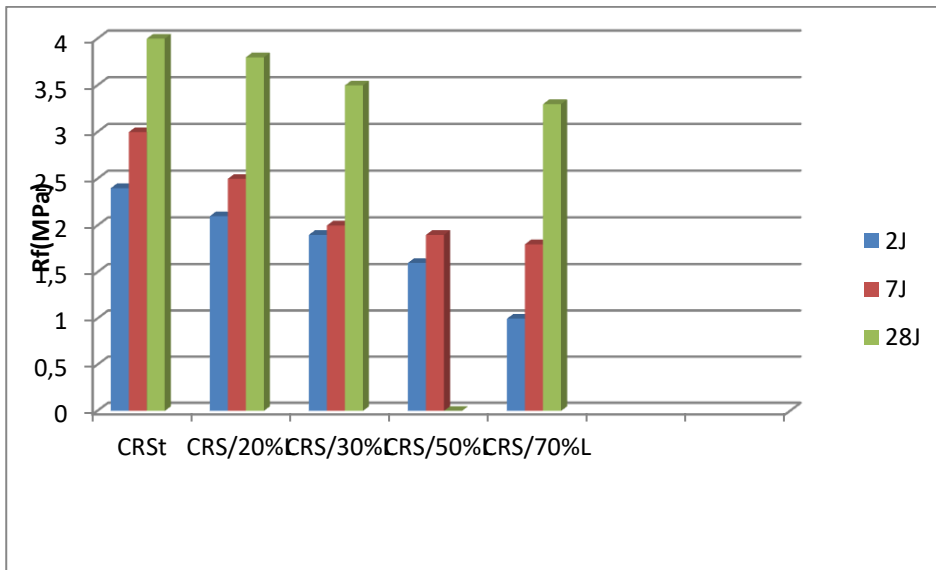


Figure III-13 : Evolution de la résistance la flexion Rf en (MPa) à conservation à l'air

Les résistances à la flexion au jeune âge (2jours) des mortiers à ciment au laitier montre une diminution avec l'augmentation du laitier ciment CRS.

Pou les résistances à la flexion à moyen et long terme des mortiers au ciment au laitier sont inferieurs à celle au ciment CRS.

III- 3 -3-1-1 Evolution des résistance compressions des mortiers dans l'eau.

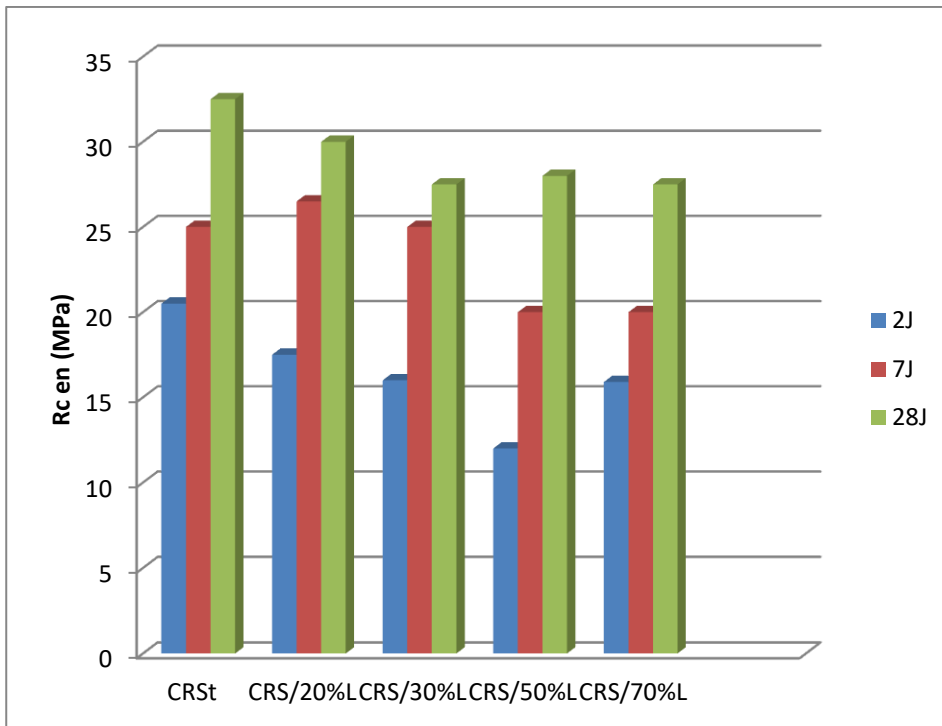


Figure III-14 : Evolution de la résistance de compression des mortiers au ciment avec ajout au laitier et activé à conservation à l'eau

La diminution des résistances à la compression au jeune âge persiste encore avec l'augmentation du taux de laitier et l'incorporation de l'activant (K OH)

Les résistances à la compression à 28J montre une légère amélioration pour le mortier au CRS20L% mais reste toujours inférieur à celle du mortier au CRSt.

III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers dans l'eau.

