

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE**
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE : TECHNOLOGIE

*DEPARTEMENT : GENIE
CIVIL*



DOMAINE : TECHNOLOGIE

FILIERE : GENIE CIVIL

SPECIALITE : MATERIAUX

*Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique
Par: MAANANE NAFISSA*

Intitulé

**Effet de l'activation chimique et mécanique sur les
ciments fabriqués en Algérie, aux moyens de plan
d'expérience**

Soutenu devant le jury composé de:

Nom et prénom	Grade	Qualité	Etablissement
Pr. RAHMOUNI Z	Prof	Président	Université de M'sila
Dr. BELAGRAA L	MCA	Rapporteur	Université de M'sila
Pr. BEDDAR M	Prof	Co-rapporteur	Université de M'sila
Dr. CHICOUCHE A	MCB	Examineur 1	Université de M'sila
Dr DJEBRI N	MCB	Examineur 2	Université de M'sila

Année universitaire : 2017/2018

REMERCIEMENTS :

Je tiens dans un premier temps à remercier DIEU tout puissant de m'avoir donné la chance et le privilège d'étudier et de

m'avoir permis d'en arriver là. Ainsi que mes parents qui m'ont toujours encouragé et soutenu durant toute la durée de mes études.

J'adresse mes vifs remerciements à mon encadreur :

Mr. BELAGRAA LAARBI ; pour avoir accepté de m'encadrer et qui s'est toujours montré à l'écoute et très disponible tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'il a bien voulu me consacrer

J'adresse aussi mes vifs remerciements aux membres des jurys pour avoir bien voulu examiner et jurer ce travail.

J'adresse mes remerciements à tous les responsables du laboratoire ZOUBIR FARID OUSSAMA qui ont toujours été disponibles pour me faciliter la recherche et m'encourager.

MAANANE NAFISSA

DEDICACES :

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin,

Ma mère qui a été à mes côtés et m'a soutenu durant toute ma vie, et

Mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis que dieu le tout puissant les protègent et les gardent .

A mes chers frères MARWEN et ISLAM et aussi a mon cœur MiMi et

a tout mes amis mes collègues de classe génie civil master II

a tous ce qui m'ont aidé de pré ou de loin

MAANANE NAFISSA.

RESUME :

Les principales qualités recherchées pour un mortier sont généralement : la forte compacité, une bonne étanchéité ou imperméabilité, une meilleure résistance mécanique et la durabilité à long terme. Les différentes méthodes d'accélération de prise et de durcissement du mortier ainsi que les caractéristiques souhaitées ont une grande importance quant à l'usage des mortiers et leurs emploi dans les différentes applications en génie civil.

Ce travail est une contribution à l'amélioration des propriétés des mortiers frais et durci par différentes techniques d'activation (chimique). Les propriétés des mortiers activés chimiquement en utilisant des solutions alcalines (KOH et Na OH) à des dosages de 0, 2 et 4 %. Ainsi, les ciments ont subi une activation mécanique par broyage jusqu'à une finesse élevée de 4000,4500 et 5000 cm^2/gr . Egalement, trois types de sables ont été employés un sable normalisé et deux sable de dune (Oued souf et Boussaâda) pour l'accomplissement du programme expérimental. Une analyse factorielle des résultats en utilisant la méthode de plan d'expériences (JMP) a fait l'objet de cette étude.

Les propriétés telles que la réponse mécanique (résistance à la flexion et à la compression) sont étudiées et comparées avec celles des mortiers témoins (durcissant dans les conditions normales).

Les résultats obtenus ont montré l'effet bénéfique des deux modes d'activation (chimique et mécanique) principalement, une amélioration est constatée sur la réponse mécanique (résistance à la compression) au jeune âge et à long terme.

Mots clés : mortier, activation chimique, activation mécanique, durcissement , résistance.

الملخص:

عادة ما تكون الصفات الرئيسية المطلوبة للمواد الاسمنتية هي: قدرة التحمل العالي، وقلة النفاذية، قوة ميكانيكية أفضل وديمومة جيدة. توجد الطرق المختلفة لتسريع وضع وتصلب المواد الاسمنتية وكذلك تحسين الخصائص المرغوبة لها والتي تكتسي أهمية كبيرة فيما يتعلق باستخدام المواد الاسمنتية واستخدامها في التطبيقات المختلفة في الهندسة المدنية.

هذا العمل هو مساهمة في تحسين خصائص المواد الاسمنتية في الحالة الطازجة و الصلبة وتقويتها بواسطة تقنيات التنشيط المختلفة (الكيميائية). خصائص المنشطة كيميائياً باستخدام المحاليل الكيميائية (هيدروكسيد الصوديوم و هيدروكسيد البوتاسيوم) بجرعات مختلفة 0 و 2 و 4٪. بالإضافة الى ذلك، خضعت الأسمنت للتفعيل الميكانيكي من خلال الطحن إلى دقة عالية 4000، 4500 و 5000 سم²/غ، خلال هذه الدراسة استخدمت ثلاثة أنواع من الرمل (الرمل المعيارى، ورمال كثبان من منطقتي واد سوف و بوسعادة).

تحليل العوامل للنتائج المحصلة باستعمال طريقة مخطط التجارب JMP اعتمدته الدراسة.

تتم دراسة خصائص مثل الاستجابة الميكانيكية ومقارنتها بمكونات المواد الإسمنتية (تصلب في الظروف العادية). وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها تأثير مفيد من اثنين من أساليب التنشيط (الكيميائية والميكانيكية) في المقام الأول، لوحظ تحسن على الاستجابة الميكانيكية (قوة الضغط) في سن مبكرة وطويلة الأجل.

الكلمات المفتاحية: المواد الإسمنتية، التنشيط الكيميائي، التنشيط الميكانيكي، المقاومة.

ABSTRACT:

The main qualities sought for a mortar are usually; the high compactness, good sealing or impermeability, better mechanical strength and long-term durability. The different methods of accelerating setting and hardening of the mortar as well as the desired characteristics are of great importance with regard to the use of mortars and their use in the different applications in civil engineering.

This work is a contribution to improving the properties of fresh and hardened mortars by different activation techniques (chemical). The properties of chemically activated mortars using alkaline solutions (KOH and NaOH) at dosages of 0, 2 and 4%. Thus, mechanical activation of the cement by grinding at a high fineness of 4000.4500 and 5000 cm²/gr has been performed. Also, three types of sand were used standardized sand and two dune sands (Oued Souf and Boussaâda) for the completion of the experimental program. A factoriel analysis of obtained results using the plan of experience JPM method has been the subject of the study.

Properties such as mechanical response (flexural and compressive strength) were investigated and compared with those of control mortars (hardening under normal conditions).

The results obtained showed the beneficial effect of the two modes of activation (chemical and mechanical) mainly, an improvement is noted on the mechanical response (compressive strength) at young age and long term.

Key words: mortar, chemical activation, mechanical activation, hardening; resistance.

TABLE DES MATIERES :

RESUME :	1
:الملخص.....	5
ABSTRACT:.....	3
TABLE DES MATIERES :	7
Liste des figures :	10
Liste des tableaux :	11
INTRODUCTION :	1
PROBLEMATIQUE ET OBJECTIF:.....	1
Chapitre I Le ciment :	4
I.1 Introduction :	4
I.2 Types de ciment :	4
I.3 Fabrication du ciment portland :	4
I.2.1 Fabrication par voie humide :	5
I.2.2 Fabrication par Voie sèche :	6
I.3 Hydratation d'un ciment portland :	6
I.3.1 Composition d'un ciment portland :	6
I.3.1.1 Silicate tricalcique (C_3S) :	7
I.3.1.2 Silicate bicalcique (C_2S) :	8
I.3.1.3 Aluminate tricalcique (C_3A) :	8
I.3.1.4 Aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) :	8
I.3.2 Les composés mineurs :	9
I.3.2.1 Hydratation de C_3A :	10
I.3.2.2 Hydratation de C_4AF :	11
I.3.2.3 Hydratation en présence des additions minérales :	12
Chapitre II Activation du ciment :	14
II.1 Méthodes d'activation du ciment avec ajout mineral :	14
II.2 Différentes méthodes d'activation :	15
II.2.1 Activation mécanique :	15
II.2.2 Activation thermique :	15
II.2.3 Activation chimique :	15
II.3 Comparaison entre les différents types d'activation :	16

Chapitre III Plan d'expérience :	18
III.1 Définition :	19
III.2 Domaine experimental :	20
III.3 Types de plan d'expériences :	20
III.3.2 Plans fractionnaires :	21
III.3 Méthode des surfaces de reponse :	21
III.4 Analyse de la variance :	22
Chapitre IV Caractérisation des matériaux utilisés:	24
Introduction :	24
VI.1 Ciments :	24
VI.2 Activant :	24
VI.3 Sable :	24
VI.3.1 Le sable normalisé :	25
VI.3.1.1 Caractéristique du sable normalisé :	25
VI.3.1.2 Controle de la composition granulométrique :	25
VI.3.2 Sable de dune :	26
VI.3.2.1 Caractéristiques physiques du sable de dune de Oued souf :	26
VI.3.2.2 Caractéristiques physiques du sable de dune de Boussaâda :	27
VI.4 Eau :	29
VI.5 La confection de mortier:	30
VI.5.1 Présentation :	30
VI.5.2 Séquence de malaxage :	30
VI.5.3 Fabrication des éprouvettes :	31
VI.5.4 Conservation des éprouvettes :	31
VI.5.5 Essais sur mortiers :	32
VI.5.5.1 Essai de consistance :	32
VI.5.5.2 Essai de prise :	32
VI.5.5.3 Les essais sur le mortier durci :	33
VI.5.5.3.1 Les essais de la résistance mécanique :	33
VI.5.5.3.2 La résistance à la flexion NORME (EN 196-1):	34
VI.5.5.3.3 La résistance à la compression NORME (EN 196-1):	35
CHAPITRE V Résultats et discussion:	39
Introduction :	39

V.1 Effet de type de sable :	39
V.1.1 la résistance à la compression :	39
V.1.2 la résistance à la flexion :	41
V.2 Modélisation de comportement mécanique pour les ciments active chimiquement et mécaniquement :	44
V.2.1 Effet de NaOH :	44
V.2.1.1 Matrice d'expérience :	44
V.2.1.2 Modélisation de la résistance en compression :	46
V.2.1.3 Modélisation de la Résistance mécanique à la flexion :	48
V.3.1 Effet de KOH :	50
V.3.1.1 Matrice d'expérience :	50
V.3.1.1 Modélisation de la résistance en compression :	51
V.3.1.2 Modélisation de la résistance en flexion :	53
V.4 Effet de de l'interaction NaOH et KOH :	56
V.4.1 Matrice d'expériences :	56
V4.1.1 Modélisation de la résistance en compression :	57
V.4.1.2 Modélisation de la résistance en flexion :	58
Conclusion générale :	61
Références bibliographiques:	65

Liste des figures :

Figure I. 1 Image de la précipitation des C-S-H et des cristaux de portlandite (lamelles hexagonales) obtenue en microscopie à balayage $G = \times 1010$ [[Moudilou 2000]].	10
Figure I. 2 Image des cristaux d'ettringite obtenue en microscopie à balayage [Moudilou 2000].	11
Figure II. 1 Les différentes méthodes d'activation selon Shin [Shin, 2001].	14
Figure III. 1 Domaine d'étude d'un plan.	20
Figure IV. 1 Sable normalisé laboratoire de LAFARGE M'silla.	25
Figure IV. 2 Malaxeur automatique de mortier	30
Figure IV. 3 Eprouvette prismatique 4x4x16	30
Figure IV. 4 Table vibrante	31
Figure IV. 5 Conservation des éprouvettes dans l'eau.	31
Figure IV. 6 L'appareil de Vicat.	33
Figure IV. 7 Appareil de compression et de flexion des mortiers.	34
Figure IV. 8 Principe de la flexion sur prisme.	34
Figure IV. 9 Essai de flexion.	35
Figure IV. 10 Le principe de l'essai à la compression du mortier.	36
Figure IV. 11 Eprouvette testée en compression.	36
Figure V. 1 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant sable de Oued souf.	39
Figure V. 2 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant avec un sable de Boussaâda.	40
Figure V. 3 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant pour le sable normalisé	41
Figure V. 4 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable de Oued souf	42
Figure V. 5 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable de Boussaâda.	42
Figure V. 6 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable normalisé	43
Figure V. 7 Evolution de la résistance en compression a (7,14et 28 jours)	45
Figure V.8 Evolution de la résistance en flexion a (7,14et 28 jours)	45
Figure V. 9 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	46
Figure V. 10 L'évolution des résistances résiduelles a la compression en fonction de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment.	47
Figure V. 11 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	48
Figure V. 12 L'évolution des résistances résiduelles a la flexion en fonction de de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment.	49
Figure V. 13 Evolution de la résistance en compression a (7,14et 28 jours)	50
Figure V. 14 Evolution de la résistance en flexion a (7,14et 28 jours)	51
Figure V. 15 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	51

Figure V. 16 L'évolution des résistances a la compression en fonction de de pourcentage de KOH et la finesse de ciment.....	53
Figure V. 17 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.....	53
Figure V. 18 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de de pourcentage de KOH et la finesse de ciment	55
Figure V. 19 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues	57
Figure V. 20 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues	58
Liste des tableaux	

Tableau IV. 1 Types des différents ciments utilisés CEM II B/ 42,5	24
Tableau IV. 2 composition granulométrique du sable normalisé	25
Tableau IV. 3 Masse volumique absolue du sable de dune de oued souf	26
Tableau IV. 4 Masse volumique apparente de sable de dune à l'état lâche.	26
Tableau IV. 5 Masse volumique apparente de sable de dune à l'état compact	26
Tableau IV. 6 Equivalent du sable de dune de oued souf.....	27
Tableau IV. 7 L'analyse granulométrique de sable de dune de oued souf	27
Tableau IV. 8 Masse volumique absolue du sable de Boussaâda.....	27
Tableau IV. 9 Masse volumique apparente du sable de Boussaâda à l'état lâche.	28
Tableau IV. 10 Masse volumique apparente du sable à l'état compact.....	28
Tableau IV. 11 Equivalent du sable(sable de Boussaâda).....	28
Tableau IV. 12 Analyse granulométrique du sable (sable de Boussaâda).....	29
Tableau IV. 13 Propriétés des mortiers étudiés à l'état frais.....	33

Tableau V. 1 La matrice d'expériences.....	44
Tableau V. 2 Résumé de l'ajustement.....	46
Tableau V. 3 Estimations des coefficients triés.....	46
Tableau V. 4 Résumé de l'ajustement.....	48
Tableau V. 5 Estimation des coefficients triés.	49
Tableau V. 6 Matrice d'expériences.....	50
Tableau V. 7 Résumé de l'ajustement.....	52
Tableau V. 8 Estimation des coefficients triés	52
Tableau V. 9 Résumé de l'ajustement.....	54
Tableau V. 10 Estimation des coefficients triés	54
Tableau V. 11 Matrice d'expériences.....	56
Tableau V. 12 Résumé de l'ajustement.....	57
Tableau V. 13 Estimation des coefficients triés	57
Tableau V. 14 Résumé de l'ajustement.....	59
Tableau V. 15 Estimation des coefficients triés	59

INTRODUCTION

INTRODUCTION :

CONTEXTE :

Lorsque le ciment Portland est mélangé avec de l'eau, il se produit plusieurs réactions chimiques, ces réactions font intervenir les différents constituants du ciment hydrates. Le ciment avec ajout minéral se distingue par un durcissement ralenti à sa période initiale en comparaison avec un ciment Portland ordinaire sans ajout. Cette propriété latente du ciment avec ajout minéral, nécessite l'emploi d'un bon activant, chimique, mécanique ou thermique.

PROBLEMATIQUE ET OBJECTIF:

Est d'activer un ciment CEMII 42.5/B selon 2 méthodes :

1- Activation chimique en utilisant des solutions alcalines (NaOH, KOH) à des dosages de 0, 2 et 4 %.

2 – Activation mécanique par broyage de ciment jusqu'à une finesse élevée de 4000,4500 et 5000 cm^2/gr

Trois types de sable ont été utilisés pour réaliser le programme expérimental : un sable normalisé certifié CEN, EN 196-1, un sable de dune qui provient de Oued Maïter de Boussaâda et un sable de dune ramené de Oued Souf du sud algérien.

La finalité de ce travail est de voir l'effet d'activant sur le développement de la résistance des mortiers confectionnés à partir de trois types de sables à jeune âge et à moyen terme ; ainsi, d'évaluer l'effet combiné d'activation chimique et mécanique.

Une meilleure lecture des résultats obtenus en utilisant la méthode de plans d'expérience JMP dans l'analyse et l'interprétation des résultats du dit programme expérimental a fait l'objet de notre sujet d'étude.

