



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

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Boudiaf - M'sila

Faculté de Technologie



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

Département de GENIE CIVIL

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER

FILIERE : Génie Civil

SPECIALITE : Matériaux

THEME

**Contribution à la caractérisation d'un ciment à
base du laitier +5 % de calcaire**

Dirigé par :

Pr. BEDDAR Miloud

Dr. MEDDAH Abdelaziz

Présenté par :

BENCHEIKH Amel

Promotion: 2015/2016

DÉDICACE

Je dédie ce travail à mes parents dont le soutien et les encouragements ininterrompus ont permis à ce travail de voir le jour

Mes sœurs: Nesrine et Malika

A ma fidèle amie: RAHMOUNI Abla

A mes chères cousine: Dounia-Meriem-Feriel-Maissa

A MES CHERS AMIES

A toute ma famille

Que ce travail soit une part de ma reconnaissance envers eux.

BENCHEIKH Amel

REMERCIEMENTS

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mon Encadreur de mémoire Monsieur **BEDAR Miloud**. Je le remercie de m'avoir encadré, orienté, aidé et conseillé..*

*Je remercie très spécialement Monsieur **RAHMOUNI Zine El abidin**, **YAHIA-Mohamed** et l'équipe de **LAFARGE : DAHMANI Bachir -BOUBAKRI Mouhamed -RABEH Sílaa-HADAD Nouí**. Ainsi que tous les personnes du laboratoire de L'Usine Lafarge M'síla.*

J'adresse mes sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidé mes réflexions et ont accepté à me rencontrer et répondre à mes questions durant mes recherches.

Je remercie mes très chers parents, qui ont toujours été là pour moi,

Je tiens à remercier mes camarades de classe, pour leur amitié, leur soutien inconditionnel et leur encouragement.

Enfin, je remercie tous mes Amis que j'aime pour leur sincère amitié et confiance, et à qui je témoigne de ma reconnaissance et mon attachement.

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Partie bibliographique

Chapitre I : Revue générale su les ciments

Introduction.....	3
I-1-Historique.....	3
I-2-Définition	4
I-3-Les Constituants du ciment.....	5
I-3-1 -Clinker	5
I-3-2-Le gypse	6
I-3-3-Les additifs.....	6
I-4- Procèdes et techniques de fabrication du ciment	7
I-4-1-Différents procédés	7
I-4-2-Techniques de fabrication	7
I-4-2-1-Extraction et préparation des matières premières	8
I-4-2-2- Séchage et broyage	8
I-4-2-3- Cuisson.....	9
I-4-2-4-Broyage du ciment	10
I-5-Hydratation du ciment	11
I-5-1-Introduction.....	11
I-5-2-Hydratation des composants du ciment Portland.....	11
I-5-2-1-Hydratation du silicate tricalcique C_3S	12
I-5-2-2-Hydratation du silicate bi calcique C_2S	13
I-5-2-3-Hydratation de l'aluminate tricalcique C_3A	13
I-5-2-4-Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C_4AF	14
I-5-3-Conclusion	14
I-6-Classification des ciments.....	14
I-6-1-Classification des ciments en fonction de leur composition.....	14
I-6-2- Classification des ciments en fonction de leur résistance normale.....	15
I-7-Caractéristiques du ciment	16
I-7-1-Caractéristiques physico-chimiques	16
I-7-1-1-Indice d'hydraulicité	16
I-7-1-2-Prise	17

I-7-1-3-Durcissement	17
I-7-1-5-Finesse de mouture	17
I-7-1-6-Retrait.....	17
I-7-1-7-Expansion.....	17
I-7-1-8-Gonflement	18
I-7-2- Caractéristiques chimiques	18

Chapitre II : Les ajouts Cimentaires

Introduction	19
II-1-Bénéfices de l'utilisation des ajouts minéraux	19
II-1-1-Bénéfices fonctionnels.....	19
II-1-2-Bénéfices économiques	19
II-1-3-Bénéfices écologiques et environnementaux.....	20
II-2-Classification des ajouts minéraux	20
II-2-1-Les cendres volantes	21
II-2-2-Les laitiers de haut fourneau.....	21
II-2-3-Fillers calcaires	21
II-2-4-La fumée de silice.....	22
II-3-Rôle de l'ajout cimentaire	22
II-3-1.Rôle granulaire des ajouts cimentaires	22
II-3-2-Rôle pouzzolanique des ajouts cimentaire	23
II-3-3-Rôle mécaniques des ajouts cimentaires	23
II-4-L'utilisation des ajouts en Algérie.....	24
II-5-Importance des additions dans l'industrie cimentière	25
II-6-Normalisation des additions	26
II-7-Le laitier.....	27
II-7-1-Histoires des ciments au laitier.....	27
II-7-2-Définition et leur composition.....	27
II-7-3-Différents types de laitiers.....	29
II-7-3-1-Le laitier vitrifié.....	29
II-7-3-2- Le laitier cristallisé	30
II-7-4-Hydratation du laitier.....	30
II-7-4-1-Activation par le clinker	30
II-7-4-2-Activation alcaline.....	31
II-7-4-3-Activation sulfatique	31