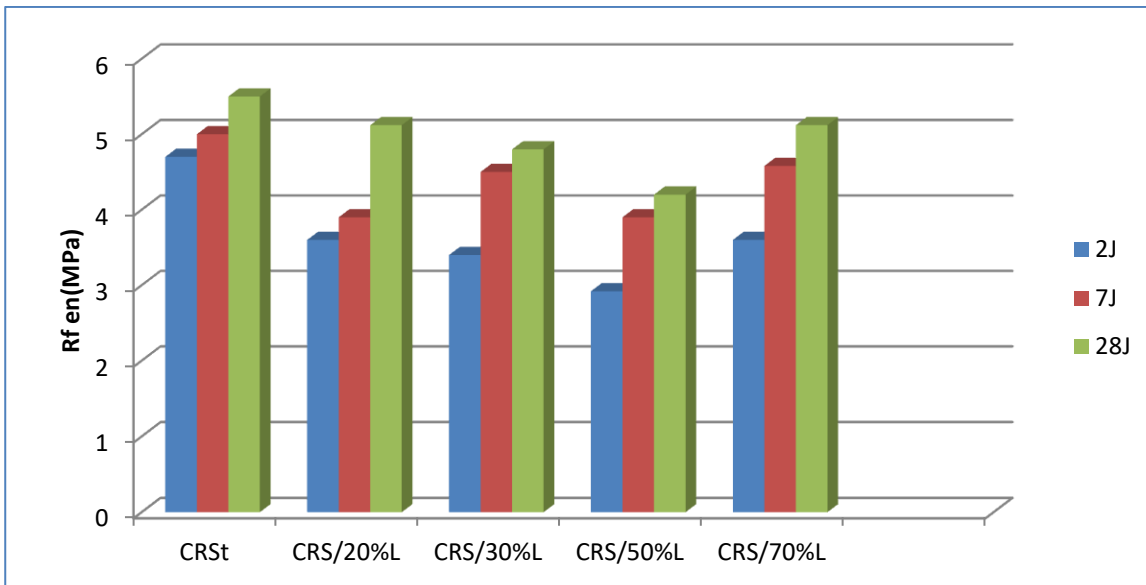


Figure III-15 : Evolution de la résistance résistance la flexion à conservation à l'eau

L'ajout progressif du laitier a affaibli les résistances à la flexion au premier âge ce la s'explique par le caractère hydraulique latent du laitier d'ou un développement de résistance mécanique long.

Pour les résistance à la flexion à long terme du mortier au ciment CRSt reste supérieure à celles des mortiers avec ciment au laitier.

III- 3 -3-1-1 Evolution des résistances compressions des mortiers activés dans l'eau.

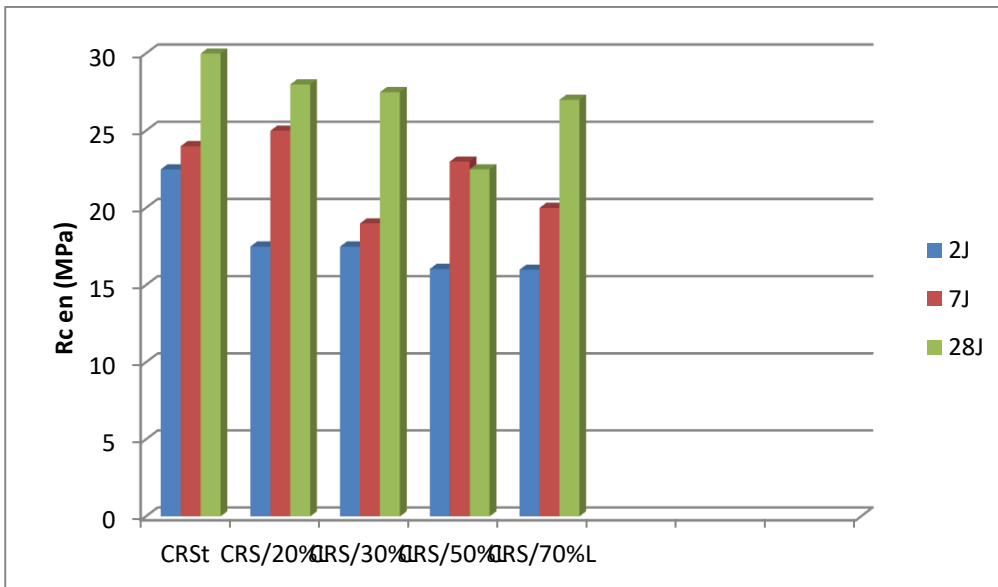


Figure III-16 : Evolution de la Résistance à la compression à conservation à l'eau
on remarque :

- Une chute remarquable des résistances au jeune âge avec l'augmentation progressive de la teneur en laitier
- Le mortier au ciment CRS20L% montre des résistances à la compression comparables à celles du mortier à ciment témoin (CRS0L%) pour les trois échéances .

III- 3 -3-1-2 Evolution des résistance flexion des mortiers activés dans l'eau.

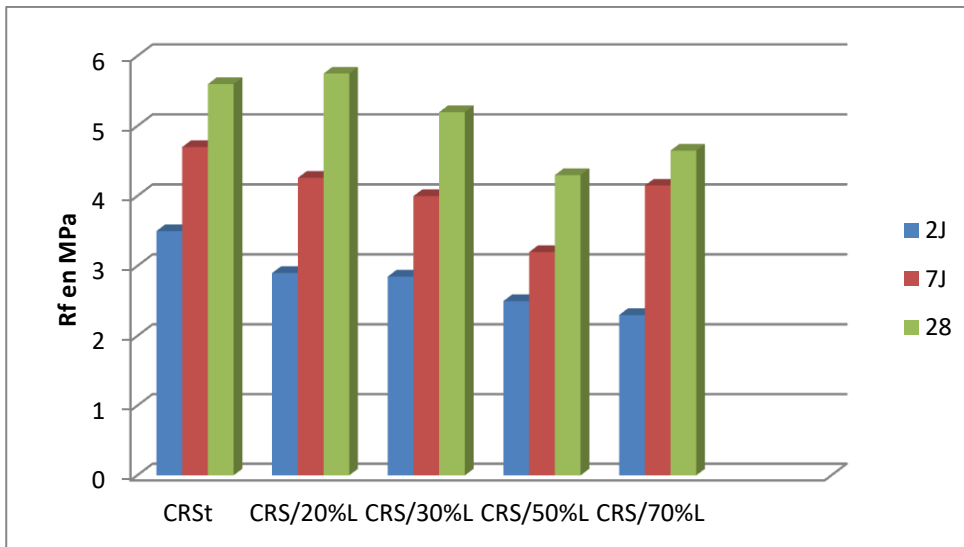


Figure III-17 : Résistance à la flexion à conservation à l'eau avec activant
L'ajout progressif du laitier a affaibli les résistances à la flexion au premier âge ce la s'explique par le caractère hydraulique latent du laitier d'ou un développement de résistance mécanique long.