STRUCTURE DE MEMOIRE:

Le premier chapitre de ce travail est destiné à l'étude bibliographique (Généralités sur les ciments)

INTRODUCTION

Le deuxième chapitre : Nous présenterons les activations des ciments

Le troisième chapitre : est consacré à la partie expérimentation (formulation des mélanges préparés, caractérisation des matériaux utilisés et une présentation de la méthode de plans d'expérience (JMP) utilisée)

Le quatrième chapitre : présente les résultats expérimentaux obtenus et les discussions et interprétations et conclusions tirées lors de cette étude.

Le cinquième chapitre : Regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leurs interprétations avec les conclusions tirées à l'issue de cette discussion.

Ce mémoire se terminera par une conclusion récapitulant les principaux résultats de cette recherche et dégagera les perspectives à ce travail.

CHAPITRE I

I. Le ciment :

I.1 Introduction :

Cette partie porte sur les constituants du ciment portland, leurs caractéristiques chimiques ainsi que leurs évolutions au cours de l'hydratation. Grâce à la simplicité de sa technologie, le ciment portland est le matériau le plus utilisé dans le domaine de la construction [Aitcin, 1995]. On peut théoriquement fabriquer du ciment Portland à partir de matériaux renfermant de la chaux, de la silice, de l'alumine et du fer. Quel que soit son lieu de fabrication, le ciment Portland possède toujours, à quelques exceptions près, la même composition.

Cependant, cette simplicité apparente cache une série de réactions chimiques très complexe que l'on ne sait pas toujours expliquer de façon précise. On peut donc dire que les produits à base de ciment Portland sont le fruit d'une technologie simple et d'une science complexe.

I.2 Types de ciment :

Il existe différents types de ciment selon leur composition,

- * Ciment Portland (CEM I) : Il contient au moins 95 % de clinker et au plus 5 % de constituants secondaires.
- * Ciment Portland compose (CEM II/A ou B) : Il contient au moins 65 % de clinker et au plus 20% (A) 35 % (B) d'autres constituants : laitier de haut fourneau, fumée de silice (limitée à 10 %), pouzzolane naturelle, cendres volantes, calcaires, constituants secondaires.
- * Ciment de haut fourneau (CEM III/A, B ou C) : Il contient entre 36 et 95 % de laitier et 5 à 64 % de clinker.
- * Ciment au laitier et aux cendres (CEM V/A ou B) : Il contient de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de cendres volantes et de 18 à 50 % de laitier.
- * Ciment de type pouzzolanique (CEM IV /A ou B) : Avant l'introduction de la NF EN 197-1, il était connu sous l'appellation CPZ.

I.3 Fabrication du ciment portland :

On distingue deux types de la fabrication

I.2.1 Fabrication par voie humide :

Cette voie est utilisée depuis longtemps. C'est le procédé le plus ancien, le plus simple mais qui demande le plus d'énergie.

Dans ce procédé, le calcaire et l'argile sont mélangés et broyés finement avec l'eau de façon, à constituer une pâte assez liquide (28 à 42% d'eau). On brasse énergiquement cette pâte dans de grands bassins de 8 à 10 m de diamètre, dans lesquels tourne un manège de herses.

La pâte est ensuite stockée dans de grands bassins de plusieurs milliers de mètres cubes, ou elle est continuellement malaxée et donc homogénéisée. Ce mélange est appelé le cru. Les analyses chimiques permettent de contrôler la composition de cette pâte, et d'apporter les corrections nécessaires avant sa cuisson.

La pâte est ensuite envoyée à l'entrée d'un four tournant, chauffe à son extrémité par une flamme intérieure. Un four rotatif légèrement incliné et constitué d'un cylindre d'acier dont la longueur peut atteindre 200 mètres. On distingue à l'intérieur du four plusieurs zones, dont les 3 zones principales sont :

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

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

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

De toutes façons, quel que soit la méthode de fabrication, à la sortie du four, on a un même clinker qui est encore chaud d'environ 600-1200 °C. Il faut broyer celui-ci très finement et très régulièrement avec environ 5% de gypse CaSO_4 afin de «régulariser» la prise.

Le broyage est une opération délicate et coûteuse, non seulement parce que le clinker est un matériau dur, mais aussi parce que même les meilleurs broyeurs ont des rendements énergétiques déplorables.

Les broyeurs à boulets sont de grands cylindres disposés presque horizontalement, Remplis à moitié de boulets d'acier et que l'on fait tourner rapidement autour de leur axe (20t/mn) et le ciment atteint une température élevée (160°C), ce qui nécessite

l'arrosage extérieur des broyeurs. On introduit le clinker avec un certain pourcentage de gypse en partie haute et on récupère la poudre en partie basse.

Dans le broyage a circuit ouvert, le clinker ne passe qu'une fois dans le broyage.

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

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

I.2.2 Fabrication par Voie sèche :

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

Les fours sont constitués de deux parties:

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

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

I.3 Hydratation d'un ciment portland :

I.3.1 Composition d'un ciment portland :

Avant de décrire les mécanismes de l'hydratation du ciment il semble nécessaire de faire un rappel sur la nature et la composition du ciment le plus couramment utilisé.

Le ciment Portland est un liant hydraulique obtenu de la cuisson d'un mélange principalement composé de calcaire et d'argile. Ces matériaux doivent contenir

respectivement des proportions appropriées de chaux (provenant de la pierre calcaire) et de fer, de silice et d'alumine (apportés par l'argile) **[Kosmatkas, 1991]**. Les matières premières sélectionnées sont broyées, moulues et dosées pour obtenir un mélange de composition chimique donnée. Le procédé de fabrication employé est sec ou humide ; dans le procédé par voie sèche, le broyage, l'homogénéisation et le chargement du four se font avec des matériaux secs, alors que dans le procédé par voie humide, de l'eau est ajoutée et les mêmes opérations sont faites sur une pâte liquide. Après homogénéisation, les matières premières broyées sont introduites dans la partie supérieure d'un four. Dans la partie inférieure du four, la température est maintenue à environ **1450 °C** pour transformer chimiquement la matière première en clinker de ciment. Le clinker est ensuite refroidi et réduit en poudre. Au cours de cette opération, on ajoute une faible quantité de gypse (moins de 5%) afin de régulariser le temps de prise du ciment **[Baron, 1997] ; [Verbeck, 1968]**. Le produit pulvérisé ainsi obtenu constitue le ciment Portland. Le diamètre des particules de ciment est compris entre **1 et 80 µm** et elles ont une surface spécifique mesurée avec l'appareil Blaine, de près de **300 m²/kg** **[Malhotrav, 1987]**, et une densité de l'ordre de **3,15**.

Les ciments Portland sont normalement constitués à 95% de leur masse de quatre composants principaux qui sont :

I.3.1.1 Silicate tricalcique (C₃S) :

Cette phase constitue le composé principal du ciment (50 à 70%). Les cimentiers la désignent par le mot « alite » qui est une forme impure de C₃S. En effet, le C₃S contient soit en substitution des ions Ca ou Si, soit en insertion dans le réseau cristallin des traces de Mg, Al et Fe. Ces impuretés améliorent généralement la réactivité du ciment. La teneur en impureté du C₃S dépend, entre autres, de la nature des matières premières, de la température de cuisson et de mode de refroidissement du clinker. Il est bon de souligner que l'alite confère essentiellement sa résistance au ciment, en particulier à court terme .

I.3.1.2 Silicate bicalcique (C_2S) :

Le C_2S constitue entre 15 et 30% du ciment Portland. Les cimentiers le désignent par « bélite » qui est une forme impure de C_2S . Dans le C_2S , on retrouve, en plus du potassium, les mêmes ions étrangers que dans le C_3S , mais ils y sont en plus grande quantité. La bélite fournit au ciment sa résistance à long terme. Il existe au moins quatre variétés polymorphiques de C_2S (α , α' , β , γ) et leur domaine de stabilité est différent selon le chauffage et le refroidissement. La forme β est celle que l'on rencontre le plus souvent dans les clinkers industriels. Lors d'un refroidissement lent, la forme β peut se transformer en γ qui n'a aucune propriété hydraulique. Contrairement au C_3S , les propriétés hydrauliques du C_2S varient considérablement selon la variété polymorphique.

I.3.1.3 Aluminat tricalcique (C_3A) :

Le C_3A , qui représente de 5 à 10% de la composition du ciment Portland, est la phase du clinker dont la vitesse de réaction initiale est la plus importante. Dans les clinkers, la présence d'alcalis (surtout le sodium) modifie la symétrie cristalline du C_3A . Ainsi, selon la quantité totale d'alcalis dissous dans le réseau cristallin, le C_3A peut être cubique, orthorhombique ou monoclinique. Généralement dans le ciment, le C_3A est toutefois un mélange des formes cubique et orthorhombique, mais rarement monoclinique. Le C_3A orthorhombique stabilisé par la présence de sodium est moins réactif que le C_3A cubique.

I.3.1.4 Alimino-ferrite tétracalcique (C_4AF) :

Le C_4AF représente entre 5 et 10% de la composition du ciment Portland. Les formes C_6A_2F et C_4AF sont les plus couramment rencontrées dans le ciment. La réactivité de l'alumino-ferrite tétracalcique dans l'eau est modérée et elle augmente avec la teneur en alumine.

Les phases C_3A et C_4AF sont liquides à la température de formation du clinker, et elles constituent au cours du refroidissement, une phase interstitielle qui cristallise entre les cristaux de C_3S et C_2S .

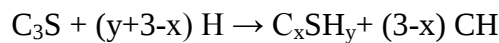
I.3.2 Les composés mineurs :

Comme il a été dit précédemment, aucune des phases principales du clinker ne se trouve à l'état pur. La présence d'impuretés dans le clinker (MgO, sulfates alcalins, CaO₂) joue un rôle important sur les propriétés hydrauliques du ciment. Ces composés mineurs proviennent généralement des matières premières, du combustible et parfois des réfractaires ou des équipements.

I.3.2.1 Hydratation du C₃S et du C₂S :

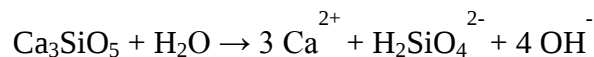
Elle produit des silicates de calcium hydratés notés C-S-H et de la portlandite [Barret ,1979] ; [Barret, 1986].

La réaction complète est la suivante :

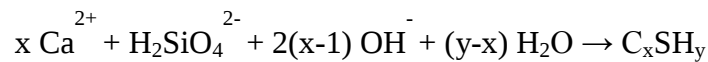


Elle peut être décomposée en trois étapes :

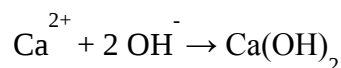
- 1) Dissolution congruente des grains de C₃S ayant subi une hydroxylation superficielle



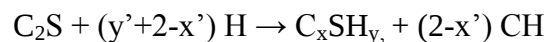
- 2) Précipitation des ions silicates précipitent lorsqu'ils atteignent la sursaturation pour former des silicates de calcium hydratés de stœchiométrie variable. La dissolution du C₃S se poursuit simultanément



- 3) Précipitation des ions calcium sous forme de portlandite simultanément aux deux autres réactions.



L'hydratation du C₂S aboutit aux mêmes produits mais avec des cinétiques différentes. Il existe cinq polymorphes du silicate bicalcique (ou bélite à pression ordinaire), mais seul le β-C₂S possède des propriétés hydrauliques significatives.



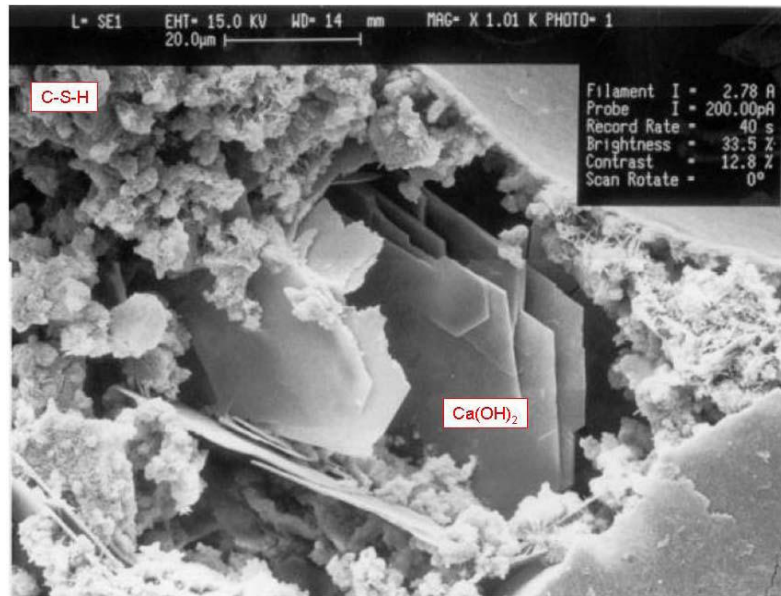
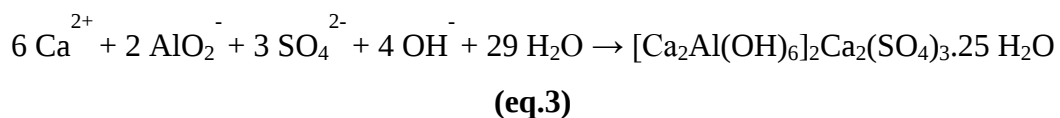
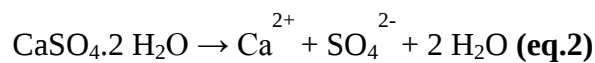
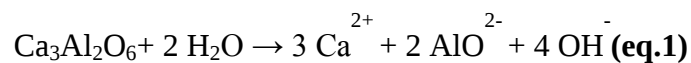


Figure I. 1 Image de la précipitation des C-S-H et des cristaux de portlandite (lamelles hexagonales) obtenue en microscopie à balayage G = x 1010 [[Moudilou, 2000]].

I.3.2.1 Hydratation de C₃A :

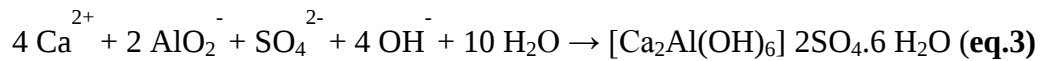
L'hydratation du C₃A, naturellement très réactif, dans le ciment, est contrôlée par l'ajout de sulfate de calcium sous forme de gypse (CaSO₄.2 H₂O), d'hémihydrate (CaSO₄.½ H₂O) ou d'anhydrite (CaSO₄) [Baron, 1997] ; [Verbeck, 1968]. Les réactions se déroulent selon la séquence suivante :

- 1) Période initiale de dissolution rapide du C₃A (eq.1) et du gypse (eq.2). Les ions se recombinent instantanément pour former des cristaux d'ettringite ou trisulfoaluminate de calcium hydraté (TSA), de notation cimentière (C₃A.3CS.H₃₂), composé apparaissant sous forme d'aiguilles très fines (eq.3).



- 2) Au bout de 10 à 24 heures, l'épuisement du gypse, généralement en défaut par rapport au C₃A (la formation d'ettringite consomme 3 moles de sulfate de calcium pour une mole de C₃A), fait chuter la concentration en ions sulfate. La solution devient sous-saturée par rapport à l'ettringite, qui est dissoute partiellement et qui

forme avec le C_3A excédentaire du monosulfoaluminate de calcium hydraté [Regoud, 1986], de notation cimentière ($C_3A.CS.H_{12}$)



A long terme, la composition en aluminates de la pâte de ciment dépend des proportions relatives de gypse et C_3A . Les ciments portland contiennent 8 à 12 % de C_3A et 5 % de gypse, soit un rapport molaire de 0,8 qui correspond théoriquement à un mélange de monosulfoaluminate de calcium hydraté et de C_3AH_6 issu de la réaction d'hydratation du C_3A seul, dont la réaction-bilan s'écrit : $C_3A + 6 H \rightarrow C_3AH_6$. Cependant, l'analyse par diffraction des rayons X de pâtes de ciments courants hydratés, montrent généralement que la phase alumineuse majoritaire est l'ettringite.