II-8-Le calcaire	32
II-8-1-Les fillers calcaires	32
II-8-2-Différents types de calcaire	33
II-8-3-Réactivité des calcaires.....	33
Conclusion	34

Partie expérimentale

Chapitre III : Caractérisation des matériaux

Introduction.....	35
III – 1-Méthodologie de travail.....	35
III -2- Caractéristique des matériaux utilisés	37
IV-2-1- Description et caractéristiques physiques des matériaux utilisés	37
III-2-2- Les Analyses chimiques et minéralogiques	37
III-2-2-1 Analyse par spectrométrie de fluorescence X (XRF).....	37
III-2-3-Le clinker	38
III-2-3-1-Composition minéralogique du clinker selon la Formule de Bogue.....	38
III-2-4-Le gypse	39
III-2-5- Laitier	39
III -2-6- Calcaire	40
III-2-7-Sable normalisé	41
III-2-8-Eau de gâchage.....	42
III-3-Formulation des ciments a des pourcentages variés	43
III-3-1-Formulation des ciments	44
III-3-2-Analyses chimiques des différents ciments obtenus	44

Chapitre IV : Procédures expérimentales

Introduction.....	45
IV-1- Les conditions de laboratoire	45
IV-2 Les propriétés physiques	46
IV-2-1 Déterminations de la densité de ciments	46
IV-2-2 Mesure de la finesse du ciment (<i>Norme NF P 15-442 -EN-196-6</i>).....	46
IV-2-3 Analyse granulométrique (Méthode alpine).....	48
IV-3-Détermination les propriétés rhéologiques	49
IV-3-1- La détermination de la consistance normale : <i>Norme européenne EN 196-3</i>	49
IV-3-2 -Essai de prise (<i>Norme EN 196-3</i>).....	51

IV-3-3- Détermination de la stabilité (<i>EN 196-3</i>)	52
IV-4 -Détermination des propriétés mécaniques	54
IV-4- 1-Définition et formulation du mortier normal (<i>EN 196-1</i>)	54
IV-4-2-Les essais sur mortier	58
IV-4-2-1-Mesure du Retrait sur éprouvette de mortier normal	58
IV-4-2 -2- Détermination de la chaleur d'hydratation	60
IV-5-Résultats des essais	63
IV-5-1-résultats des essais physiques.....	64
IV-5-2-résultats des essais mécaniques.....	65
 Chapitre V : Résultats et discussion	
Introduction	66
V-1-l'influence du Taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) Sur la densité du Ciment	66
V-2-Influence du taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) sur la surface spécifique du ciment préparés	67
V-3-Influence du taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) sur la Consistance Normale	68
V-4-Effet du taux d'ajout (laitier, filler calcaire) sur le phénomène du début et fin de prise	69
V-5-Influence du Taux d'ajout (laitier et filler Calcaire) sur la Stabilité du Ciment.....	71
V-6-Effet des couples laitier/ filler calcaire sur la résistance mécanique.....	72
V-7-Effet des couples laitier/ filler calcaire sur le retrait	73
V-8-Effet des couples laitier/ filler calcaire sur le gonflement.....	74
V-9-Effet du taux d'ajout laitier /filler calcaire sur la Chaleur d'hydratation	76
V-10-Effet de chaleur d'hydratation sur le temps de prise (Début et fin de prise).....	77
V-11-Analyse granulométrique	79
V-11-1-Granulométrie à Méthode Alpine.....	79
V-12-La relation entre le Refus 32 et la surface spécifique des ciments préparés	80
V-13-Comparaison entre (CEM 10 65% laitier +5 % filler calcaire) et CHF de cimenterie Lafarge M'sila.....	82
Conclusion générale et Recommandations	84