Pour les résistance à la flexion à long terme du mortier au ciment CRSt reste supérieure à celles des mortiers avec ciment au laitier.

-La teneur de 20% en laitier présente la valeur optimale pour obtenir une amélioration de la résistance mécanique comparable à celle des mortiers au ciment témoin.

-L'incorporation de l'activant hydroxyde de potacium (K OH) n'a pas été efficace pour que les mortiers confectionnés au ciment avec ajouts de laitier et activé puissent montrer des améliorations significatives des résistances mécaniques.

III- 3 -3-2 Résultats des Résistances mécaniques des mortiers en fonction des taux de laitier.

III- 3 -3-2-1 Evolution des résistances comprissions pour CRS 20L%

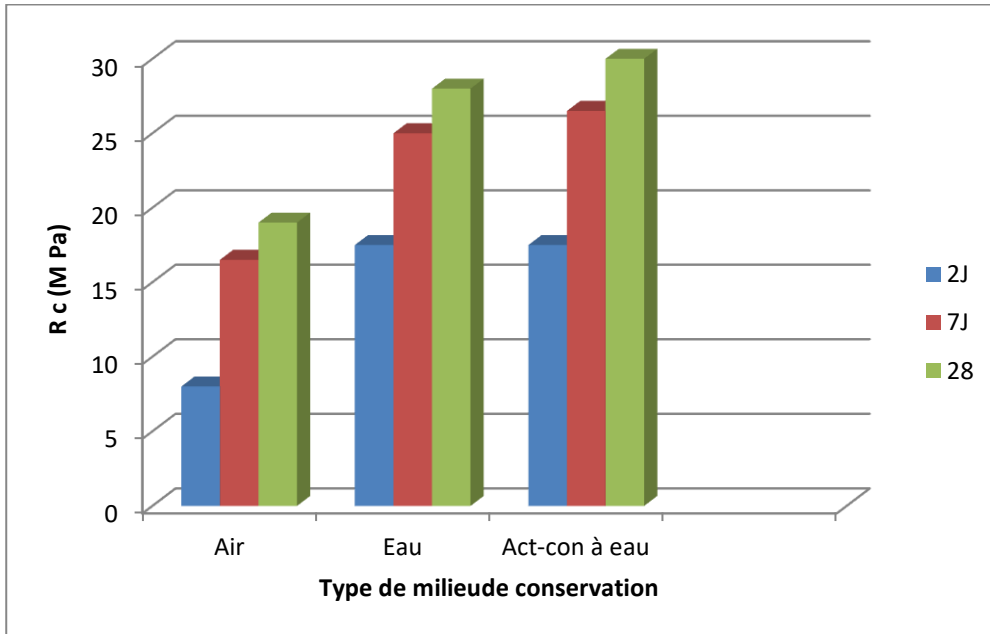


Figure III-18 : Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 20% de laitier à différent mode de conservation

L'activation du mortier au ciment CRS20L% n'a pas évoluée la résistance à la compression au jeune âge .C e la est du au caractère hydraulique latent du laitier d'où une faible cinétique de développement des résistances mécaniques initiales

Par contre à l'âge de 28 jours les mortiers au ciment CRS20L% activé présentent une amélioration nette de la résistance à la compression par rapport à celle du même mortier sans activation conservés dans de l'eau. L'ajout de 20% de laitier valeur optimale pour améliorer de la résistance mécanique.

III- 3 -3-2-2 Evolution des résistances flexion pour CRS 20L%

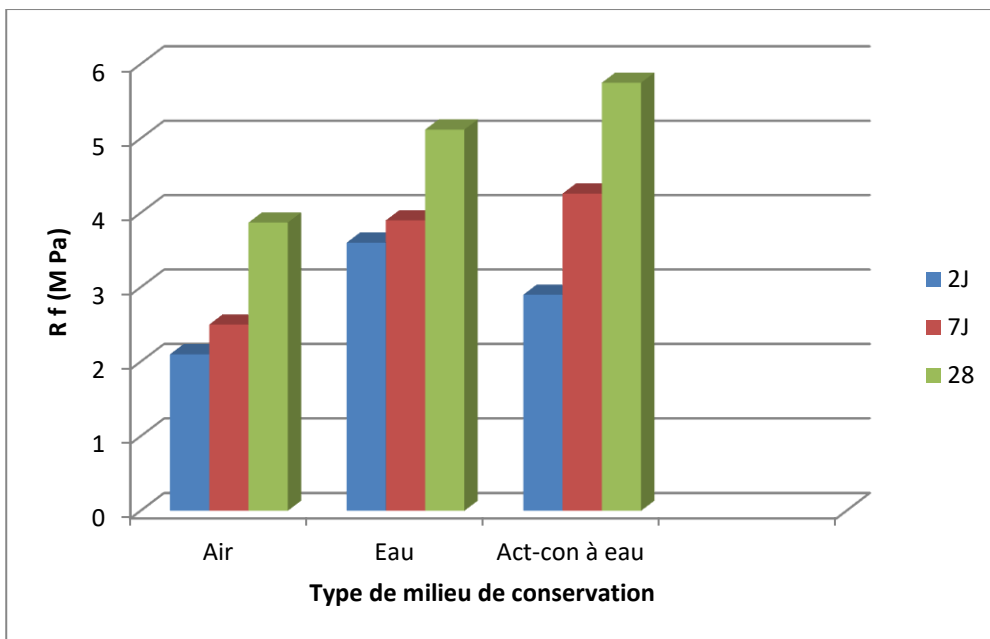


Figure III-19 : Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 20% de laitier à différent mode de conservation

Les mortiers au ciment CRS20L% présentent une amélioration continue des résistances à la flexion à différent milieux de conservations et après activation.