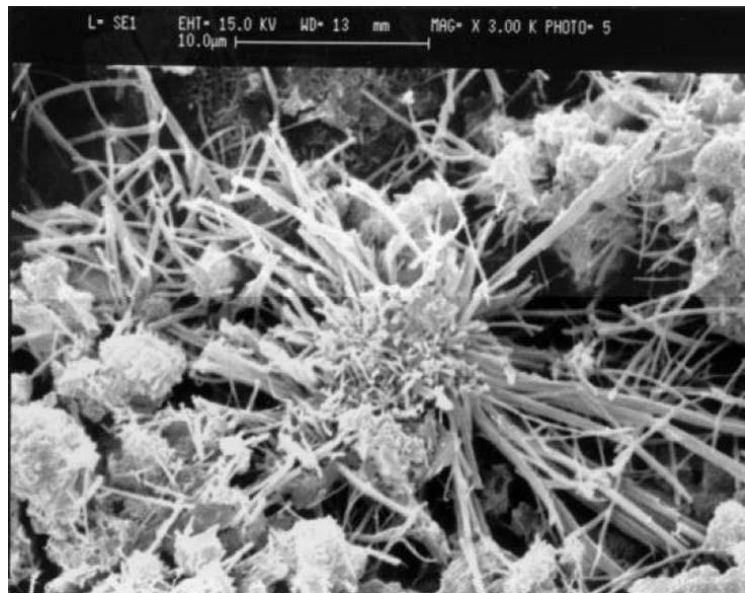


Figure I. 2 Image des cristaux d'ettringite obtenue en microscopie à balayage [Moudilou, 2000]

I.3.2.2 Hydratation de C_4AF :

L'hydratation du C_4AF est semblable à celle du C_3A mais la vitesse de réaction est plus lente et les hydrates formés contiennent du Fe_2O_3 [Moudilou, 2000] . Les produits de réactions sont les mêmes que ceux issus du C_3A en substituant aux aluminates des alumino-ferrites. En présence de sulfate de calcium, les phases hydratées sont $C_3(A,F) 3CS.H_{32}$, $C_3(A,F) 3CS.H_{12}$, et $C_3(A,F) H_6$.

I.3.2.3 Hydratation en présence des additions minérales :

Les additions minérales d'un ciment sont dites « *pouzzolaniques* » quand elles consomment l'hydroxyde de calcium de la pâte de ciment et la silice pour créer des CSH dits « *secondaires* », par opposition aux CSH obtenus par hydratation directe du C_3S et C_2S .

Le mécanisme d'hydratation de base reste le même pour un ciment ordinaire de type Portland et un ciment contenant des additions minérales, pourtant des différences sont observables. D'un point de vue cinétique, les réactions d'hydratation sont plus lentes en présence d'additions minérales. De plus, la nature des hydrates formes n'est pas la même.

La variation de composition de la solution porale en présence d'additions modifie le pH en fonction de la nature de celles-ci et influence la réactivité des espèces anhydres en orientant la formation des produits ou hydrates : l'hydroxyde de calcium n'est présent qu'en traces et la nature des CSH apparaît profondément changée (diminution du rapport C/S, variation morphologique) [Perlot, 2005].

Conclusion :

Ce premier chapitre donne un rappel sur les constituants du ciment portland, leurs caractéristiques chimiques ainsi que les principaux mécanismes et phénomènes physicochimiques liés à l'hydratation du ciment.

CHAPITRE II

II. Activation du ciment :

II. Introduction :

Dans ce chapitre, on va présenter les différentes méthodes d'activation des ciments comme moyens d'accélérer le durcissement surtout à jeune âge. Cette aspect concerne le mode d'activation chimique par l'utilisation d'addition minérale (gypse et plâtre), de solution basique (NaOH, KOH), l'activation thermique et enfin le mode d'activation mécanique par le broyage très poussé du liant utilisé à un niveau de finesse élevé.

II.1 Méthodes d'activation du ciment avec ajouts minéraux :

Le ciment avec ajout minéral se distingue par un durcissement ralenti à sa période initiale en comparaison avec un ciment Portland ordinaire sans ajout (C.P.A-C.E.M I). Ce type de ciment (CPJ-CEM II) présente un temps de prise un peu plus long que le ciment ordinaire (CPA-CEM I), surtout dans le cas de bétonnage par temps froid.

Cette propriété latente du ciment avec ajout minéral (C.P.J-C.E.M II), nécessite l'emploi d'un bon activant, chimique (utilisation des solutions alcalines qui modifient la prise et le durcissement), mécanique (broyage poussée du liant hydraulique) ou thermique (accélération des réactions chimiques par l'élévation de la température). En général, les différents types d'activation peuvent être classes en trois catégories [Shin, 2001] ; [Samedi et Arak, 2011] (Figure I- 1):

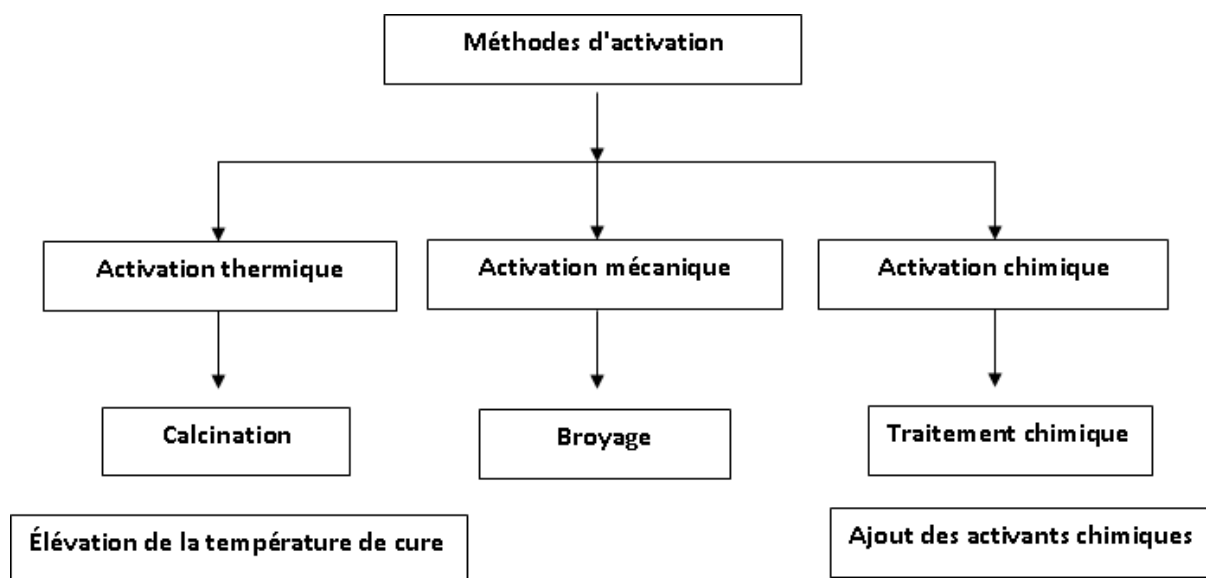


Figure II. 1 Les différentes méthodes d'activation selon Shin [Shin, 2001].

II.2 Différentes méthodes d'activation :

II.2.1 Activation mécanique :

L'activation mécanique consiste à augmenter la finesse (surface spécifique) du ciment par broyage poussée. Le broyage a pour but de réduire les éléments en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante).

En général, le broyage est plus facile quand le clinker possède.

- plus de C3S,
- moins de C3A,
- le plus possible de petits cristaux.

Selon certains chercheurs, plus le rapport. $[(C3S + C2S) / (C3A + C4AF)]$ est élevé, plus facile est le broyage.

II.2.2 Activation thermique :

L'activation thermique (accélération des réactions chimiques par l'élévation de la température) consiste à conserver le matériau (éprouvette) dans une étuve à vapeur à différentes températures de cure 20°C, 40°C et 60°C pendant 7 jours. Ensuite, il sera mis dans un bassin d'eau à une température de 20 °C jusqu'à la date de l'essai mécanique programmé (7, 14 et 28 jours), L'activation thermique peut être utilisée pour un béton avec ou sans l'incorporation d'une addition.

II.2.3 Activation chimique :

L'activation chimique consiste à incorporer des produits spécifiques dans le mélange cimentaire à l'état frais afin de favoriser la dissolution de l'addition minérale, généralement le liant hydraulique (C.P.J. ciment portland composé) est activé par différentes solutions alcalines, telles que. L'hydroxyde de sodium (NaOH) et l'hydroxyde de potassium (KOH) à différents pourcentages en faisant varier la molarité de la solution basique.

Les activant chimiques (accélérateurs de prise et de durcissement) utilisés sont des produits solubles dans l'eau. Ils agissent chimiquement en modifiant les vitesses de dissolution des constituants anhydres et en accélérant l'hydratation des grains de

ciment. La prise est alors plus rapide et s'accompagne d'un dégagement de chaleur plus important. Ce sont surtout.

- * des alcalis (soude. NaOH , potasse. KOH) pour la prise,

- * des chlorures de calcium (CaCl_2) pour le durcissement.

Ils sont utilisés à raison de 1 à 2% du poids de ciment. En général, les accélérateurs sont employés pour les bétonnages par temps froid ou lorsqu'un durcissement rapide est souhaité.

La prise du ciment est généralement lente, l'ajout des activants chimiques et le broyage plus poussé du ciment présentent des solutions à ce phénomène.

II.3 Comparaison entre les différents types d'activation :

Une comparaison entre les différentes méthodes d'activation des pouzzolanes indique que l'activation chimique a des avantages, un faible coût énergétique notamment. En effet, une série d'études montre que l'ajout d'un activant peut augmenter la réactivité des pouzzolanes [Shin et Day, 1996] en tant que processus de production simple des matériaux cimentaires, par rapport aux activations mécanique et thermique qui ont besoin d'équipements supplémentaires, consomment beaucoup d'énergie et augmentent ainsi les coûts. Les activants chimiques peuvent être ajoutés au cours du broyage de la pouzzolane ou du ciment, ou ajoutés pendant le malaxage dans l'eau de gâchage ou mélangés directement avec le liant [Samedi et Arak, 2011]. Ainsi, l'activation chimique n'a pas besoin de changement significatif sur la ligne de production, et elle peut être facilement acceptée par l'industrie du ciment et du béton [Shin, 2001]. De plus, l'activation thermique n'est pas possible pour tous les types de bétons. Elle est utilisée en préfabrication, où les moyens d'étuvage existent déjà. Pour les bétons prêts à l'emploi, l'activation mécanique est adaptée.

En termes de résistances, Qian et al [Qian et al., 2001] ont trouvé que l'addition de l'activant sulfate de sodium Na_2SO_4 augmente davantage la résistance d'un mortier (chaux+cendre volante) que l'activation mécanique de la cendre volante seule.

Conclusion :

L'objectif de cette synthèse bibliographique est de passer en revue les connaissances actuelles les plus pertinentes sur l'action des additions dans les matériaux cimentaires afin d'éclaircir en particulier comment elles contribuent à l'activité de ciment. Notre recherche bibliographique s'appuie sur les études les plus récentes dans le domaine d'activation de ciments.

CHAPITRE III

III. Plan d'expérience :

Introduction :

La présente partie est consacrée à présenter la méthode de plan d'expérience, ainsi que les différentes formules mathématiques et les méthodes existant afin de réaliser un plan d'expérience pour le dit programme d'essais réalisés.

III.1 Définition :

Un plan d'expérience est une approche statistique permettant de maîtriser un problème à plusieurs paramètres (facteurs) tout en suivant un programme préconçu des différentes expériences qu'on se doit effectuer. Elle permet d'extraire le maximum d'informations avec un minimum de résultats. La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié [Vigier, 2000].

Les principaux avantages de cette méthode sont :

- * Diminution du nombre d'essais.
- * Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs.
- * Détection des interactions entre facteurs.
- * Modélisation des réponses étudiées.
- * Une précision optimum des résultats [Frédéric, 1995].

Le facteur : On qualifie de facteur toute variable, obligatoirement contrôlable, susceptible d'influer sur la réponse observée. La différence fondamentale entre la notion classique de variable et celle de facteur tient donc dans le fait que tout facteur doit pouvoir être modifié sans difficulté [Walter, 2000]. Chaque facteur peut être :

- 1- Facteur quantitative : Ses valeurs sont alors des nombres exprimant une quantité et sur lesquels les opérations arithmétiques (somme, soustraction, etc....) ont un sens. Le facteur peut alors être discrète ou continue selon la nature de l'ensemble des valeurs qu'elle est susceptible de prendre (valeurs isolées ou intervalle).
- 2- Facteur qualitative : Ses valeurs sont dans ce cas des modalités, ou catégories, exprimées sous forme littérale ou au moyen d'un codage numérique et sur lesquelles des opérations arithmétiques n'ont aucun sens. On distingue des

variables qualitatives ordinales et nominales, selon que les modalités peuvent être naturellement ordonnées ou pas.

La réponse : la grandeur mesurée afin de connaître les effets des facteurs sur le système. Il convient bien sûr que la réponse soit représentative du phénomène observé.

III.2 Domaine expérimental :

Pour chaque étude, l'expérimentateur choisit une partie d'espace expérimental pour effectuer leur recherche. Cette zone spéciale de l'espace expérimental est le domaine expérimental (le schéma 1). Le domaine expérimental ou Domaine d'étude peut être défini comme l'ensemble de tous les points de la surface délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur,

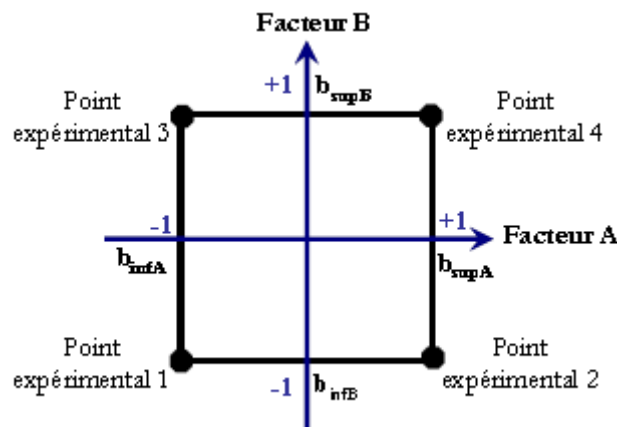


Figure III. 1 Domaine d'étude d'un plan

III.3 Types de plan d'expériences :

Il existe trois grandes familles de plans d'expériences

III.3.1 Plans factoriels complets :

Un plan factoriel ou plan complet est obtenu lorsque au moins un essai pour chaque combinaison de facteur est réalisé.

Plans factoriels complets à deux niveaux :

Ces plans permettent l'étude de k facteurs à raison de deux niveaux $(-1, +1)$ par

facteur. Ils renferment toutes les combinaisons possibles des k facteurs à leurs deux niveaux. Le nombre d'expériences à réaliser se calcule par : le nombre d'expériences = $2 \times \text{nombre de facteur}$.

Plans factoriels à N niveaux et p Paramètres :

Il est parfois nécessaire d'augmenter le nombre de niveaux d'un facteur afin de mieux maîtriser l'action de ce facteur. Dans ce cas il faut être prudent, car le nombre d'expériences augmente rapidement. Le nombre d'expériences = N^p

III.3.2 Plans fractionnaires :

Les plans fractionnaires sont très utiles et mettent en évidence l'intérêt primordial de la méthode des plans d'expériences, qui est de permettre de diminuer considérablement le nombre d'expériences nécessaires à la construction d'un modèle. Mais cependant, il est prudent de garder un certain esprit critique face aux résultats que fournissent les plans fractionnaires, car ils nécessitent une certaine maîtrise de leur construction et de l'interprétation des résultats.

Plans fractionnaires à deux niveaux :

Les plans fractionnaires à deux niveaux sont des plans optimaux, permettant de réduire la charge expérimentale, proposée par un plan factoriel complet, en focalisant sur les effets les plus intéressants.

La solution proposée par les plans fractionnaires consiste à utiliser pour l'étude de k facteurs les matrices des effets des plans complets 2^{k-p} . L'avantage de ces plans est évident : la charge expérimentale est divisée par 2^p par rapport aux premiers plans, p est le nombre de facteurs aliasés « confondus » délibérément, c'est-à-dire qui ont des niveaux de même alternance dans la matrice des expériences .

Plan fractionnaire à n niveaux et p paramètres :

Les plans fractionnaires nécessitent moins d'expériences qu'un plan factoriel.

Le nombre d'expériences = n^{p-k}

La matrice d'expériences est donc divisée k fois.

III.3 Méthode des surfaces de réponse :

La méthode des surfaces de réponse constitue le second volet intéressant de la méthode des plans d'expérience . Cette technique vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative [Vivier, 2002]. Dans cette méthode, les modélisations de la fonction

réponse peuvent également servir de base à la recherche de conditions optimales. On parle alors d'optimisation indirecte. L'optimisation d'une réponse ou la recherche d'un compromis entre plusieurs réponses consiste à définir, au sein du domaine expérimental, un réglage des facteurs permettant de satisfaire au mieux les exigences énoncées en termes de réponse. La modélisation d'une surface de réponse s'appuie sur l'analyse de la variation des résultats d'essais obtenus suite à un plan d'expérience. La surface de régression ainsi obtenue doit posséder une qualité descriptive et prédictive devant être le meilleur possible au sein du domaine expérimental.