Annexes

Références bibliographiques

RESUME

Liste des tableaux

Tableau I-1: les quatre phases cristallines principales [7] [6].	6
Tableau I-2: Composition chimique du gypse.	6
Tableau I-3 : Désignation des différents types de ciment en fonction de leur composition.	15
Tableau I-4 : Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe [12].	15
Tableau I.5: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants.	18
Tableau II-1 : Classification des ajouts selon leur réactivité.	20
Tableau II-2 : Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes [27].	25
Tableau II-3: Composition chimique d'un laitier [33].	28
Tableau III-1 : Caractéristiques physiques des matières premières.	37
Tableau III- 2 : composition chimique et minéralogiques du clinker.	38
Tableau III-3 : Composition minéralogique du clinker selon la Formule de Bogue.	38
Tableau III- 4 : composition chimique de gypse.	39
Tableau III- 5 : composition minéralogique de gypse.	39
Tableau III- 6 : composition chimique de laitier.	40
Tableau III-7: composition minéralogique de laitier.	40
Tableau III-8: composition chimique de calcaire.	40
Tableau III- 9: composition minéralogique de calcaire.	40
Tableau III-10 : Composition granulométrique du sable de référence CEN.	41
Tableau III- 11: Formulation des ciments a des pourcentages variés.	44
Tableau III- 12 Analyses chimiques des différents ciments obtenus.	44
Tableau IV-1 : résultats des essais physique.	64
Tableau IV-2: résultats des essais mécaniques.	65
Tableau V-1- la masse volumique absolue des ciments élaborés.	66
Tableau V-2 - la surface spécifique des ciments élaborés.	67
Tableau V-3 - La consistance normale des ciments élaborés.	69
Tableau V-4 le temps de prise des ciments élaborés.	70
Tableau V-5 : Propriétés physiques des ciments préparés (Expansion de Chatelier).	71
Tableau V-6 la Résistance à la Compression des ciments élaborés.	72
Tableau V-7 - Propriétés physiques des ciments élaboré (retrait du mortier).	74
Tableau V- 8- Gonflement du mortier normal en fonction du taux d'ajouts (laitier – filler calcaire).	75

Tableau V-9 : La chaleur d'hydratation de mortier normal en fonction du taux d'ajouts (laitier-calcaire).	77
Tableau V-10- Chaleur d'hydratation en fonction de temps de prise.	78
Tableau V-11 - Analyse granulométrique de ciment préparé (ALPINE).	79
Tableau V-12-Le Refus 32 et la surface spécifique des ciments préparés.....	81
Tableau V-13 : Comparaison entre CEM 10 et CHF (de cimenterie Lafarge M'sila).	82

Liste des figures

Figure I.1 : Composition chimique du clinker.	5
Figure I-2: Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies.	8
Figure I-3: Broyeur sécheur à boulets.	9
Figure I-4: Schéma descriptif des différentes phases de cuisson.	10
Figure I-5: Grains polycristallins d'un ciment anhydre.....	11
Figure I-6:CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#), La porosité est repérée par (O).	12
Figure I-7 : Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire dans un béton.....	13
Figure II-1 : Diagramme triangulaire de Keil : système $\text{CaO} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 = 100$ [34].	28
Figure II-2 : laitier bouleté [33].....	29
Figure II-3: Laitier cristallisé compact [33].....	30
Figure III - 1 : Chambre de séchage.....	35
Figure III-2 : Concasseur à mâchoire.	36
Figure III-3 : Broyeur à boulets(BB10).....	36
Figure III- 4 :Clinker (Laboratoire de Lafarge M'sila).....	38
Figure III- 5 : Laitier de grec (Laboratoire de Lafarge M'sila)	39
Figure III- 6 : Calcaire Chouf Ammar (Laboratoire de Lafarge M'sila).	40
Figure III-7 : sable normalisé.	41
Figure III-8 : Courbe granulométrique du sable normalisé.....	42
Figure III-9 : Distillateur (Lafarge de M'sila).	42
Figure III-10: Ciment préparé dans cimenterie Lafarge.....	43
Figure IV-1 : Thermomètre (Laboratoire de Lafarge M'sila).....	45
Figure IV-2 : Flasque Le Chatelier.	46
Figure IV- 3 : Le Densimètre de Le Chatelier.	48
Figure IV- 4 : Tamiseuse à courant d'air	49
Figure IV- 5: Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance.	50
Figure IV- 6 :L'appareil de Vicat.....	52
Figure IV-7 : les moules élastique.....	53
Figure IV-8 : les moules dans La Chambre d'humidité.....	53
Figure IV-9 : Une bouilloire.....	54
Figure IV-10:les Aiguillé de Chatelier.....	54
Figure IV-11 : Malaxeur semi-automatique de mortier.	55
Figure IV-12 : Table à choc.	56