III- 3 -3-2-3 Evolution des résistances comprissions pour CRS 30L%

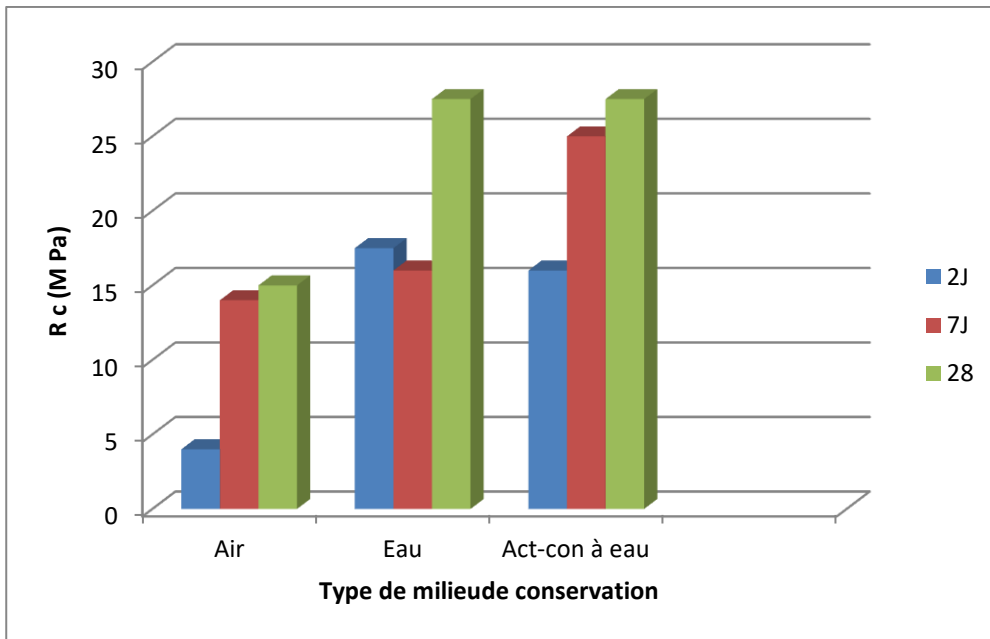


Figure III-20 : Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 30% de laitier à différent mode de conservation

Il y a une diminution de la résistance à la compression en passant du mortier au ciment CRS30L% sans activation à celui activé, pour les résistances à la compression initiales. Même pour la résistance à la compression à 28j du mortier au ciment CRS30L% activé ne montre pas d'amélioration par rapport au mortier sans activation conservés dans de l'eau.

III- 3 -3-2-4 Evolution des résistances flexion pour CRS 30L%

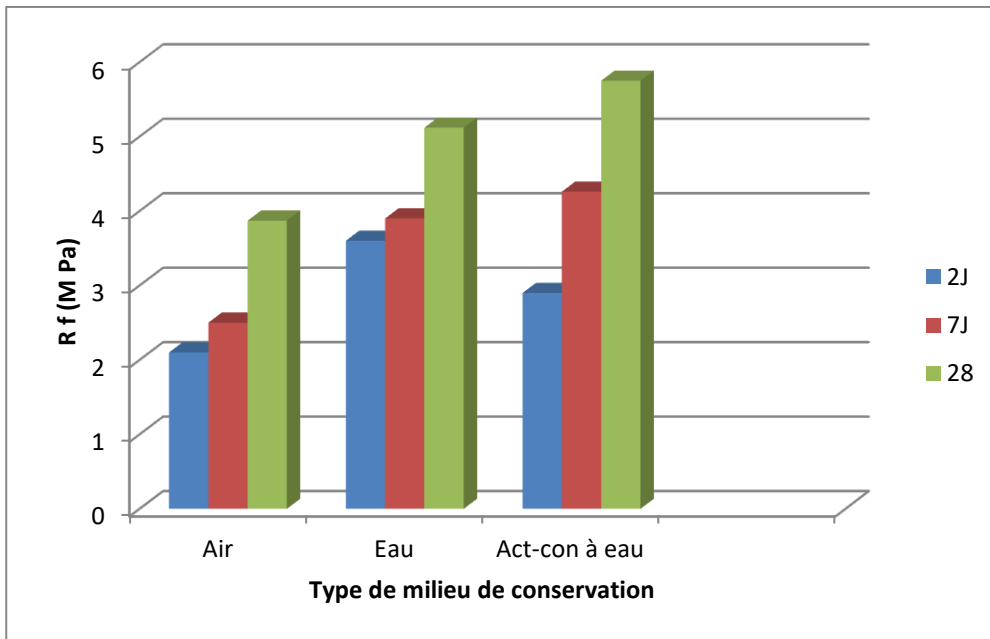


Figure III-21 : Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 30% de laitier à différent mode de conservation.

Les résistances à la flexion des mortiers au ciment CRS30L% montre une augmentation sensible pour l'âge de 28J par rapport aux mêmes mortiers non activés et conservé à l'eau.