III.4 Analyse de la variance :

L'analyse de la variance permet d'estimer si les effets calculés sont significatifs ou si ces effets proviennent de facteurs non contrôlés (non étudiés dans le plan). En particulier, le test de SNEDECOR-FISHER, permet de déterminer si un facteur a des chances d'être significatif. Ce test repose sur le calcul de la variance résiduelle (V_r) et de la variance entre échantillon pour un facteur (V_A). Le rapport V_A/V_r suit une loi de F (FISHER) à A et r degrés de liberté, où.

$$V_r = \frac{\sum r^2}{\text{ddlresidus}} \quad V_A = \frac{\sum A_i^2}{\text{ddlfacteur A}}$$

Le test consiste donc à comparer le rapport V_A/V_r avec la valeur théorique de la table de SNEDECOR définie pour des niveaux de significations de 5% et 1%. Ces tables se trouvent dans de nombreux ouvrages statistiques. Si F expérimental (V_A/V_r) est supérieur à F théorique (table), alors l'effet est significatif.

Conclusion :

Ce chapitre donne un aperçu sur la méthode de d'experience utilisé dans cette étude(JMP) .l'analyse factoriel a adopter est signalé pour l'estimation de la réponse mécanique (prévue et observée) ; on s'appuie sur les études de la méthode de plan d'expérience, ainsi que les différents formules mathématiques exigées.

CHAPITRE IV

IV. Caractérisation des Matériaux utilisés :

Introduction :

Ce chapitre détaille la campagne d'essais menés pour caractériser les matériaux utilisés (ciment et sable), à travers leurs propriétés physiques et mécaniques.

Après avoir caractérisé les différents matériaux dans la première partie de ce chapitre, nous allons présenter les formulations des mortiers confectionnés et le programme expérimental destiné à évaluer l'effet de l'activation chimique et mécanique de ciment sur le comportement de mortier.

IV.1 Ciments :

Dans cette étude, trois ciments ont été utilisés, conformes à la norme EN 197-1. Ils Proviennent de la **cimenterie LAFARGE Hammam Dallaa (M'silla)**. Ces ciments sont de différents degré de finesse de mouture qui constitue un variable déterminant dans la présente étude. Le **Tableau IV.1** présente le différent type de ciment utilisé dans le présent programme expérimental.

Tableau IV. 1 Types des différents ciments utilisés CEM II B/ 42,5

Ciment	Finesse (SSB)(cm ² /g)
CEM II 42,5R	4000
CEM II 42,5R	4500
CEM II 42,5R	5000

IV.2Activant :

En utilisant des solutions alcalines (NaOH, KOH)(Carbonate de sodium et de potassium) à des dosages différents de 0, 2 et 4 %.

IV.3 Sable :

Trois types de sable ont été utilisé :

- Un sable normalisé certifié CEN, EN 196-1,
- Un sable de dune provient de Boussaâda,
- Un sable de dune provient de Oued Souf

IV.3.1 Le sable normalisé (SN):

Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable normalisé certifié selon la norme CEN, EN 196-1,

IV.3.1.1 Caractéristique du sable normalisé :

Le sable normalisé CEN (sable normalisé ISO) est un sable naturel, siliceux notamment dans ces fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondies

Le sable est conditionné en sachets de polyéthylène contenant chaque un 1350 ± 5 grammes.

IV.3.1.2 Contrôle de la composition granulométrique :

La composition granulométrique déterminée par tamisage est conforme à l'exigence de la norme, EN 196-1

Tableau IV. 2 composition granulométrique du sable normalisé

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

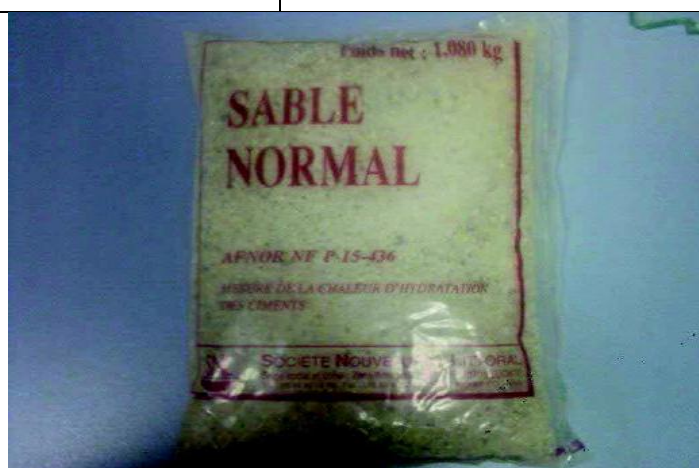


Figure IV. 1 Sable normalisé laboratoire de LAFARGE M'silla

CHAPITRE IV

IV.3.2 Sable de oued souf (SO) :

IV.3.2.1 Caractéristiques physiques du sable de dune :

La Masse spécifique (absolue) du Sable(EN1097-6) :

Tableau IV. 3 Masse volumique absolue du sable de dune(Oued souf).

N° d'essai	M(g)	V2 (ml)	V1 (ml)	abs (g /ml)	ρ_{moy} (g /ml)
01	300	417	300	2,56	2,58
02	300	416	300	2,58	
03	300	415	300	2,60	

La Masse volumique apparente(EN1097-6) :

1-À l'état lâche:

Tableau IV. 4 Masse volumique apparente de sable de dune(Oued souf) à l'état lâche.

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ_{app} (g /ml)	moye (g /ml)
01	1274	900	1,42	1,41
02	1266	900	1,41	
03	1271	900	1,41	

2- À l'état compact :

Tableau IV. 5 Masse volumique apparente de sable de dune à l'état compact

N° d'essai	M(g)	V (ml)	ρ_{app} (g /ml)	ρ_{moy} (g /ml)
01	1549,9	900	1,72	1,72
02	1555,7	900	1,73	
03	1551	900	1,72	

Equivalent de sable(NA EN933-8) :

Le mode opératoire est le même que l'on a utilisé pour l'équivalent de sable de Oued souf.

CHAPITRE IV

Tableau IV. 6 Equivalent de sable de dune(Oued souf)

N° d'essai	h_1 (cm)	h_2 (cm)	ESV(%)	h_2' (cm)	ESP(%)
01	9,85	8,75	88,83	8,75	88,83
02	9,85	9	91,37	8,75	88,83
03	9,85	9	91,37	8,75	88,83

Analyse granulométrique (EN 933-1) :

Tableau IV. 7 L'analyse granulométrique de sable de dune(Oued souf)

Tamis (mm)	Refus (moy)	Refus cumulé(g)	Refus (%)	Tamisât(%)
5	0,60	0,6	0,04	99,96
2,5	12,60	13,2	0,88	99,12
1,25	59,43	72,63	4,84	95,16
0,63	358,23	430,87	28,72	71,28
0,315	738,10	1168,97	77,93	22,07
0,16	127,10	1296,07	86,40	13,60
0,08	199,90	1495,97	99,73	0,27
Fond	3,37	1499,33	99,96	0,04

Module de finesse : [NF EN P 18-304

R_c = refus cumulé $M_f=3.9$, $M_f > 2.5$ donc le sable de oued souf est un sable gros.

IV.3.2.2 Caractéristiques physiques du sable de dune de Boussaâda (SD):

La Masse spécifique (absolue) (EN1097-6) :

Tableau IV. 8 Masse volumique absolue du sable.

Essais	M_g	$V_{e(ml)}$	$V_{(ml)}$	$P \left(\frac{g}{cm^3} \right)$
1	300	200	319	
2	300	200	318,5	

CHAPITRE IV

3	300	200	319	2,52
---	-----	-----	-----	------

La Masse volumique apparente(EN1097-6) :

1-à l'état lâche :

Tableau IV. 9 Masse volumique apparente du sable de Boussaâda à l'état lâche.

Essai	$M_2(g)$	$M_1(g)$	V (ml)	ρ_{app} (kg/l)	ρ_{moy} (kg/l)
1	1562	144	900	1,57	1,59
2	1578			1,59	
3	1584			1,60	

2- à l'état compact :

Tableau IV. 10 Masse volumique apparente du sable de Boussaâda à l'état compact.

Essais	$M_1(g)$	$M_2(g)$	$g_c(g/cm^3)$	$\rho_{moy}(g/cm^3)$
1	144	1683	1,71	1,72
2		1697	1,72	
3		1695	1,73	

Equivalent de sable(NA EN933-8) :

Tableau IV. 11 Equivalent de sable (sable de Boussaâda) .

N° D'essais	$h_1(cm)$	$h_2(cm)$	$E_{sv} (\%)$	$h'_2 (cm)$	$E_{sp} (\%)$
1	10,60	8, 30	78,30	8,20	77,35
2	10,70	8, 20	76,63	8,40	78,50
3	10,30	8, 30	82,52	8,10	78,64
Moy	/		79,15	/	78,16

Analyse granulométrique(EN 933-1) :

Les résultats obtenus sont représentés dans le (**Tableau IV.12**)

Tableau IV. 12 Analyse granulométrique du sable (sable de Boussaâda).

Tamis (mm)	Refus Partiel (g)	Refus cumulés		Tamisât (%)
		(g)	(%)	
5	0	0	0	100
2,5	4	4	0,4	99,60
1,25	50	54	5,47	94 ,53
0,63	205,50	259,50	26,30	73,70
0,315	432,50	692	70,14	29,86
0,16	237,50	929,50	94,22	5,78
0,008	49	979	97,23	2,77
Fond	0,75	986,50	98,65	1 ,53

Module de finesse : [NF EN P 18-304]

Calculé par la relation suivante : $M_f = \sum \frac{R_c}{100}$
cumulé.

Où R_c : Refus

On trouve le résultat suivant:

$$M_f = \sum R_c / 100$$

R_c = refus cumulé

$$M_f = 2,05$$

Le sable utilisé est considère comme un sable moyen.

IV.4 Eau de gâchage :

L'eau de gâchage utilisée pour la confection des mortiers doit être pure que possible,

elle ne doit pas contenir une quantité excessive de vase, de matire organique, acide, sel, matière sucrée

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est de l'eau potable du laboratoire du génie civil alimenté par le réseau public.

IV.5 la confection de mortier:

IV.5.1 Présentation :

Nous avons adopté la même méthode de préparation pour tous les mortiers. Les essais sont conduits dans une salle à température de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Tous les matériaux sont places dans la salle à 20°C au moins 24 heures avant la fabrication

IV.5.2 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 en maintenant le malaxage à faible vitesse. Le mélange est arrêté pendant 1 min et 30 s pour décoller du bol du malaxeur tout le mortier qui y adhère. Le malaxage est ensuite repris 1 min et 30 s à grande vitesse.

La séquence de malaxage adoptée n'a pas varié. Le malaxeur utilise est un malaxeur automatique a pales conforme a la norme [NF-EN 196-1].



Figure IV. 2 Malaxeur automatique
de mortier



Figure IV. 3 Eprouvette prismatique
4x4x16

IV.5.3 Fabrication des éprouvettes :

Après le malaxage, le mortier obtenu est ensuite placé en deux couches dans un moule métallique constitué de 3 compartiments permettant la réalisation de 3 éprouvettes 4 cm x 4 cm x 16 cm. La mise en place du mortier est réalisée par l'intermédiaire d'une table à chocs, chaque couche subissant 60 chocs normalisés. Ensuite, les moules sont protégés par un film plastique afin d'éviter tout échange hydrique avec l'extérieur et conservés à une température ambiante de 20°C.



Figure IV. 2 : Table vibrante

IV.5.4 Conservation des éprouvettes :

Le démoulage est effectué à 24 heures ; Immerger sans tarder, les éprouvettes dans un bain d'eau de température $20 \pm 1^\circ\text{C}$.



Figure IV. 3 Conservation des éprouvettes dans l'eau.

IV.5.5 Essais sur mortiers :

IV.5.5.1 Essai de consistance :

La consistance de la pâte de ciment (pourcentage d'eau/pâte pure) caractérise sa fluidité.

Objectif de l'essai :

Déterminer la quantité optimale d'eau de gâchage qui définit une telle consistance dite «Consistance normalisée». La consistance de la pâte de ciment est une caractéristique qui évolue au cours du temps.

Principe de l'essai :

La consistance est évaluée en mesurant l'enfoncement, dans la pâte, d'une tige cylindrique sous l'effet d'une charge constante. L'enfoncement est d'autant plus important que la consistance est plus fluide.

IV.5.5.2 Essais de prise :

Objectif de l'essai :

Déterminer les temps de début et de fin de prise des pâtes pures des ciments étudiés Conformément à la norme EN 196 3.

Principe de l'essai :

Le début de prise correspond au moment où l'on constate une augmentation relativement brusque de la viscosité de la pâte de consistance normalisée avec échauffement.

L'appareil utilisé est l'appareil de Vicat équipée d'une aiguille de Vicat. Quand la partie mobile est libérée l'aiguille s'arrête à une distance d du fond du moule telle que

$d = 4 \text{ mm}$

La fin de prise correspond au moment où la pâte est devenue un bloc rigide, le moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte que de 0,5 mm.



Figure IV. 4 L'appareil de Vicat

Tableau IV.13 Propriétés des mortiers étudiés à l'état frais

Mélanges (type de sable)	Rapport E/C (Efficace)	Masse Volumique (frais) $\rho(\text{Kg/m}^3)$	Etalement du mortier (Plastique) (mm)
Sable Normalisé(SN)	0,50	2680	170-210
Sable de dune oued souf(SO)	0,52	2250	165-170
Sable de Boussaada (SD)	0,55	2180	172-200

IV.5.5.3 Les essais sur le mortier durci :

IV.5.5.3.1 Les essais de la résistance mécanique :

- Les essais les plus fréquents réalisés pour déterminer le comportement mécanique des mortiers sont l'essai de traction par flexion et l'essai à la compression.



Figure IV. 5 Appareil de compression et de flexion des mortiers.

IV.5.5.3.2 La résistance à la flexion NORME (EN 196-1):

- Pour la détermination de la résistance à la flexion, on utilise la méthode de la charge concentrée à mi portée au moyen du dispositif de flexion normalisé.
- L'essai est dit l'essai de flexion 3 points, réalisé sur des prismes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. Le protocole suivi est celui de la norme EN 12390-5 (**figure IV. 6**).

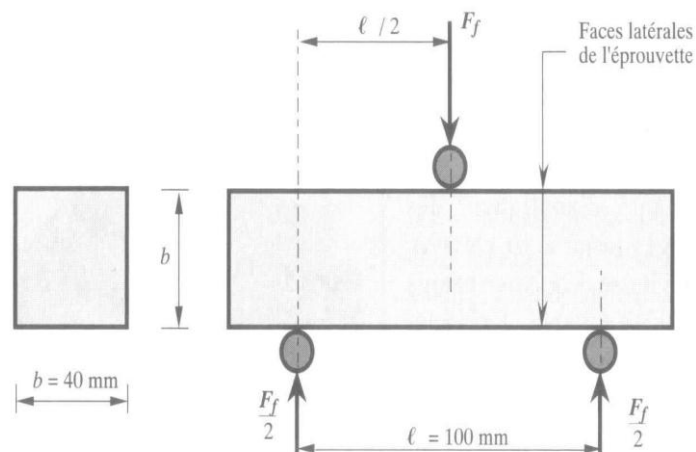


Figure IV. 8 Principe de la flexion sur prisme.

CHAPITRE IV

- Le bâti et l'échantillon sont installés au centre de la presse. Au cours de l'essai, la presse est programmée et pilotée en force à une vitesse de 10 N/s. L'échantillon subit une force qui est répartie linéairement sur la face supérieure. La répartition des contraintes est linéaire dans l'échantillon, la contrainte de traction étant maximale en face inférieure et pour une certaine valeur de contrainte, il y a rupture de l'éprouvette.

- La presse enregistre au cours de l'essai la force (F_f) en (N) et le déplacement de sa traverse en [mm]. Lors du dépouillement de l'essai, la résistance à la traction par flexion (R_f) est déterminée grâce à l'équation:

$$R_f = (1,5 \times F_f \times L) / b^3$$

Où :

- R_f : la résistance à la flexion en MPa.
- F_f : c'est l'effort maximal de compression en (N).
- L : la distance entre les appuis du bâti de flexion en (mm).
- b : largeur du prisme en (mm).



Figure IV. 9 Essai de flexion.

IV.5.5.3.3 La résistance à la compression NORME (EN 196-1):

- L'essai est effectué sur les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion, ils sont écrasés en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40 mm

CHAPITRE IV

x 40 mm. Les prismes sont testés en compression simple à l'aide d'un dispositif spécifique à la compression suivant la norme EN 196-1.