Figure IV-13 : La Chambre d'humidité.	57
Figure IV-14: Démoulage des éprouvettes.....	57
Figure IV-15 : Conservation des éprouvettes dans l'eau.	58
Figure IV-16: Appareil de compression et de flexion.....	59
Figure IV-17:Comparateur de Retrait (Laboratoire de Lafarge M'sila).....	60
Figure IV-18: Calorimètre Langavant (Laboratoire de Lafarge M'sila).	63
Figure V-1 - la masse volumique absolue des ciments élaborés.....	67
Figure V- 2 - la surface spécifique des ciments élaborés.	68
FigureV-3 -la variation de consistance normale en fonction pourcentage des ajouts des ciment élaborés.....	69
Figure V-4-la variation de début et fin de prise en fonction pourcentage des ajouts des ciment élaborés.....	70
Figure V-5 : Effet du taux d'ajout laitier+filler calcaire sur l'expansion du ciment élaboré.	71
Figure V- 6:Effet du Taux d'ajout (laitier-calcaire) sur la Résistance à la Compression.	73
Figure V-7 -Evolution du retrait du mortier en fonction de taux d'ajouts (laitier-calcaire)	74
Figure V -8 -Evolution du gonflement du mortier en fonction de taux d'ajouts (laitier-calcaire).	76
Figure V-9- Effet du taux d'ajout (laitier-filler calcaire) sur la chaleur d'hydratation.	77
Figure V-10- Effet de chaleur d'hydratation en fonction de début de prise.	78
Figure V-11 - Effet chaleur d'hydratation en fonction de fin de prise.....	79
Figure V-12 : Propriétés physiques des ciments préparés (refus sur tamis 32 μm & 45 μm).	80
Figure V-13- La relation entre le Refus 32 et la surface spécifique des ciments élaboré.....	81
Figure V-14 : Le temps de prise de CEM 10 et CHFF	82
Figure V -15: La résistance mécanique a la compression de CEM 10 et CHFF.....	83

ملخص

في مصانع الاسمنت البحث على رابط اقل تكلفة نستعمل نفايات المصانع و المصادر الطبيعية تصبح قلق كبير في صناعة الاسمنت.

إن تدعيم استعمال الإضافات الإسمنتية هي حاليا جزء من التطورات الأخيرة في إنتاج الاسمنت ،مما أدى إلى تحسن وعلاوة على ذلك , إن استعمالها يؤدي إلى انخفاض في استهلاك مادة الكلنكر أبير للخصائص الميكانيكية للمواد الإسمنتية المشاكل البيئية بطريقة بسيطة و اقتصادية. تهتم هذه الدراسة التجريبية إلى تحضير اسمنت ذو إضافات معدنية ويساهم في حل باستبدال نسبة مئوية معينة من مادة الكلنكر بمادة خبث الفرن+5 من مادة الكالكير. لقد قمنا في هذه الدراسة بتغيير نسبة مادة الكالكير في الاسمنت باستعمال طريقة الاستبدال التغيير الجزئي لدراسة أثره على للاسمنت المحضر بالمواد المعدنية المضافة كذلك المقاومة الميكانيكية للمونة.

إن الخصائص الفيزيائية والكيميائية للاسمنت المحضر بالمادة المعدنية المضافة في الحالة الجافة والمبللة القوام القياسي للعجينة كذلك مميزات المونة في الحالة الصلبة ، منها التقلص الانتفاخ ، والمقاومة الميكانيكية و مقاومة الضغط ، تم تحديدهم خلال هذا العمل التجريبي ووفقا لنتائج التجارب التي حصل عليها ، يتبين لنا أن كمية المواد المضافة والتراكيب الكيميائية للاسمنت المصنع هي العوامل الرئيسية التي تؤثر على تغيير المقاومة الميكانيكية للمونة المختبرة.

هذه المذكرة تنتهي بمقارنة بين الاسمنت المحضر ولاسمنت المقاوم .

الكلمات المفتاحية :

الاسمنت، الاضافات المعدنية ،خبث الافران، الكالكير،المقاومة ،المونة.

RESUME

Dans l'industrie cimentaire, la recherche d'un liant moins coûteux en utilisant des déchets industriels et des ressources naturelles est devenue une préoccupation majeure pour palier au déficit dans la fabrication du ciment Portland.

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

D'autre part leurs utilisations ont pour objectifs de réduire la consommation de clinker, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes liés à l'environnement. Dans cette étude, nous avons fait varier le pourcentage de l'ajout laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%) et en fixant le filler calcaire 5 %) dans le ciment par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker) afin d'étudier son effet sur les propriétés physico-chimique du ciment confectionné avec l'addition minérale et le comportement mécanique du mortier.

Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et l'état hydraté, ainsi que les caractéristiques des mortiers préparés, telles que, le retrait, le gonflement, le comportement mécanique (résistances mécaniques) du mortier ont été étudiées. D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la quantité d'ajout et la composition chimique du ciment confectionné sont les principaux paramètres qui influent sur la variation des résistances mécaniques des mortiers testés.