III- 3 -3-2-5 Evolution des résistances comprissions pour CRS 50L%

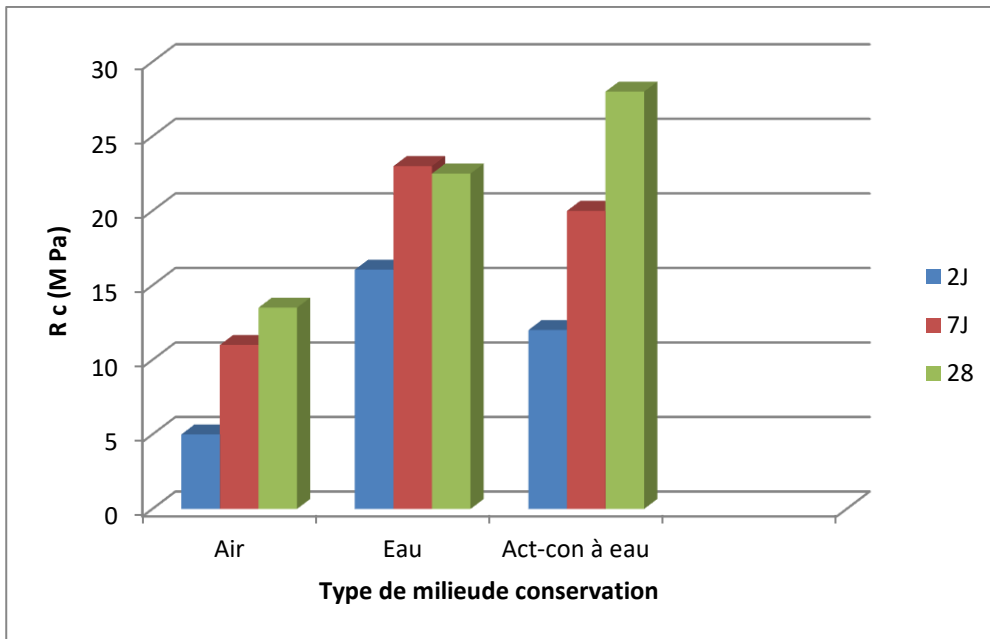


Figure III-22 : Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 50% de laitier à différent mode de conservation

Un abaissement toujours de la résistance à la compression au jeune âge du mortier au ciment CRS50L% activé par rapport au mortier sans activation conservés dans de l'eau. Amélioration significative de la résistance à la compression à 28j pour le mortier au ciment CRS50L% activé à conservation dans de l'eau.

III- 3 -3-2-6 Evolution des résistances flexion pour CRS 50L%

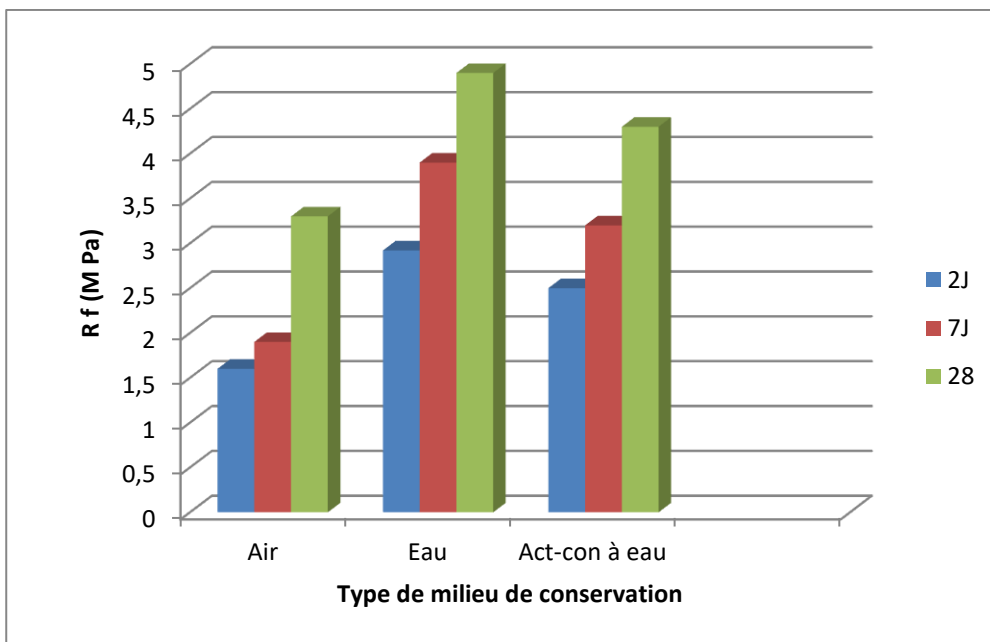


Figure III-23 : Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 50% de laitier à différent mode de conservation.

Diminution des résistances à la flexion remarquable pour les mortiers au ciment CRS50L% à conservation à l'eau après activation.

III- 3 -3-2-7 Evolution des résistances comprissions pour CRS 70L%.

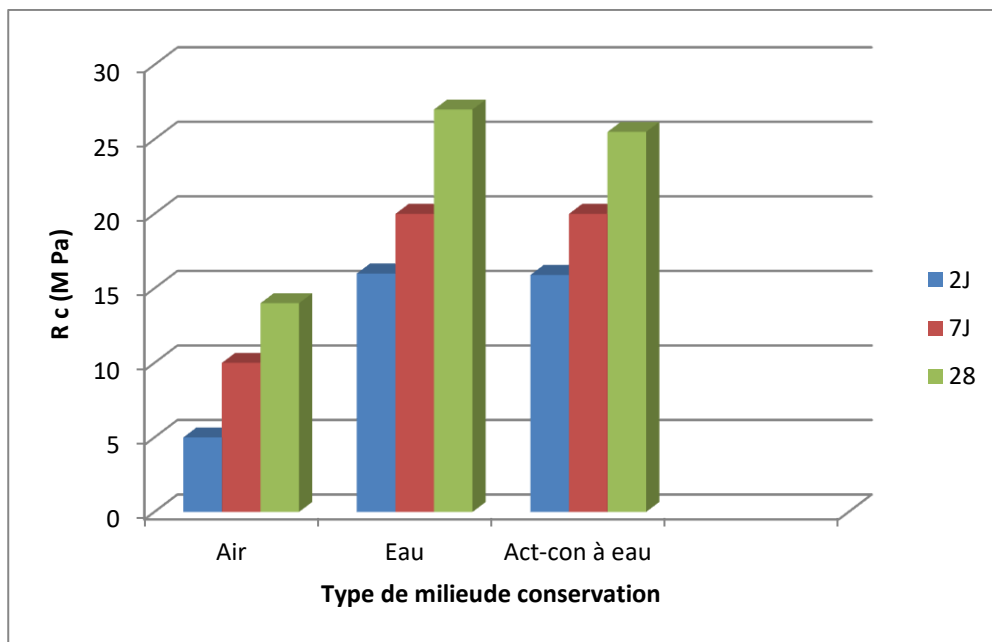


Figure III-24 : Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à 70% de laitier.

L'activation n'a pas d'effet sur la résistance la compression pour le mortier au ciment CRS70L% à court et à long terme en comparaison au même mortier nom activé et tout les deux conservés à l'eau.