- Le prisme est soumis à une force de compression jusqu'à la rupture. Pour cela, la presse est pilotée en déplacement à une vitesse de 500 $\mu\text{m/s}$. Cette vitesse correspond à la vitesse imposée pour les mortiers normalisés. Le principe de l'essai de compression sur demi-prisme est donné par la **figure IV. 10**

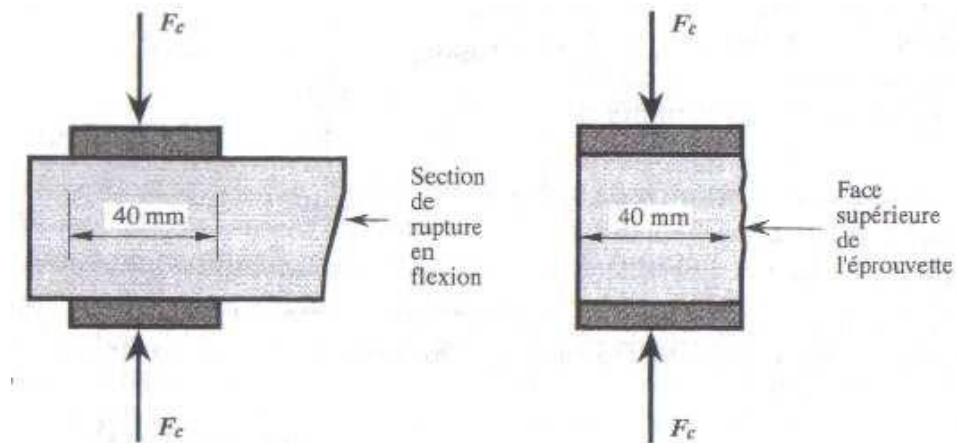


Figure IV. 10 Le principe de l'essai à la compression du mortier.



Figure IV. 11 Eprouvette testée en compression.

CHAPITRE IV

- Pour déterminer la résistance à la compression (R_c), obtenue sur chaque prisme, la valeur de force maximale (F_c) est relevée et elle est introduite dans la formule suivant :

$$R_c = F_c (\text{max})/S$$

Où :

- S : est la section initiale du prisme ($40 \times 40 \text{ mm}^2$).
- F_c : est la force maximale de compression en (N).

R_c : la résistance à la compression en (MPa).

Conclusion :

Dans ce chapitre, les différentes caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques des composants ont été établis. La méthode de formulation de mortier a été développée et le calcul des proportions des constituants de notre programme expérimental étant fait. Les résultats des essais et leurs interprétations sur mortiers à l'états frais et durci sont présentés.

CHAPITRE V

V. Résultats et discussion :**Introduction :**

Ce chapitre regroupe l'essentiel des résultats obtenus du programme expérimental sur les différents mortiers étudiés avec 3 degré de finesse et 3 types de sable (sable de dune Oued souf et Boussaâda et un sable normalisé) sur les propriétés physiques et mécaniques de mortier activé par des alcalin (NaOH et KOH).

V.1 Effet de type de sable :**V.1.1 la résistance a la compression :**

Dans cette partie 3 types de sable a été utilisées afin d'avoir l'effet de sable (sable de dune Oued souf et Boussaâda et un sable normalisée) sur le comportement mécanique de mortier activé par des alcalin (NaOH et KOH) .

Les figures V.1,V.2 et V3 présentent l'évolution de la résistance a la compression en fonction de type d'activant et de temps pour les 3 types de sable

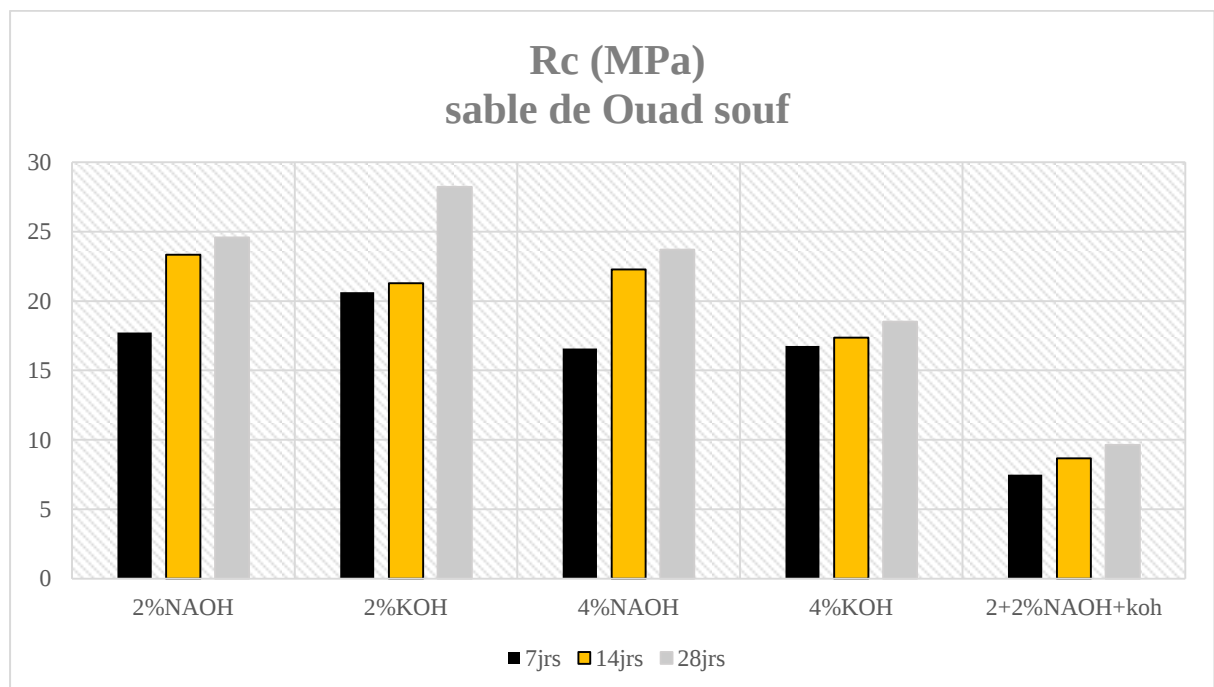


Figure V. 1 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant sable de oued souf

Le même développement de la résistance a été constaté pour les deux activants Figure V.1 .

CONCLUSION GENERALE

Cependant, l'activant KOH présente les meilleures valeurs a jeune âge de 7 jours .au contraire, la combinaison des deux activants basiques (2%+2%) donne une faible activation et par conséquent un durcissement moins rapide.

La résistance Rc maximale a été constaté pour le mélange avec 2 % de KOH a 28 jours.

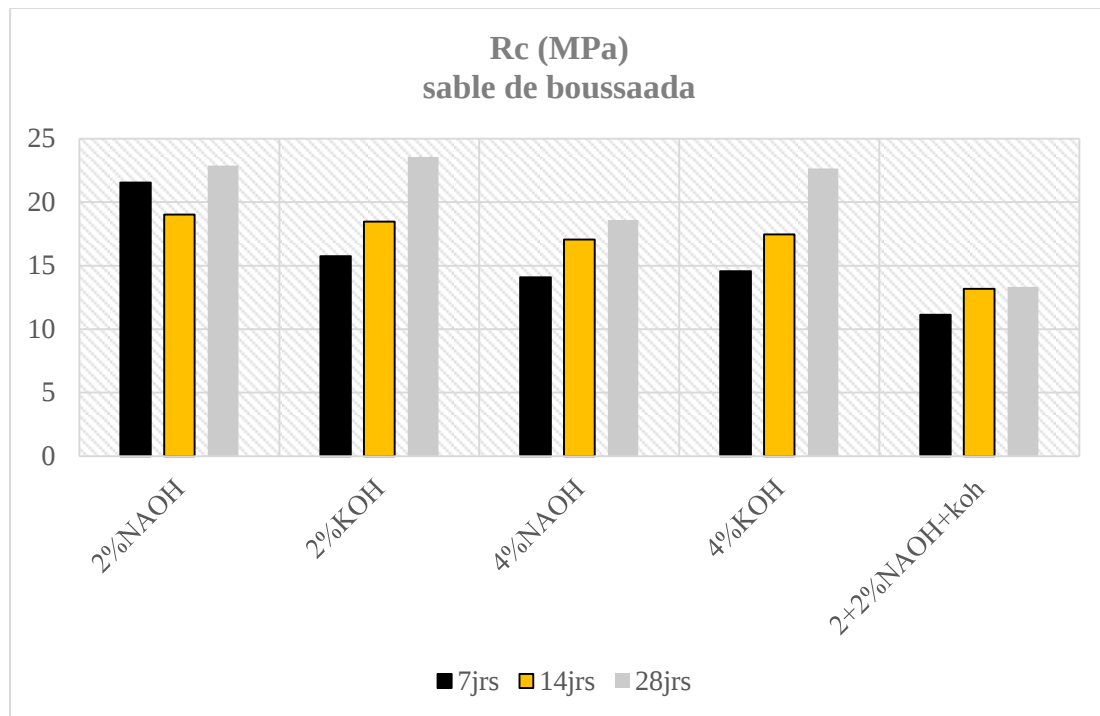


Figure V. 2 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant avec un sable de Boussaâda

Il est à noter que la résistance à la compression croît plus lentement pour les mortiers activés avec la combinaison de (2% NaOH+2%KOH) , Cependant, l'activant KOH présente les meilleures valeurs a jeune âge de 7 jours.

La résistance Rc maximale a été constaté pour le mélange avec 2 % de KOH a 28 jours(23MPa).

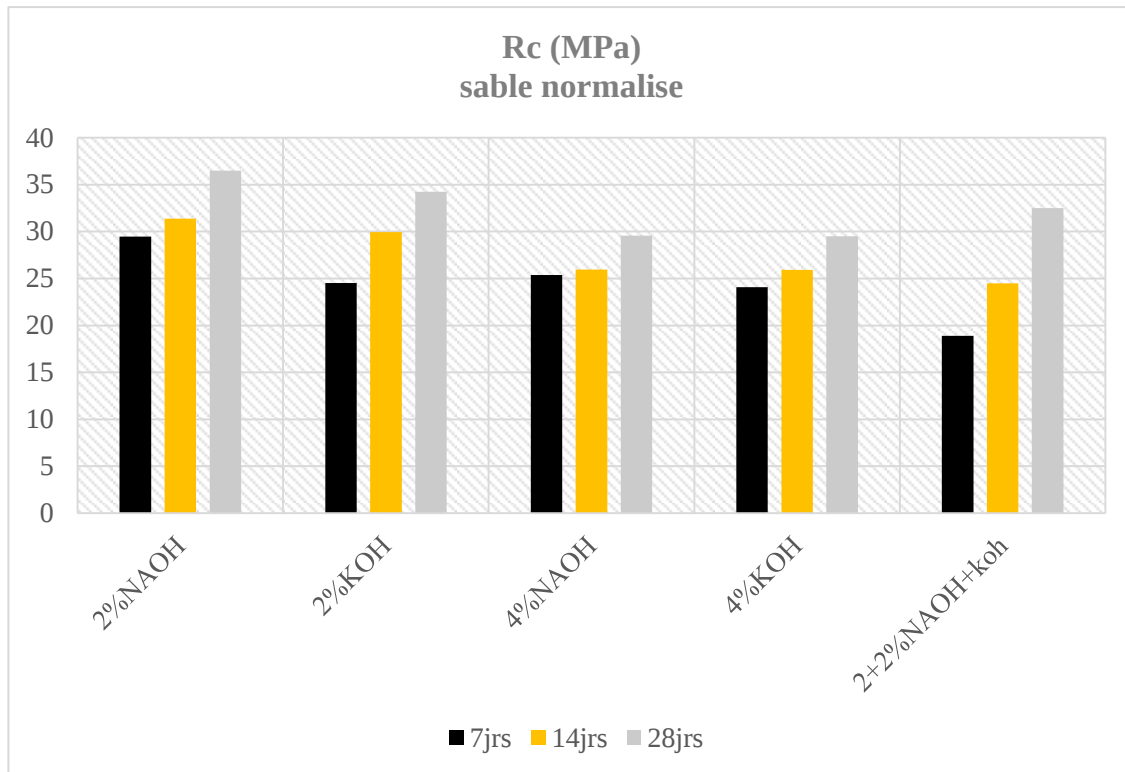


Figure V. 3 L'évolution de la résistance à la compression en fonction de type d'activant pour le sable normalise

Pour le sable normalisé l'activant avec 4% de NaOH présente les meilleures valeurs a jeune âge de 7 jours ; Par contre, l'addition d'activant basiques avec 4 % de KOH donne une faible activation de 29MPa a 28 jours. Les résistances maximales R_c ont été constaté pour les mélanges avec 2 % de NaOH et 2% KOH 36 MPa , et 34MPa, respectivement .

V.1.2 la résistance à la flexion :

La résistance à la flexion (R_f) n'est pas aussi importante par rapport à la résistance à la compression, néanmoins on s'intéresse à l'effet d'activation chimique sur cette propriété. Les figures V.4, V.5 et V6 présentent l'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant et de temps pour les 3 types de sable.

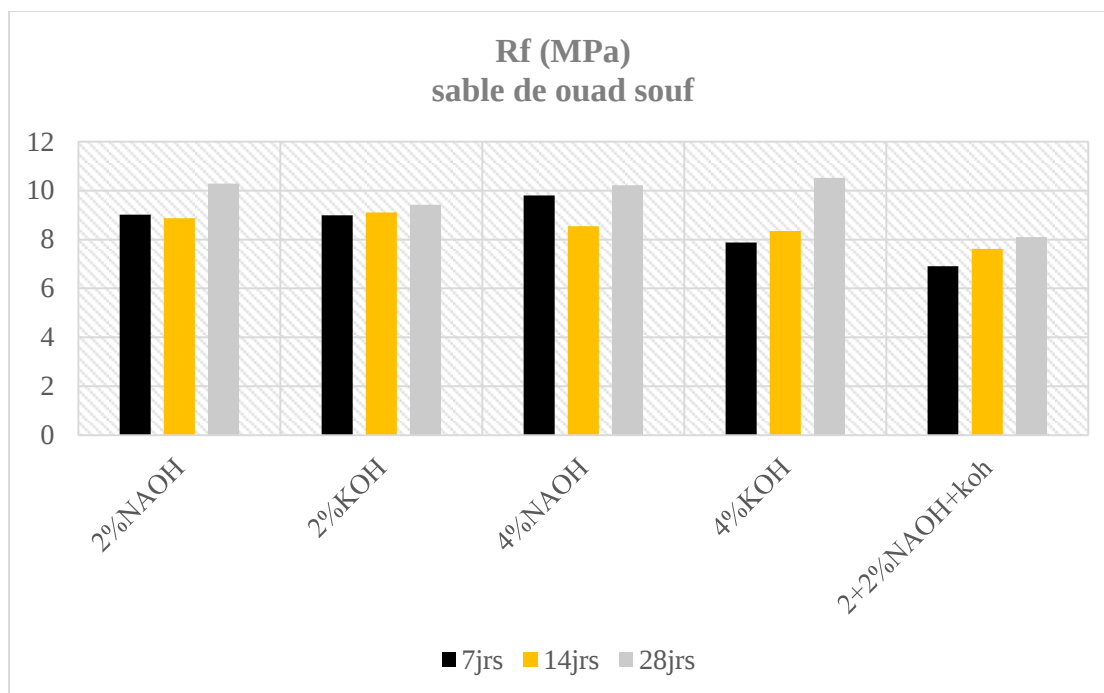


Figure V. 4 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable de ouad souf

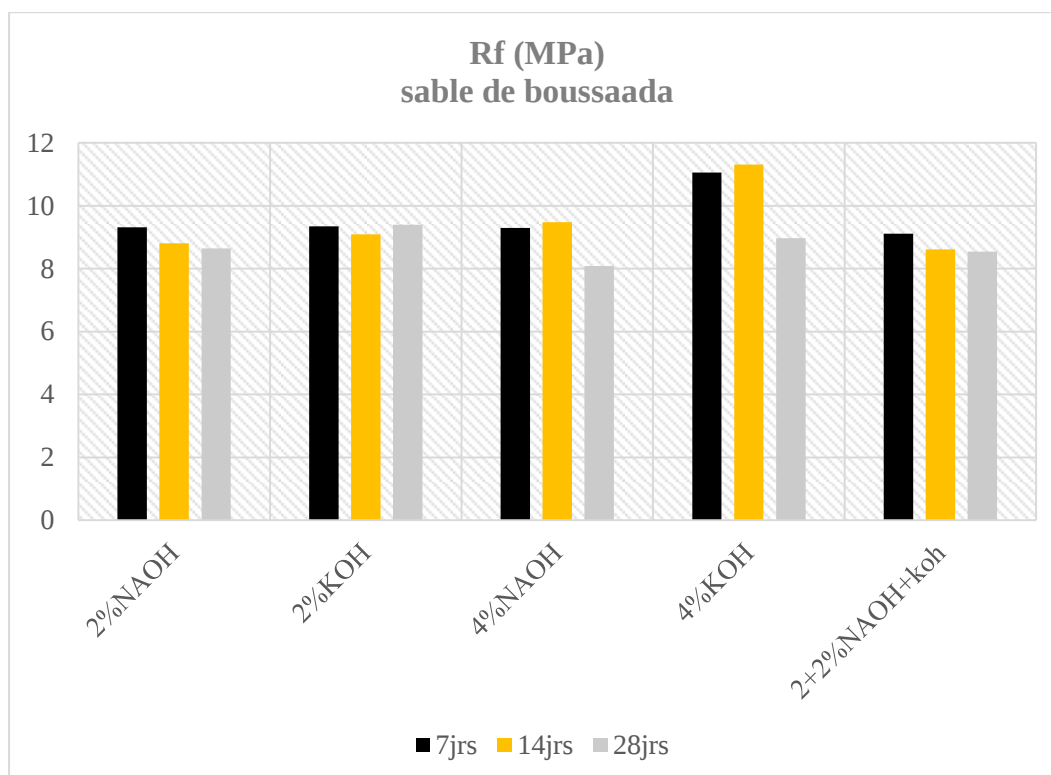


Figure V. 5 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable de Boussaâda