Ce mémoire est finalisé par une comparaison entre ciment élaboré le plus performant et le CHF.

Mots -clés :

Ciment, les ajouts minéraux, laitier, calcaire, la résistance, mortier, CHF.

Abstract

In cementing industry, the research for a less expensive binder by using industrial waste and natural resources became a major point to solve the deficit in the manufacture of Portland cement.

The mineral additions currently form part of the most recent developments in the production of cement, because their uses make a improvement of the mechanical properties and chemical of cementing materials. In addition, their uses aim to reduce the clinker consumption, while contributing in a simple and economic manner to solve the problems involved in the environment.

In this study, we varied the percentage of the slag addition (6%, 10%,20%, 25%, 30%, 35%, 40%,50%, 65%, 70%, 80%,85% and 90%) while the calcareous fillers is fixed at 5% of cement by using the substitution method (replacement partial of the clinker) in order to study its effect on the physico-chemical properties of cement made of the mineral addition and to see its effect on the mechanical behavior of the mortar.

The physico-chemical properties of cement in an anhydrous state and the hydrated state, as well as the characteristics of the ready-mixed mortars, such as, the withdrawal, swelling, the mechanical behavior (mechanical resistances) of the mortar were studied. According to the experimental results obtained, it can be seen that the quantity of addition and the chemical composition of the elaborated cement are the principal parameters which influence the variation of the mechanical resistances of the mortars tested.

This memory is finalized by a comparison between the elaborate cement most powerful and the CHF.

Key words:

Cement, mineral additions, slag, limestone, resistance, mortar,CHF.

Introduction générale

Contexte

Le ciment est nécessaire à la fabrication du béton. En terme d'énergie nécessaire à sa production, le ciment se classe au troisième rang de tous les matériaux, devancé seulement par l'acier et l'aluminium. Selon certaines études, la fabrication d'une tonne de ciment génère environ une tonne de CO₂. Il est responsable d'environ 5% des émissions de ce gaz sur la planète. Cette situation doit être prise au sérieux car le béton est appelé à jouer un rôle de plus en plus important dans le développement et le maintien de l'activité humaine. L'utilisation de résidus industriels récupérés et recyclés, tels que les ajouts cimentaires et les gisements de ressources naturelles tels que le laitier et le calcaire, comme produits de remplacement partiel du ciment Portland dans le béton, permet de réduire les émissions des gaz à effet de serre et se traduit par la fabrication d'un béton non polluant et durable sur le plan environnemental. La minimisation de l'élimination de ces résidus industriels et la diminution de la demande en ressources présente généralement une durée de vie plus longue que le béton « traditionnel ». Dans l'industrie de ciment lorsqu'un des ajouts cimentaires est ajouté au ciment, ce dernier est dit « binaire » et s'il y'en a deux ajouts il est appelé « ternaire ». Cette approche qui consiste à unir divers matériaux cimentaires existe depuis le début des années 80. Par contre ce n'est que depuis quelques années que l'industrie du béton se montre de plus en plus réceptive à cette nouvelle façon de faire le béton. En plus de procurer une très grande durabilité, le ciment ternaire permet au béton d'être beaucoup plus imperméable aux agressions chimiques. Un autre avantage est qu'il permet au béton de poursuivre sa performance mécanique même après la période de mûrissement normale de 28 jours, c'est pourquoi il est utilisé pour des projets de constructions devant être particulièrement durables, comme les chaussées, les ponts, les tunnels, les viaducs, les barrages et les plates-formes pétrolières.

La conception d'un béton est extrêmement liée à l'environnement dans lequel il va être exposé durant la durée de vie d'un ouvrage. Certains ions, dans un environnement aqueux peuvent être néfastes pour le ciment hydraté et par conséquent pour l'intégrité du matériau béton.

Problématique

Pour limiter l'impact environnemental relatif au procédé de production du ciment (émissions de CO₂ lors de la phase de décarbonatation du cru, consommation énergétique importante lors de la phase de clinkerisation), l'emploi de ciment partiellement substitué par des additions minérales est envisagé comme solution pour l'industrie de ciment. Les principales propriétés du liant exigées pour ce type d'application doivent combiner une résistance proche des liants actuellement utilisés ainsi qu'une durabilité optimale à long terme. Pour atteindre ces objectifs, la solution proposée est d'employer des liants composés incorporant du laitier de haut fourneau et du filler calcaire.