III- 3 -3-2-8 Evolution des résistances flexion pour CRS 70L%

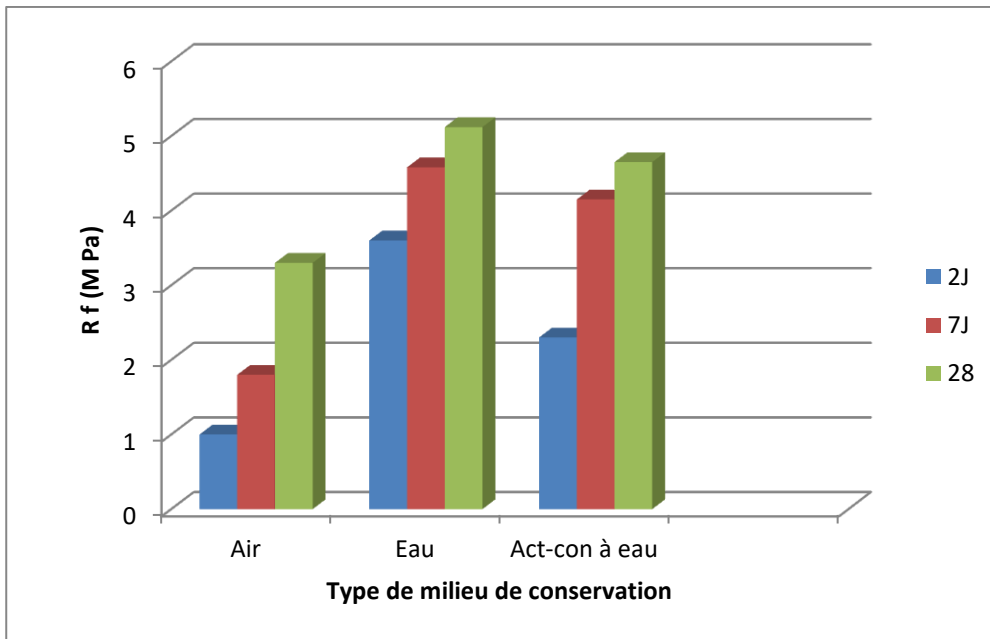


Figure III-25 : Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à 70% de laitier à différent mode de conservation.

On constate une chute des résistances à la flexion des mortiers au ciment CRS70%L à différents âges même après activation.

III- 3 -3-2-9 Evolution des résistances flexion pour CRS0L%

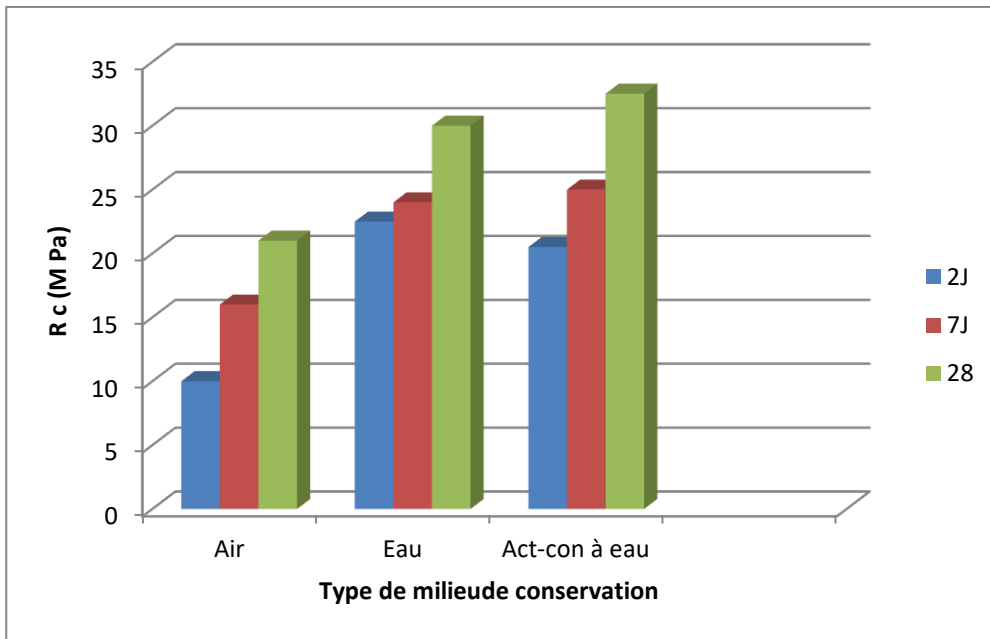


Figure III-26 : Evolution des résistances de la compression du mortier au ciment à CRS 0L% de laitier à différent mode de conservation.

Une augmentation progressive de la résistance à la compression depuis la conservation en air, à l'eau et après activation.

On n'a pas intérêt à activer CRS0L% que pour le maintient ciment témoin pour les ciments à différent taux de laitier activés.