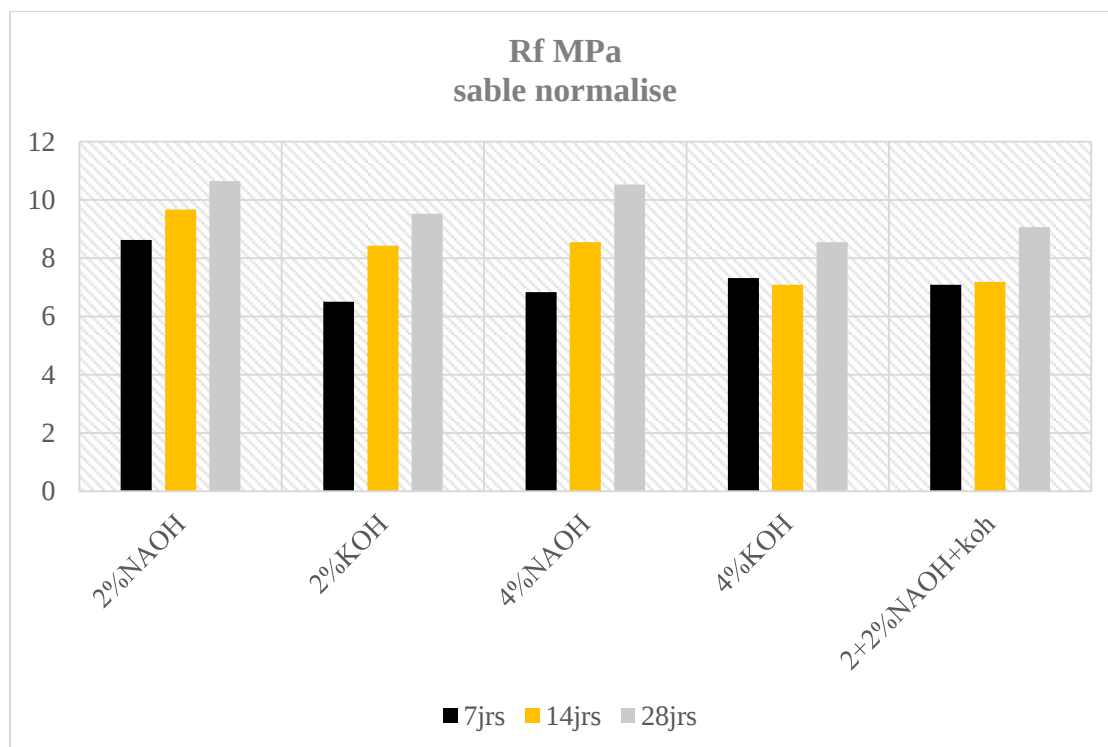


Figure V. 6 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de type d'activant pour le sable normalisé

Nous pouvons remarquer que les mortiers activés avec de KOH donnent des résultats légèrement supérieurs à ceux fabriqués avec NaOH a jeune âge ; Par contre, a 28 jours le NaOH présente la meilleure activation et particulièrement pour le sable normalisé.

Ces résultats sont confirmés par Jiang [Jiang, 1997] ;[Shi et al., 2006] à l'échéance de 28 jours : la soude et le sulfate de calcium augmentent la résistance, en particulier NaOH. . Shi et Day [Shi et Day, 1993a, 1993b] ; [Shi, 2001] montrent aussi une augmentation des résistances à tous les âges dès lors que le système pouzzolane (80%) / chaux (20%) est activé avec 4% de sulfate de sodium.

V.2 Modélisation de comportement mécanique pour les ciments activés chimiquement et mécaniquement :

V.2.1 Effet de NaOH :

V.2.1.1 Matrice d'expérience :

Dans cette partie, nous avons pris en considération 2 facteurs qui sont le type et le pourcentage d'activant ; le deuxième facteur est la finesse de ciment

Deux réponses ont été étudiées dans cette partie afin de bien comprendre le comportement mécanique de mortier après activation chimique et mécanique de ciment, ces réponses sont l'évolution de la résistance mécanique à la compression et à la flexion,

Le tableau II.1 présente la matrice d'expériences et les résultats expérimentaux pour les deux facteurs NaOH (%) et la finesse de ciment et les réponses présentées par la résistance en compression et à la flexion de 7, 14 et 28 jours.

	SSB	R _C 7jours	R _C 14jours	R _C 28jours	R _f 7jours	R _f 14jours	R _f 28jours
T 0%	4000	29,5	31,5	33,2	7,1	7,21	9,12
2%NAOH	4000	13,366	19,1135	33,4045	8,623	9,671	10,65
4%NAOH	4000	24,6095	35,181	39,47	6,832	8,549	10,526
T 0%	4500	30,1	32	33,4	7,4	8,12	9,5
2%NAOH	4500	31,482	31,5305	36,186	7,051	7,928	9,539
4%NAOH	4500	31,2895	32,9855	36,3695	6,854	7,235	11,426
T 0%	5000	31	34,2	34,2	7,51	8,6	10,54
2%NAOH	5000	20,1785	20,3965	34,45	7,596	8,939	11,751
4%NAOH	5000	21,8185	22,2795	38,562	7,944	7,506	10,775

Tableau V. 1 La matrice d'expériences.

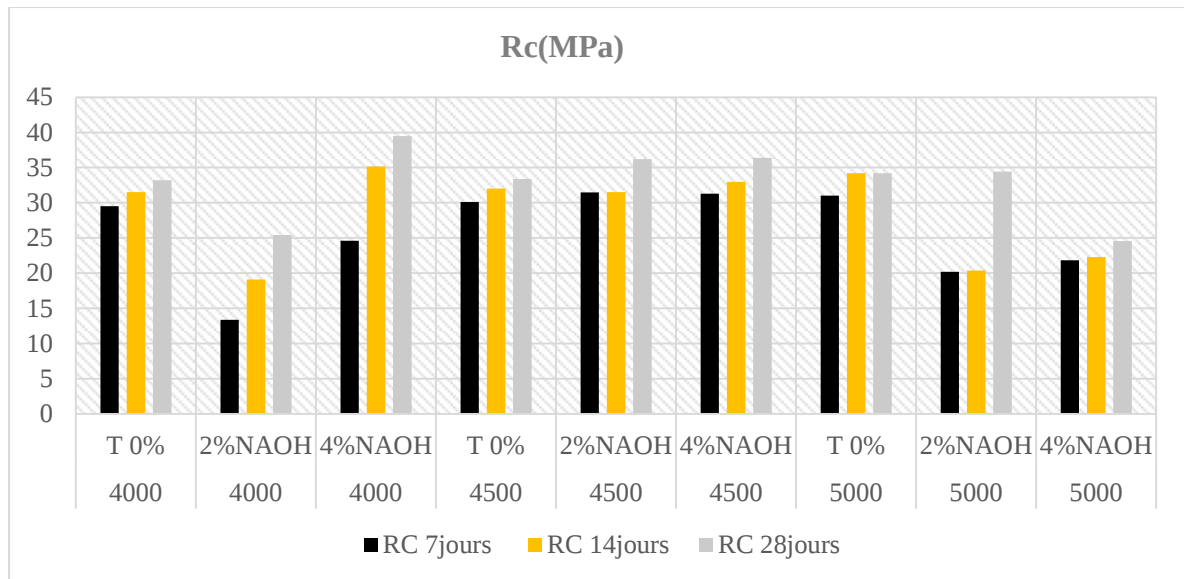


Figure V. 7 Evolution de la résistance en compression à (7,14 et 28 jours)

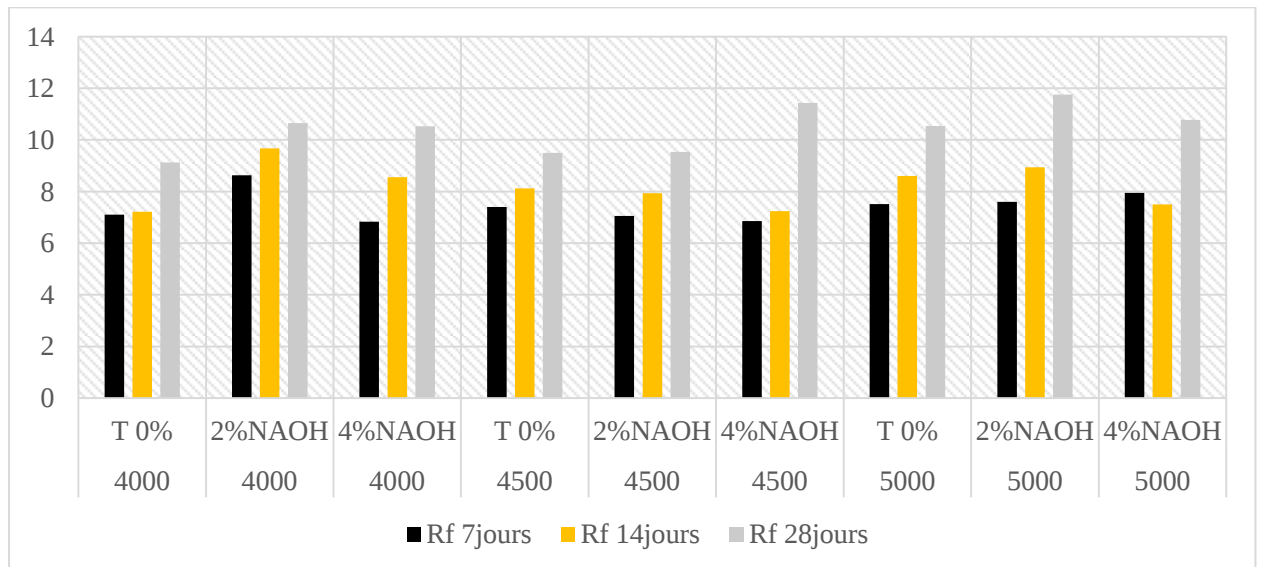


Figure V. 8 Evolution de la résistance en flexion à (7,14 et 28 jours)

Les figures V.7, V.8 regroupent les résistances à la compression et à la flexion obtenue à 7, 14 et 28 jours pour l'ensemble des mortiers testés. D'après ces figures, on peut remarquer une augmentation différente de la résistance à la compression et flexion entre 7,14 et 28 jours pour tous les mélanges. Cela peut montrer que la cinétique d'hydratation des mélanges étudié influencé fortement par le dosage d'activant d'une part et la finesse de ciment d'autre part.

V.2.1.2 Modélisation de la résistance en compression

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

Lorsque l'on trace les valeurs observées du modèle quadratique en fonction des valeurs prévues (c'est-à-dire la relation entre la zone prévue et la zone réellement mesuré) (Figure V.9), On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable.

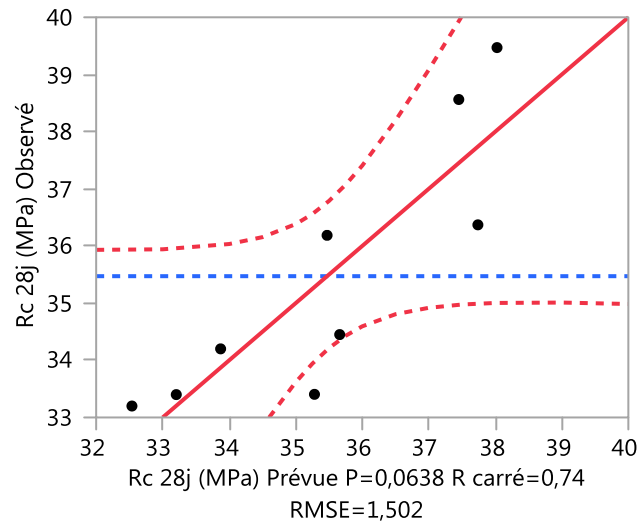


Figure V. 9 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

Résumé de l'ajustement :

Le tableau V.2 regroupe les résultats de l'ajustement de module de la résistance en compression en fonction de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment

D'après les résultats de l'ajustement on constate que la qualité descriptive du modèle mathématique est bonne car les valeurs de (R^2 et R^2 ajusté) sont égale à 0.73 et 0.58 respectivement.

Tableau V. 2 Résumé de l'ajustement

R carré	0,73912
R carré ajusté	0,582591
Racine de l'erreur quadratique moyenne	1,502023
Moyenne de la réponse	35,47133
Observations (ou sommes pondérées)	9

Estimations des coefficients triés :

Tableau V. 3 Estimations des coefficients triés

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
-------	------------	-----------------	---------	------------

CONCLUSION GENERALE

NaOH	1,1334583	0,306599	3,70	0,0140*
(SSB)*(NaOH)	-0,000477	0,000751	-0,64	0,5533
SSB	0,0003792	0,001226	0,31	0,7697

D'après le tableau V.4 d'estimation de coefficients tirés ; l'effet de pourcentage de (NaOH) est beaucoup plus importants que l'effet de l'interaction de finesse et pourcentage de (NaOH) et l'effet de finesse. Afin de simplifier le modèle nous allons donc éliminer ce terme de l'équation. Donc la réponse de résistance à la compression . Peut se résumer dans le modèle empirique suivant :

$$R_c = 31,50 + (1.13 * NaOH) + (0.0003 * SSB) + ((NaOH-2)*((SSB-4500)*-0.00047)$$

La figure V.10 représente l'évolution des résistances résiduelles a la compression en fonction de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment .

D'après cette figure V.10 on peut remarquer clairement que la finesse de ciment et le dosage de NaOH influent fortement sur la résistance mécanique à la compression.

Une augmentation de la résistance en compression a été observée avec l'augmentation de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment.

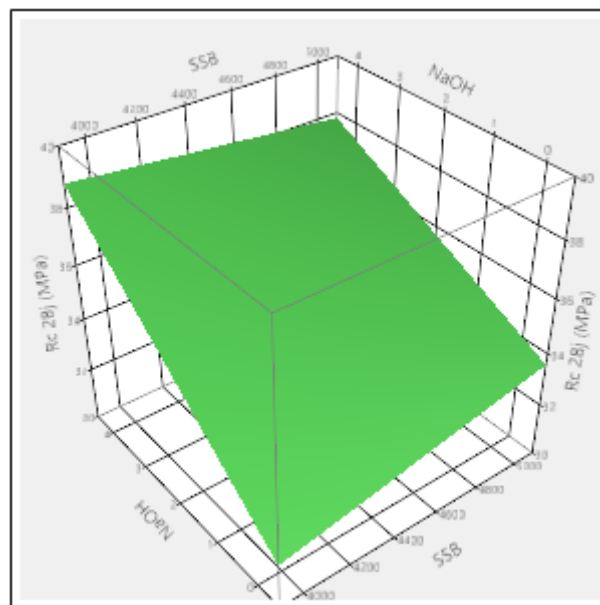


Figure V. 10 L'évolution des résistances résiduelles a la compression en fonction de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment.

V.2.1.3 Modélisation de la Résistance mécanique à la flexion

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

D'après le graphe des valeurs observées en fonction des valeurs prévues, on peut observer que tous les points sont proche a la première bissectrice ; cette dispersion indique la bonne qualité de modèle utilisé.