Objectif de l'étude

L'objectif de ce travail comme on a annoncé est d'étudier l'effet de l'ajout de différents pourcentage de laitier(6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%) et de 5% calcaire aux ciments.Pour atteindre cette objectif, nous avons établi une méthodologie repose sur deux étapes principales : La première étape consiste à étudier l'influence de l'ajout : laitier + filler calcaire sur les propriétés physiques et rhéologiques du ciment préparé à savoir le poids spécifique, la finesse, le temps de prise, la consistance...etc)

.La deuxième étape porte sur l'effet de l'incorporation du laitier et filler calcaire sur les propriétés mécaniques du ciment élaboré ainsi que la stabilité volumétrique (retrait, gonflement) du mortier.

Structuration du mémoire

Ce mémoire se compose de deux grandes parties :

La première partie comporte deux chapitres correspond à une partie bibliographique, le premier chapitre présente une revue générale sur les ciments (historique, définition, Procèdes et techniques de fabrication du ciment et mécanisme d'hydratation.....), le deuxième chapitre présente les ajouts cimentaires il diviser en trois parties:

- La première partie présente une revue générale sur les ajouts cimentaires : définition, classification, l'utilisation..... ;
- La deuxième partie à été consacrée à l'étude de laitier et mécanisme de leur hydratation ;
- La troisième partie à été consacrée à l'étude de filler calcaire et de leur réactivité ;

La deuxième partie de ce mémoire est consacrée à l'étude expérimentale, elle contient le chapitre III, IV et V, le troisième chapitre présente les caractéristiques des matériaux, le quatrième chapitre présente les défèrent essais, le cinquième présente tous les résultats obtenus dans le cadre des différents essais réalisés et une analyse et une discussion des résultats obtenus, et finalement une conclusion tirées de ce travail.

Chapitre I : Revue générale su les ciments

Introduction

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. En fonction de la nature des constituants utilisés et de leurs proportions dans les mélanges réalisés, cette poudre « magique » qu'est le ciment permet la mise au point d'une grande variété de produits répondant ainsi aux besoins des concepteurs, des utilisateurs et des exploitants des ouvrages, ceci dans des domaines aussi divers que le bâtiment, les ouvrages d'art, le génie civil et les routes. À cet égard, on peut citer le béton, matériau de construction le plus utilisé dans le monde, mais aussi tous les matériaux traités aux liants hydrauliques employés dans la construction des infrastructures de transport. [1]

I-1-Historique

Le terme **ciment** est issu du latin *coementum* qui signifie mortier, liant des maçonneries. Ce sens étymologique a donc été à peu près conservé; il s'est toutefois restreint aux seuls liants dits hydrauliques – parce qu'ils sont capables de durcir sous l'eau –, dont le durcissement est dû aux réactions chimiques d'hydratation des silicates et des aluminates de chaux [2].

❖ Origines

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 Ier siècle avant J.-C., 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 XVIIIème 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 [2].

❖ Deuxième naissance et industrialisation

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 18 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 [2].

❖ Naissance de l'industrie cimentière

La première usine de ciment a été créée par Dupont et Demarle en 1846 à Boulogne-sur-mer. 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 [3].

I-2-Définition

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise par suite de réaction et processus d'hydratation et qui après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [4].

Dans le langage courant, le terme de ciment peut être source de confusion lorsqu'il est utilisé pour désigner à la fois : [5]

- 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 [5] :

- **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-3-Les Constituants du ciment

Les ciments sont constitués, par mélange et broyage. Ils se composent de:

I-3-1 -Clinker

Produit obtenu par cuisson (clinkérisation) des constituants du ciment à 1450°C. Il se présente sous forme de nodules durs et cristallisés, et est constitué en majeure partie de silicates et d'aluminates de calcium anhydres;