III- 3 -3-2-10 Evolution des résistances flexion pour CRS0L%

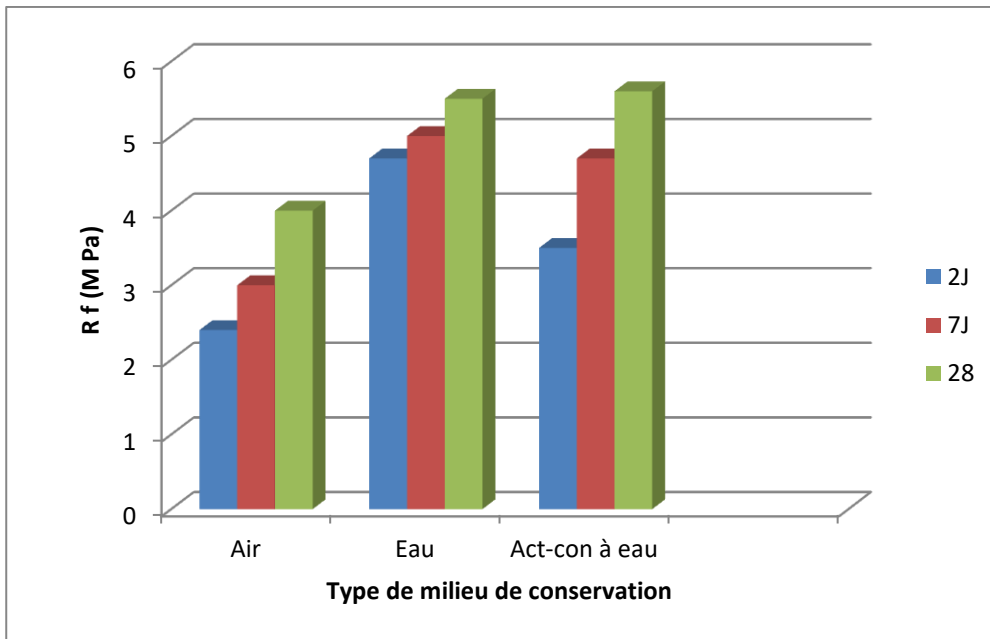


Figure III-27 : Evolution des résistances à la flexion du mortier au ciment à CRS 0 %de laitier à différent mode de conservation

Amélioration légère des résistances à la flexion des mortiers au ciment CRS 0L%.

Après activation et conservation à l'eau.

On peut conclure que

L'ajout de laitier de haut fourneau dans des mortiers peut réduire la cinétique de développement des résistances.

Ainsi, les résistances mécaniques au jeune âge (2 jours par exemple) des ciments au laitier sont en général inférieures aux ciments sans ajout,

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE

CONCLUSION :

Cette partie d'étude nous a permis de mettre en valeur l'influence de l'ajout du laitier à différents pourcentages et son activation alcaline sur le comportement physique et mécanique de la pâte de ciment, ainsi que celui du mortier.

D'après les résultats obtenus on peut tirer les conclusions suivantes :

-L'addition progressive du laitier de (20%,30%,50%, et 70% (de la masse de ciment) se traduit par une diminution de la quantité d'eau.

-Les temps de début et de fin de prise augmentent proportionnellement avec l'augmentation de la quantité d'ajout de laitier, cela s'explique par le fait que la réaction chimique est retardée à court terme. Ce qui veut dire aussi que la cinétique d'hydratation du liant devient de plus en plus lente en fonction de l'augmentation de la quantité du laitier ajouté. Par conséquent les cristaux de CSH (élément responsable du phénomène de durcissement de la pâte) existent uniquement en faible quantité aux très jeunes âges.

-La vitesse de durcissement est lente jusqu'à 7 jours et rapide entre l'âge de 7 à 28 jours.

-Cette augmentation est plus importante pour le mortier activé chimiquement que pour le mortier sans activant, l'utilisation des alcalis caustiques KOH améliore nettement le délai de prise.

Les ciments du laitier (activé par la solution basique), montrent une meilleure résistance dans le milieu nocif, ce comportement est principalement attribué à leur faible teneur en chaux (Ca(OH)_2) qui est souvent responsable des dégâts dans les bétons.

L'activation chimique influe directement sur la résistance mécanique, cela est dû à la présence d'un Ph supérieur ou égal à 12 qui favorise la dissolution des constituants du ciment

D'autre part et du côté du comportement mécanique on a constaté que :

- l'incorporation progressive à différents teneurs en laitier entraîne une chute remarquable des résistances mécaniques au jeune âge.

-L'augmentation en teneur du laitier de 50% et 70% et plus affecte considérablement la résistance mécanique à court et long terme.

- La diminution significative de résistance mécanique au jeune âge et faible à long terme avec l'augmentation progressive en teneur de laitier s'explique par le fait que l'incorporation du laitier dans le ciment entraîne systématiquement une diminution de la quantité du clinker c'est à dire réduction des minéraux C3S et C2S. Ces derniers, sont les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances à court et à moyen terme.

-Le recours à l'activation alcaline n'a pas améliorée considérablement les résistances mécaniques à moyen et long terme et les mortiers confectionnés avec ciment au laitier activé n'ont pas montré des Performances souhaitées (comparables à celles des mortiers avec ciment témoin).

II / Perspective

Cette étude a permis de proposer une solution à la chute des résistances mécaniques à court terme des mortiers contenant du laitier. Certains aspects nécessiteraient néanmoins d'être approfondis plus en détails.

- L'étude devrait être poussée jusqu'aux bétons, afin de vérifier la pertinence de l'utilisation deactivant alcalin(K OH) dans le ciment contenant 20L%des matériaux qui seront réellement fabriqués.

- L'hydratation du ciment au laitier est très lente aux premiers âges, même après son activation alcaline,Il pourrait être efficace d'utiliser un composant alcalin assez puissanttel que le verre soluble dont l'utilisation favorise l'hydratation des composants dulaitier, et le développement des résistances initiales).

- Le travail effectuée n'a concerne qu'un seul activant alcalin utiliseindividuellement (avec plus d'activant le résultat pourrait être plus nette)

Il pourrait être pertinent de tester d'autres méthodes d'activation chimique (Le laitier convertisseur (sous produit de la fabrication de l'acier) .

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE

CONCLUSION

Cette partie d'étude nous a permis de mettre en valeur l'influence de l'ajout du laitier à différents pourcentages et son activation alcaline sur le comportement physique et mécanique de la pâte de ciment, ainsi que celui du mortier.

D'après les résultats obtenus on peut tirer les conclusions suivantes :

- L'addition progressive du laitier de (20%,30%,50%, et 70% (de la masse de ciment)se traduit par une diminution de la quantité d'eau.
- Les temps de début et de fin de prise augmentent proportionnellementavec l'augmentation de la quantité d'ajout de laitier, cela s'explique par le fait que la réaction chimique est retardée à court terme. Ce qui veut dire aussi que la cinétique d'hydratation du liant devient de plus en plus lente en fonction de l'augmentation de la quantité du laitier ajouté.Par conséquent les cristaux de CSH (élément responsable du phénomène de durcissement de la pâte) existent uniquement en faible quantité aux très jeunes âges.
- La vitesse de durcissement est lente jusqu'à 7 jours et rapide entre l'âge de 7 à 28 jours.
- Cette augmentation est plus importante pour le mortier activé chimiquement que pour le mortier sans activant, l'utilisation des alcalis caustiques KOH améliore nettement le délai de prise.