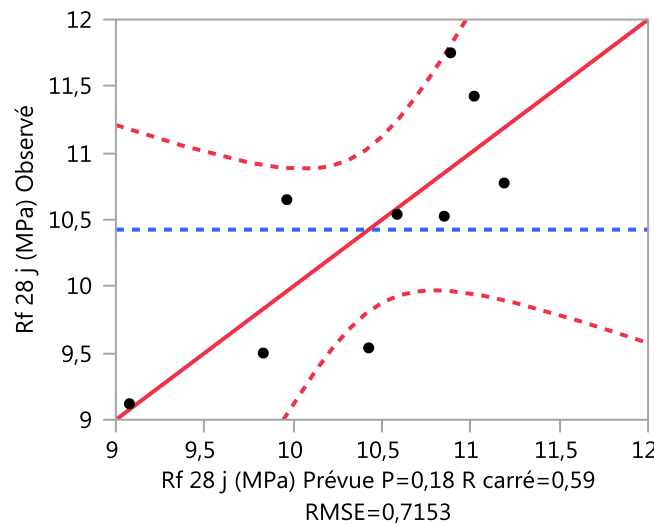


Figure V. 11 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

D'après le tableau V.4 d'ajustement du modèle de résistance à la flexion en fonction de pourcentage de l'activant NaOH et de la finesse on peut observer que les valeurs des deux coefficients R carré et R carré ajusté assez proche de 1 cela indique la qualité descriptive de modèle mathématiques.

Tableau V. 4 Résumé de l'ajustement

R carré	0,593957
R carré ajusté	0,350331
Racine de l'erreur quadratique moyenne	0,715299
Moyenne de la réponse	10,42522
Observations (ou sommes pondérées)	9

CONCLUSION GENERALE

Comme on peut le remarquer dans le tableau V.5 l'effet de NaOH et la SSB sont le plus influant sur la réponse de résistance à la flexion.

Tableau V. 5 Estimation des coefficients triés.

Terme	Estimatin	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
NaOH	0,29725	0,14601	2,04	0,0974
SSB	0,0009233	0,000584	1,58	0,1747
(SSB)*(NaOH)	-0,000293	0,000358	-0,82	0,4503

A partir de la figure V.12, on observe l'évolutions de la résistance à la flexion des mélanges confectionnes avec une ciment de différentes finesses et un activant de NaOH avec des dosage différent . La résistance à la flexion décroît régulièrement avec l'augmentation du dosage. Donc la réponse de résistance mécanique à la flexion en fonction de pourcentage (NaOH) et la finesse (gr/cm^2) peut se résumer dans le modèle empirique suivant :

$$R_f = 5.68 + (0.30 * \text{NaOH}) + (0.00092 * \text{SSB}) + (\text{NaOH} - 2) * ((\text{SSB} - 4500) * -0.00029275)$$

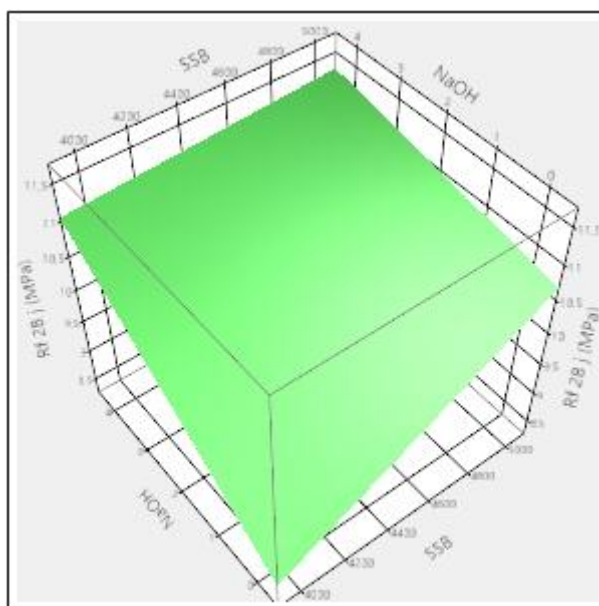


Figure V. 12 L'évolution des résistances résiduelles a la flexion en fonction de pourcentage de NaOH et la finesse de ciment.

V.3.1 Effet de KOH :

V.3.1.1 Matrice d'expérience :

La matrice d'expériences tableau V.6 est fournie avec les résultats expérimentaux de la résistance mécanique à la compression et a la flexion obtenus après l'activation de ciment mécaniquement par broyage et aussi l'ajout d'activant KOH avec différent pourcentage.

Tableau V. 6 Matrice d'expériences.

		Compression			Flexion		
		RC 7jours	RC 14jours	RC 28jours	RC 7jours	RC 14jours	RC 28jours
T 0%	4000	29,5	31,5	33,2	7,1	7,21	9,12
2%KOH	4000	35,1875	38,912	44,876	6,51	8,427	9,528
4%KOH	4000	31,898	37,278	52,231	7,315	7,484	8,549
T 0%	4500	30,1	32	33,4	7,4	8,12	9,5
2%KOH	4500	28,76	32,65175	37,58	7,184	7,341	10,102
4%KOH	4500	19,687	29,537	49,1305	7,013	8,791	9,178
T 0%	5000	31	34,2	34,2	7,51	8,6	10,54
2%KOH	5000	25,2525	25,3265	26,333	7,023	7,981	10,12
4%KOH	5000	20,1785	24,563	25,3635	6,824	8,551	11,881

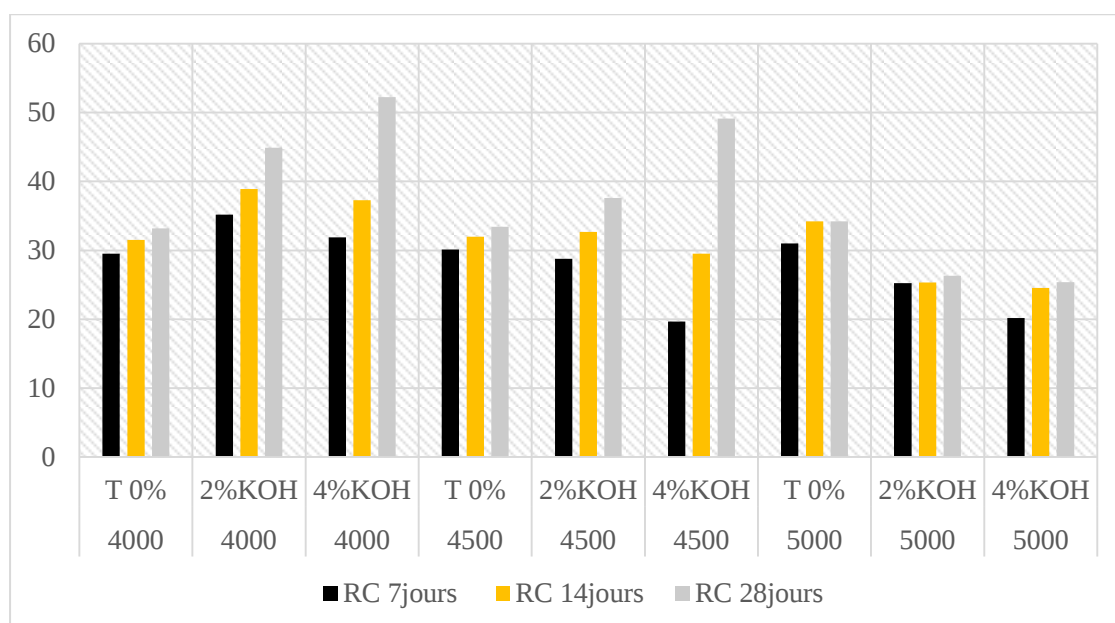


Figure V. 13 Evolution de la résistance en compression a (7,14et 28 jours)

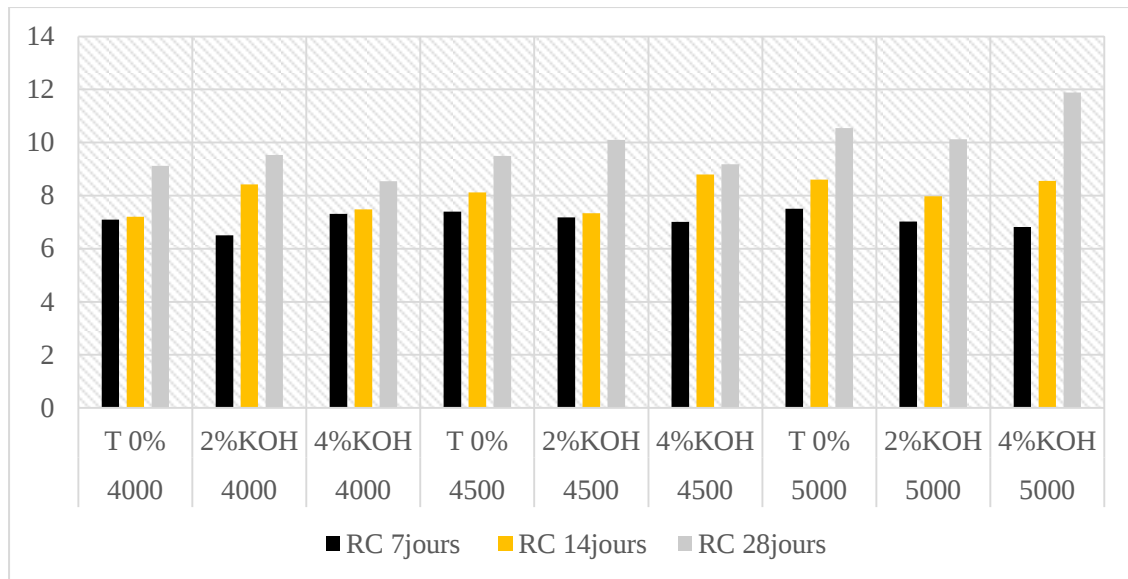


Figure V. 14 Evolution de la résistance en flexion a (7,14et 28 jours)

D'après les figures V.13et V.14 on peut remarquer que L'augmentation de dosage de KOH et la finesse entraîne une modification remarquable des résistances mécaniques (R_c et R_f).

V.3.1.1 Modélisation de la résistance en compression

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

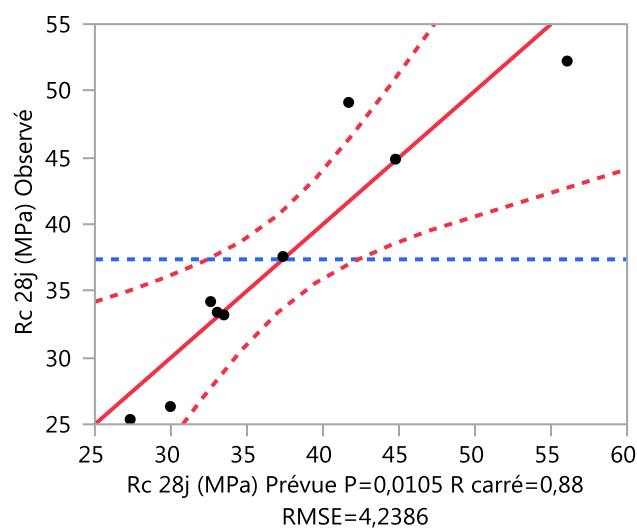


Figure V. 15 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

CONCLUSION GENERALE

Le nuage de points présenté dans le graphe V.15 indique les valeurs observées en fonction des valeurs prévues de la résistance en compression. On peut noter une large dispersion avec un coefficient de corrélation R^2 égale à 0.88. Les valeurs de R carré et R carré ajusté signaler dans le tableau V.8 indique que la qualité descriptive du modèle mathématique est bonne.

Tableau V. 7 Résumé de l'ajustement

R carré	0,876047
R carré ajusté	0,801675
Racine de l'erreur quadratique moyenne	4,238643
Moyenne de la réponse	37,36822
Observations (ou sommes pondérées)	9

Tableau V. 8 Estimation des coefficients triés

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
SSB	-0,014804	0,003461	-4,28	0,0079*
(SSB)*(KOH)	-0,006967	0,002119	-3,29	0,0218*
KOH	2,1604167	0,865209	2,50	0,0547

D'après le tableau V.8 ,On remarque que l'effet de la finesse de ciment et l'interaction de pourcentage de KOH et la finesse sont beaucoup plus importants que les autres effets ; Les modèles mathématiques de la résistance a la compression en fonction du pourcentage de KOH et la finesse de ciment est déterminé par :

$$R_c = 9.66 + (2.16 * KOH) + (-0.015 * SSB) + (KOH - 2) * ((SSB - 4500) * -0.006966875)$$

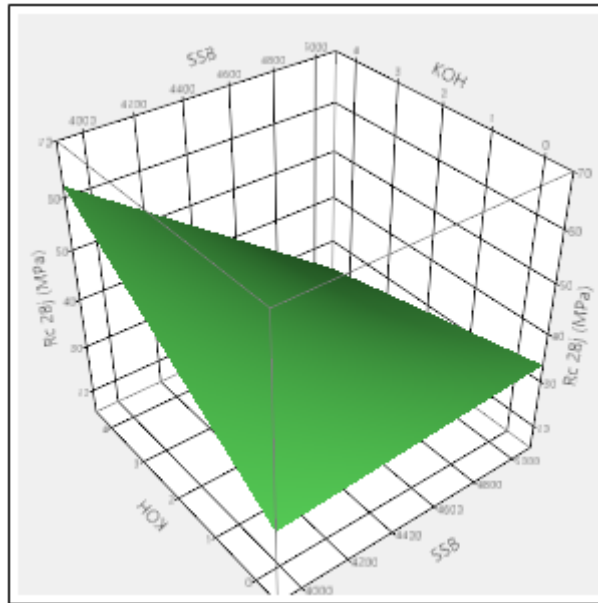


Figure V. 16 L'évolution des résistances a la compression en fonction de pourcentage de KOH et la finesse de ciment.

La figure V.16 représente l'évolution des résistances a la compression en fonction de la finesse de ciment et le dosage d'activant (KOH)

La résistance à la compression augmente proportionnellement avec le dosage de KOH pour une finesse de 4000 gr/cm³., Par contre, pour les finesses supérieures les mortiers présentent une résistance faible chaque fois le dosage en KOH augmente.

V.3.1.2 Modélisation de la résistance en flexion

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

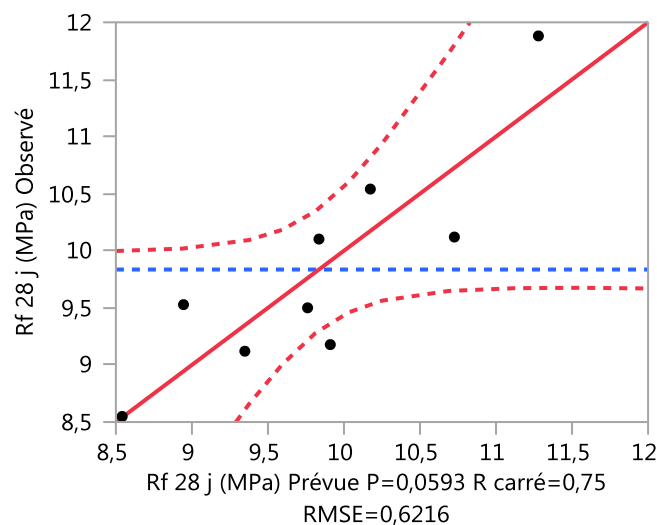


Figure V. 17 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

CONCLUSION GENERALE

Lorsque l'on trace les valeurs observées de modèle quadratique en fonction des valeurs prévues de la réponse (Figure V. 17) résistance mécanique en flexion. On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable. Cela traduit une valeur élevée de coefficient de régression associée au modèle (**$R^2 = 0,75$**) (tableau V.9)

Tableau V. 9 Résumé de l'ajustement

R carré	0,747121
R carré ajusté	0,595394
Racine de l'erreur quadratique moyenne	0,621561
Moyenne de la réponse	9,835333
Observations (ou sommes pondérées)	9

Tableau V. 10 Estimation des coefficients triés

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
SSB	0,0017813	0,000508	3,51	0,0171*
(SSB)*(KOH)	0,000478	0,000311	1,54	0,1846
KOH	0,0373333	0,126876	0,29	0,7804

Le tableau V.10 présente l'estimation des coefficients triés qui influence sur la repense étudiée, on peut constater que la finesse de ciment est beaucoup plus importante que les autres effets. Donc la réponse de résistance mécanique à la flexion en fonction de pourcentage (KOH) et la finesse (cm^2/gr) peut se résumer dans le modèle empirique suivant :

$$R_f = 1.74 + (0.037 * KOH) + (0.017 * SSB) + (KOH - 2) * ((SSB - 4500) * 0.000478)$$

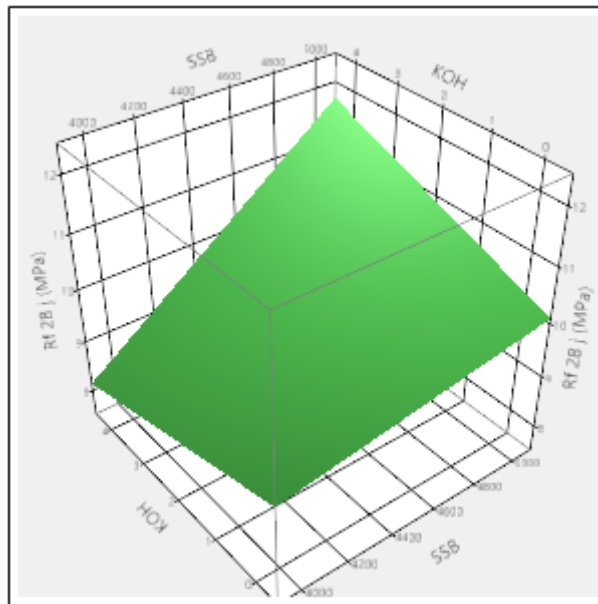


Figure V. 18 L'évolution de la résistance à la flexion en fonction de pourcentage de KOH et la finesse de ciment

La figure V.18 représente l'évolution de la résistance a la flexion en fonction de pourcentage de KOH et la finesse de ciment.