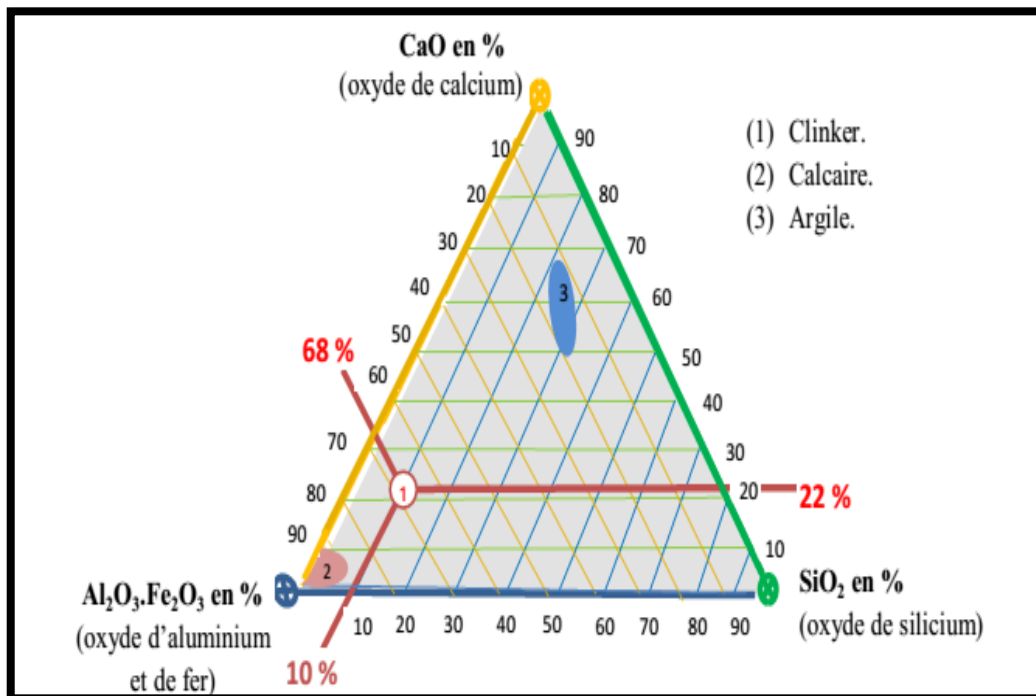


Figure I-1 : Composition chimique du clinker.

La composition minéralogique des clinkers peut être évaluée par des ratios calculés ou modules qui tiennent uniquement compte des éléments majeurs. Parmi les formules servant à calculer la teneur en composants 'la formule de Bogue' [6], qui donne, à titre d'exemple pour un clinker ordinaire les relations suivantes:

$$\begin{aligned}
 C_3S &= 4.071 C - 7.602 S - 6.719 A - 1.430 F \\
 C_2S &= 8.602 S + 5.068 A + 1.079 F - 3.070 C \\
 &\text{ou } 2.868 S - 0.754 C_3S \\
 C_3A &= 2.650 A - 1.692 F \\
 C_4AF &= 3.043 F
 \end{aligned}$$

Dans ces conditions, il est établi que le clinker est principalement constitué en proportions variables de :

<i>Nom</i>	<i>Formule chimique</i>	<i>Notation symbolique</i>	<i>Teneur %</i>
-Silicate tricalcique 'Alite'	3CaO.SiO₂	C₃S	45.0<60<79.7
-Silicate bicalcique 'Belite'	2CaO.SiO₂	C₂S	5.7<25<29.8
-Aluminate tricalcique 'Aluminate'	3CaO.Al₂O₃	C₃A	1.1<5<14.9
-Alumino-ferrite tétracalcique 'Ferrite ou aluminoferrite ou brownmillerite';	4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃	C₄AF	2.0<10 < 16.5

Tableau I-1: les quatre phases cristallines principales [7] [6].

I-3-2-Le gypse

Le gypse dénommé aussi gypsite est une roche saline commune des bassins sédimentaires soumis à subsidences, elle est composée principalement du minéral gypse, minéral salin très commun des séries sédimentaires, et de sulfate doublement hydraté de calcium. Ce dernier est à la fois une espèce chimique et une espèce minérale, décrite par la formule CaSO₄.2H₂O. Le gypse est la roche qui permet de fabriquer industriellement le plâtre [8].

composant	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl ⁻
%	10.05	2.99	1.55	26.90	3.86	0.41	0.05	30.33	0.007

Tableau I-2: Composition chimique du gypse.

I-3-3-Les additifs

On les ajoute éventuellement afin d'améliorer certaines propriétés. Les additifs ne doivent pas présenter des actions nocives sur les propriétés des ciments mais ils peuvent, suivant les cas, modifier certaines de leurs caractéristiques. Il peut s'agir d'agents de mouture, fréquemment employés, qui sont des sels organiques solubles utilisés à des doses extrêmement faibles. Il peut s'agir également de sels solubles, tels certains adjuvants pour mortier, béton ou coulis. La proportion d'additifs doit toujours rester très faible, le pourcentage admis ne doit pas dépasser 0.5% de la masse totale, valeur dans laquelle se trouve comprise la proportion d'agent de

mouture, et ceci pour tous les ciments à l'exception des CEM III/A ou B et des CEM III/C, pour lesquelles la proportion de sels chlorés (NaCl) est autorisée jusqu'à 1% [8].

I-4- Procèdes et techniques de fabrication du ciment

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-4-1-Différents procédés [9]

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 précalcinateur (de type AT 'air- through' ou AS 'air séparé'), 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 (électrofiltres, filtres cyclones et multicyclones, dépoussiéreurs électrostatiques...).