Les ciments du laitier (activé par la solutionbasique), montrent une meilleure résistance dans le milieu nocif, ce comportement est principalementattribué à leur faible teneur en chaux (Ca(OH)_2) qui est souvent responsable des dégâts dansles bétons.

L'activation chimique influe directement sur la résistance mécanique, cela est dû à la présence d'un Ph supérieur ou égal à 12 qui favorise la dissolution des constituants du ciment

D'autre part et du cote comportement mécanique on a constaté que :

- l'incorporation progressive à différentes teneurs en laitier entraîne une chute remarquable des résistances mécaniques au jeune âge.
- L'augmentation en teneur du laitier de 50% et 70% et plus affecte considérablement la résistance mécaniques à court et long terme.
- La diminution significative de résistance mécanique au jeune âge et faible à long terme avec l'augmentation progressive en teneur de laitier s'explique par le fait que l'incorporation du laitier dans le ciment entraine systématiquement une diminution de la quantité du clinker c'est à dire réduction des minéraux C3S et C2S. Ces derniers, sont les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances à court et à moyen terme.

-Le recourt à l'activation alcaline n'a pas améliorée considérablement les résistances mécaniques à moyen et long terme et les mortiers confectionnés avec ciment au laitier activé n'ont pas montré des Performances souhaitées (comparables à celles des mortiers avec ciment témoin).

II / Perspective

Cette étude a permis de proposer une solution à la chute des résistances mécaniques à court terme des mortiers contenant du laitier. Certains aspects nécessiteraient néanmoins d'être approfondis plus en détails.

- L'étude devrait être poussée jusqu'aux bétons, afin de vérifier la pertinence de l'utilisation de l'activant alcalin (KOH) dans le ciment contenant 20L% des matériaux qui seront réellement fabriqués.

- L'hydratation du ciment au laitier est très lente aux premiers âges, même après son activation alcaline, Il pourrait être efficace d'utiliser un composant alcalin assez puissant tel que le verre soluble dont l'utilisation favorise l'hydratation des composants du laitier, et le développement des résistances initiales).

- Le travail effectué n'a concerné qu'un seul activant alcalin utilisé individuellement (avec plus d'activant le résultat pourrait être plus net)

Il pourrait être pertinent de tester d'autres méthodes d'activation chimique (Le laitier convertisseur (sous produit de la fabrication de l'acier) ainsi et à titre d'exemple.

BIBLIOGRAPHIE

[1] : Clément Houzé THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE' UNIVERSITE' PARIS-EST «Etude de la valorisation des laitiers de l'industrie sidérurgique et de production alliages slicomanganése».

[2] : Fatima SAIDAT THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE' UNIVERSITE' DE TOULOUSE «Activation chimique du métakoulin dans une matrice cimentaire».

[3] : A.KOMAR TECHNIQUE SOVIETIQUE «Matériaux et élément de construction».

[4] : GEORGES DREUX, JEAN FESTA « nouveau de béton et ses constituants, édition Eyrolles / 1998, pp, 8 :20»

[5] : ADAM.NEVILLE «PROPRIETES DES BETONS, Eyrolles ».

[6] : KEDJOU NASR-EDDINE«PROPRIETES ET PATHOLOGIE DU BETON».

[7] : A .BOUGARA ,K. EZZIANE ET A. HALLAL « ETUDE DE L'ACTIVATION DE LAITIER d'ELHadjar PAR DES SOLUION ALCALINES» UNIVERSITE DE CHLEF.

[8] : A. NACERIE ET L. MESSOUDANE UNIVERSITE 'DE M'SILA.

« EFFET DE L'ACTIVATION MECANIQUE DU LAITIER DE HAUT FOURNEAU SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU MORTIER »

[9] : Z. BEN GHAZI, L. ZEGHICHI UNIVERSITE 'DE M'SILA «LE CIMENT AU LAITIER SANS CLINKE (ACTIVATION MIXTE) » .

[10] : CHAPITRE 2 « LE CIMENT AU LAITIER ACTIVE' : LIANT PROMETEUR» : INTER NET.

[11] : CHAPITRE 5 « L'ETUDE DU DE LAITIER ACTIVE» INTER NET.

[12] : A .BENCHEIKH « CONTRIBUTION à LA CARACTERISATION D'UN CIMENT A' BASE DE LAITIER +5%D E CALCAIRE » MASTER UNIVERSITE 'DE M'SILA 2014/2015 .

[13] : PLISKIN « la fabrication du ciment »- Edition Eyrolles -217p paris 1993.

[14] : BOUDRAA .M« chouiter a caractéristique physico –mécaniques d’un ciment confectionnée à base de laitier un ingénieur d’état université de M’sila 2012 p 37 ».

[15] : TECHNO –BETON « bullerai technique publier par association béton octb 1988 et 2005 ».

[16] : NOUIDER .M « influence e d’eau de gâchage sur la résistance mécanique d’un mortier à sable des dunes master hydraulique urbain université kasdi merbah Ourgla 2011».

[17] : M.VENUAT « la pratique des ciments .mortiers et béton Tome 1 – caractéristique des liants et des bétons .mise en œuvre des coulis et mortiers » édition 2 –collection moniteur -277p 1989.

[18] : BARRON J SAUTEREY .R « le béton hydraulique bullerai des laboratoire des ponts et chaussées paris p 559 ».

[19] : KIRAN POKKULURI « effect of admixture , chlorisdes, and moisture on dielectricproperties of portland cementconcrete in the lowmicrowavefrequency range » master Virginia university 210 octobre 1998.