La résistance a la flexion augmente proportionnellement avec l'augmentation de finesse de ciment, cependant, l'accroissance de dosage de KOH provoque une diminution de la résistance à la flexion.

V.4 Effet de l'interaction de NaOH et KOH :

V.4.1 Matrice d'expériences :

Tableau V. 11 Matrice d'expériences.

	R _C 7jours		R _C 14jours	R _C 28jours	R _f 7jours	R _f 14jours	R _f 28jours
T 0%	4000	29,5	31,5	33,2	7,1	7,21	9,12
2%NaOH	4000	13,37	19,11	25,40	8,62	9,67	10,65
4%NaOH	4000	24,61	35,18	39,47	6,83	8,55	10,53
2+2%NaOH+KOH	4000	33,29	49,86	36,95	7,09	7,19	9,07
T 0%	4500	30,10	32	33,40	7,40	8,12	9,50
2%NaOH	4500	31,48	31,53	36,19	7,05	7,93	9,54
4%NaOH	4500	31,29	32,99	36,37	6,85	7,24	11,43
T 0%	5000	31	34,20	34,20	7,51	8,60	10,54
2%NaOH	5000	20,18	20,39	34,45	7,60	8,94	11,75
4%NaOH	5000	21,81	22,28	24,56	7,94	7,51	10,78
2+2%NaOH+KOH	4500	22,06	22,91	24,48	8,10	8,15	9,86
2%KOH	4000	35,19	38,91	44,88	6,51	8,43	9,53
4%KOH	4000	31,89	37,28	52,23	7,32	7,48	8,55
2%KOH	4500	28,76	32,65	37,58	7,18	7,34	10,10
4%KOH	4500	19,69	29,54	49,13	7,01	8,79	9,18
2%KOH	5000	25,25	25,33	26,33	7,02	7,98	10,12
4%KOH	5000	20,18	24,56	25,36	6,82	8,55	11,88
2+2%NaOH+KOH	5000	24,75	24,94	31,58	7,46	8,28	11,14

V4.1.1 Modélisation de la résistance en compression

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

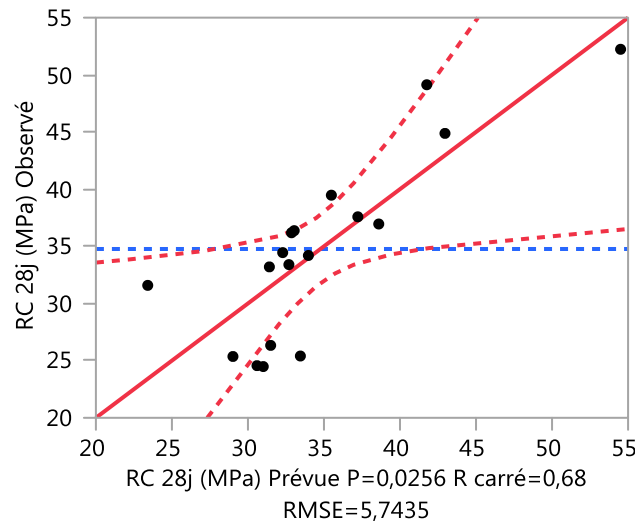


Figure V. 19 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues

Le nuage des points présenté dans le graphe V.19 indique les valeurs observées en fonction des valeurs prévues de la résistance en compression. On peut noter une large dispersion avec un coefficient de corrélation R^2 égale à 0.68. Les valeurs de R^2 et R^2 ajusté signaler dans le tableau V.12 indique que la qualité descriptive du modèle mathématique est bonne.

Tableau V. 12 Résumé de l'ajustement

R carré	0,677422
R carré ajusté	0,501471
Racine de l'erreur quadratique moyenne	5,743482
Moyenne de la réponse	34,76519
Observations (ou sommes pondérées)	18

Tableau V. 13 Estimation des coefficients triés

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
SSB	-0,009274	0,003316	-2,80	0,0174*
(SSB)*(KOH)	-0,007015	0,002569	-2,73	0,0195*
(NaOH)*(KOH)	-1,598649	0,990845	-1,61	0,1349
NaOH	-2,044356	1,398149	-1,46	0,1717

CONCLUSION GENERALE

(SSB)*(NaOH)	-0,001864	0,002569	-0,73	0,4832
KOH	0,1354944	1,398149	0,10	0,9245

D'après le tableau V.13, On remarque que l'effet de finesse de ciment ainsi que l'interaction de finesse et le dosage de KOH sont beaucoup plus importants que les autres effets.

Le modèle mathématique de la résistance mécanique en compression en fonction des 2 activants et la finesse de ciment est déterminé par l'équation suivante :

$$R_c = 77.26 + (-2.04 * NaOH) + (-0.0092 * SSB) + (0.14 * KOH) + (NaOH - 1.333) * ((SSB - 4500) * -0.0018641) + (NaOH - 1.33) * ((KOH - 1.33) * -1.60) + (SSB - 4500) * ((KOH - 1.33) * -0.007)$$

V.4.1.2 Modélisation de la résistance en flexion

Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues :

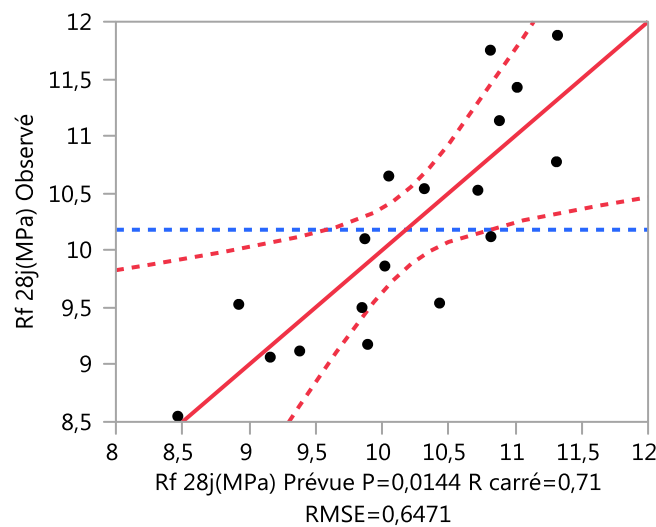


Figure V. 20 Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues

Lorsque l'on trace les valeurs observées de modèle quadratique en fonction des valeurs prévues de la résistance mécanique en flexion, (Figure V. 20)

On constate que les points sont proches à la première bissectrice qui est souhaitable.

Les valeurs de R^2 et $R^2_{ajusté}$ sont très proche de 1 , pour la réponses de résistance mécanique en flexion ($R^2 = 0,71$ et $R^2_{ajusté} = 0,55$), Ces valeurs traduisent la bonne qualité descriptive de ce modèle.

Tableau V. 14 Résumé de l'ajustement

R carré	0,713722
R carré ajusté	0,557571
Racine de l'erreur quadratique moyenne	0,647057
Moyenne de la réponse	10,1805
Observations (ou sommes pondérées)	18

Tableau V. 15 Estimation des coefficients triés

Terme	Estimation	Erreur standard	t ratio	Prob. > t
SSB	0,0014605	0,000374	3,91	0,0024*
(SSB)*(KOH)	0,0004792	0,000289	1,66	0,1259
(NaOH)*(KOH)	-0,108179	0,111628	-0,97	0,3533
NaOH	0,1473	0,157514	0,94	0,3698
KOH	-0,133633	0,157514	-0,85	0,4143
(SSB)*(NaOH)	-8,65e-5	0,000289	-0,30	0,7706

D'après le tableau V.15 de l'analyse des effets de modèle de résistance en compression, il est bien clair que l'effet de finesse influe fortement sur la réponse. En effet, nous remarquons que l'interaction entre la finesse et le dosage de KOH et entre ces deux derniers sont plus influant comparativement aux autres effets.

Le modèle mathématique de la résistance mécanique en flexion en fonction des 2 activant et la finesse de ciment est déterminé par l'équation suivante :

$$R_f = 3,47 + (0,15 * NaOH) + (0,0015 * SSB) + (-0,13 * KOH) + (NaOH - 1,33) * ((SSB - 4500) * -0,000087) + (NaOH - 1,33) * ((KOH - 1,33) * -0,108) + (SSB - 4500) * ((KOH - 1,33) * 0,00048)$$

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale :

Le premier objectif de cette étude était de déterminer l'effet d'activation de ciment par plusieurs méthodes sur le comportement mécanique de mortier.

Deux types d'activation ont été utilisés (chimique et mécanique) ;

- l'activation chimique a été effectuée par l'ajout de deux types d'alcalin (KOH et NaOH) à des dosages de 0, 2 et 4 % .

- l'activation mécanique a été effectuée par le broyage de ciment jusqu'à une finesse élevée de 4000, 4500 et 5000 cm^2/gr .

L'analyse des résultats obtenus de l'étude expérimentale réalisée a permis de tirer les conclusions suivantes :

- * L'activation chimique influe directement sur la résistance mécanique et le délai de prise du liant, cela est due à la présence d'un pH supérieur ou égale à 12 qui favorise la dissolution des constituants du ciment (la présence d'un activateur basique influe directement sur la solubilité des composants du liant), en permettant la formation des hydrates stables et la formation de la structure de la pâte.

- * L'activation du ciment par la soude utilisée comme accélérateur de prise (NaOH) améliore le délai de prise et donne des résistances mécaniques supérieures par rapport au mortier activé chimiquement par la potasse (KOH).

- * L'étude a montré aussi que l'activation combinée (KOH + NaOH) n'est pas toujours avantageuse pour accélérer le durcissement des mortiers à un dosage égale de 2 % pour chacun.

- * Nous remarquons que l'interaction entre la finesse et le dosage de KOH et l'influence de ces deux derniers combinés sont plus constatable sur la réponse mécanique et le développement de la résistance des mortiers comparativement aux autres effets.

Pour compléter cette étude, il s'avère nécessaire de donner quelques perspectives :

CONCLUSION GENERALE

- * Effet de l'activation thermique sur le comportement mécanique du mortier et de béton.

- * Effet de l'activation (chimique et mécanique) du ciment sur le comportement mécanique du béton.

- * Analyse thermogravimétrique par ATD/ATG et DRX pour une meilleure compréhension des constituants de la matrice cimentaire et du développement de durcissement qui va influencer la réponse mécanique à jeune âge et à long terme.

Références bibliographiques:

Aitcin P.C., Concrete the most widely used construction material, Adam Neville Symposium on Concrete Technology, 2nd CANMET/ACI International Symposium on Advances in Concrete Technology, SP-154, Las Vegas, p. 257-266, 1995.

Baron. J, Olivier. JP et Weiss. JC : « Les ciments courants », « Les bétons, bases et données pour leur formulation » - Edition Eyrolles, 806p-1997.

Barret P. – « Thermodynamique chimique : sur l'existence d'un stade d'hydroxylation superficielle dans le processus de dissolution du silicate tricalcique 3CaO , SiO_2 et son influence sur la solubilité de ce constituant du ciment ». *C. R. Acad. Sc.* 1979, vol. 288 (Série C), 1979, p. 461-464.

Barret P., Bertrandie D. – “Fundamental hydration kinetic features of the major cement constituents: Ca_3SiO_5 and bCa_2SiO_4 ”. *Journal de Chimie physique*, vol. 83, n° 11/12, 1986, p. 765-775.

Bombled. R., « Rhéologie du béton frais : influence des ajouts de fillers au ciment ». 8th Congrès Int. De Chimie des Ciments, RIO DE JANEIRO. Sept. 1986, IV, 190-196.

Builm. J., Contribution l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissant , thèse de doctorat de l'école nationale de pont et chaussée ,Rapport de r92,1979,7p

Coillardj., Procédés de traitement des lisiers de porc étudiés en France. Ingénieries-EAT, Vol. 10, 1997, p. 17-33.

De Larrard. F., « Structures granulaires et formulation des bétons », Collection Etudes recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, série Ouvrage d'Art OA34-LCPC, Paris, France.2002, page 12.

E.moudilou,E., *Cinétiques et mécanismes de relargage des métaux lourds présent en traces dans les matrices cimentaires*. Thèse Université d'Orleans, 2000.

Frédéric G., modélisation et optimisation par plan d'expérience d'un moteur a commutation électronique. Thèse de doctorat de l'université des science et technologie de Lille, janvier 1995.

Gegout. P, Hornain. H Thuret. B, et Regourd. M, « Résistance au gel des ciments fillerisés calcaires ». 8th Congrès Int, de Chimie des Ciments, RIO DE JANEIRO. Sept. 1986, V, p. 47-51.

Gegout. P, Hornain. H, Thuret. B, Mortureux. B, Volant. J, et Regourd. M, « Texture et performance des ciments fillérisés ». Ciment, Bétons, Plâtres et Chaux, 1986, 4, 197-203.

Kausel E, Whitman A.,Murray j .,Elsabee F the spring method for embedded foundation -nuclear engineering and desing, vol . No48, 1978.

Kosmatkas.,H ., Panareswe. C., Alleng. .E., Cummmgs,. , (1991), Dosage et contrôle des mélanges de béton D, Association Canadienne du Ciment Portland. 2 13 p.*

Malhotrav, .M., (1987), « Propriétés du béton frais et du béton durci renfermant du laitier de haut fourneau granulé et broyé », Matériaux complémentaires en cimentation pour le béton, Canmet, V.M. Malhotra, ed., p. 328-371

Manai. K, « Etude de l'effet d'ajouts chimiques et minéraux sur la maniabilité, la stabilité et les performances des bétons autonivelants », Mémoire de maîtrise en sciences appliquées, Sherbrooke, Canada, 1995.

Mansour S ,M. Ghrici, M . Kenai : "Effets de la combinaison de la pouzzolane et du calcaire sur les propriétés des mortiers et bétons ." Congre international sur la Réhabilitation des Constructions et Développement Durable .Alger 3 et 4 Mai- 2005.

Meatf, ministère de l'équipement et de l'aménagement du territoire de France, « les pouzzolanes et les basalts », bull n°92 Nov-Déc 1977 p 91-112, bull n°93 Fev 1978 p 61-69.

Mehta P.K., Concrete Structure, Properties, and Materials, Prentice-Hall, 1986.

Meukam. P,« Caractérisation de matériaux locaux en vue de l'isolation thermique de bâtiments », Thèse de doctorat, Université de Gergy-Pontoise, 2004.

Miller. E.W, « Blended cements - Applications and implications », Cément and Concrete Composites, Vol. 15, No. 4, PP. 237-245, 1993

Perlot C., (2005), «Influence de la décalcification de matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert : application au stockage profond de déchets radioactifs» Thèse de doctorat Université Paul Sabatier de Toulouse U.F.R. P.C.A. et Faculté de Génie de l'université de Sherbrooke.

Regourd, M., (1986), « Microstructure of cement blends including fly ash, silica fume, slag and fillers », Rapport CERLLH.

Romilliat. E, « Etude des modes d'action d'agents de mouture sur le broyage du clinker », Thèse de Doctorat Université Jean Monnet de Saint-Etienne, **2006,136p.**

Shi C., (2001). "An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans". Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 28(5), pp. 778-786.

Shi, C., Day, R. L., (1993b). "Chemical activation of blended cement made with lime and natural pozzolans". Cement and Concrete Research, Vol. 23(6), pp. 1389–1396.

Verbeck. G.J, Helmuth. R.H, «Structures and physical properties of cement paste», Proc. 5th International Symposium on the Chemistry of Cement, Tokyo, 3, 3-1, pp.1-44, 1968.

Vernet. C, Cadoret. G, (1991), Compte- rendus du Colloque «Voies Nouvelles du Béton», Suivi en continu de l'évolution chimique et mécanique des bétons à hautes performances pendant les premiers jours, Cachan, France,pp.p. 17.

Vigier M ; pratique des plan d'expérience : méthodologie Taguchi. les éditions d'organisation, 1988

Vivier Stéphane « Stratégies d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis » Doctorat these ,2000

Vornovitchl. V, Dron R, «Action des différents activants sur l'hydratation du laitier granulé », bull. Liaison Labo. p. ET Ch -83 - mai-juin 1975-Réf. 1810.

Walter Tinsson 'constructions et analyses statistiques Plans d'expérience,2000.