Dans **le procédé par voie semi-sèche**, la poudre est agglomérée sous forme 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-presses est ensuite extrudé sous forme de granules et introduit dans un préchauffeur à grilles ou directement dans un 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'à 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-4-2-Techniques de fabrication [10]

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,...

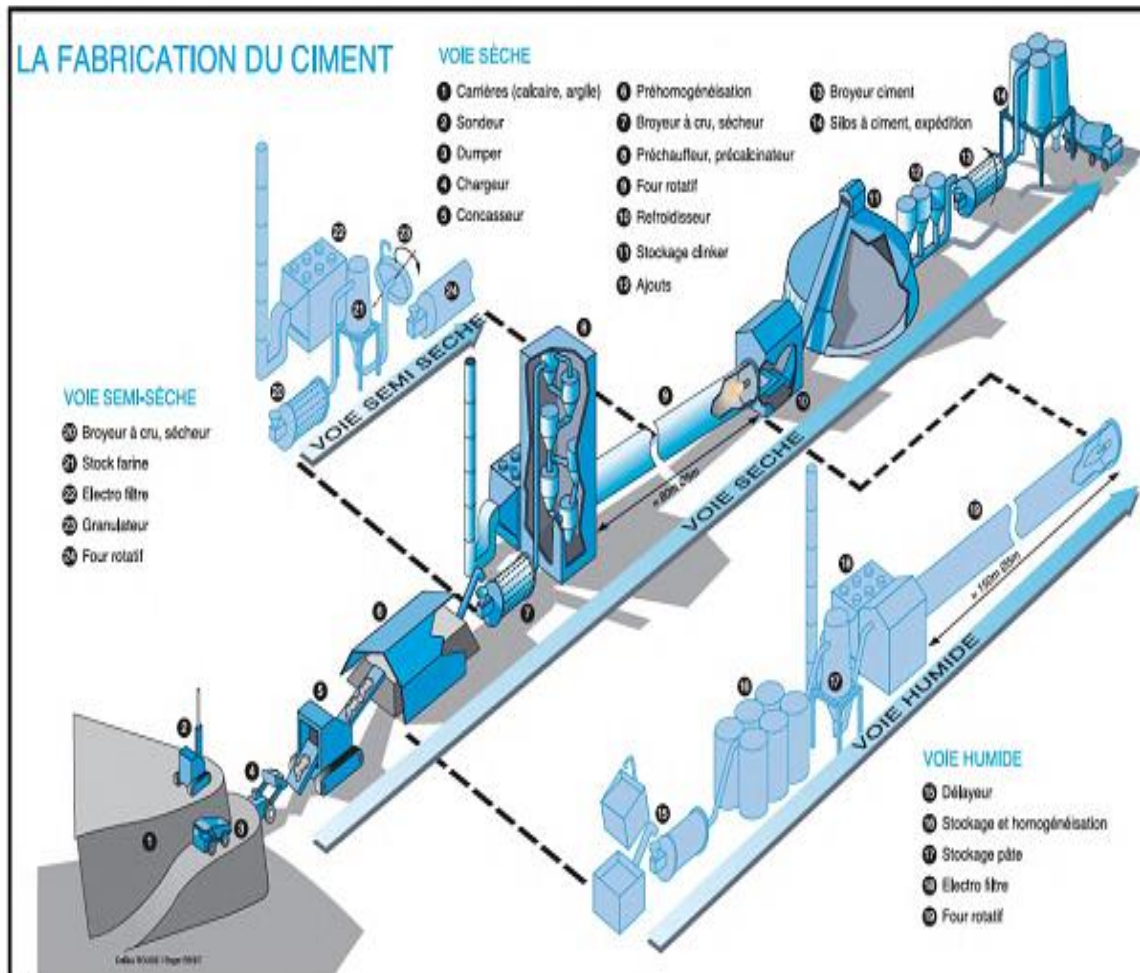


Figure I-2: Schéma de fabrication du ciment portland selon les différentes voies.

I-4-2-1-Extraction et préparation des matières premières

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-4-2-2- Séchage et broyage

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.3 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-3: Broyeur sécheur à boulets.

I-4-2-3- Cuisson

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:

- Jusqu'à 100°C: évaporation de l'eau libre.
- $T > 100^{\circ}\text{C}$: Evaporation de l'eau constitutive à l'intérieur des minéraux.
- $T > 600^{\circ}\text{C}$: Décomposition des matières argileuses. (Silice SiO_2 Fe_2O_3).
- $T > 850^{\circ}\text{C}$: Décarbonatation du calcaire
- $T > 900^{\circ}\text{C}$: Commencement des processus d'interaction entre la chaux (CaO) et les oxydes d'argile (SiO_2)
- $T = 1450^{\circ}\text{C}$: 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 un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker.

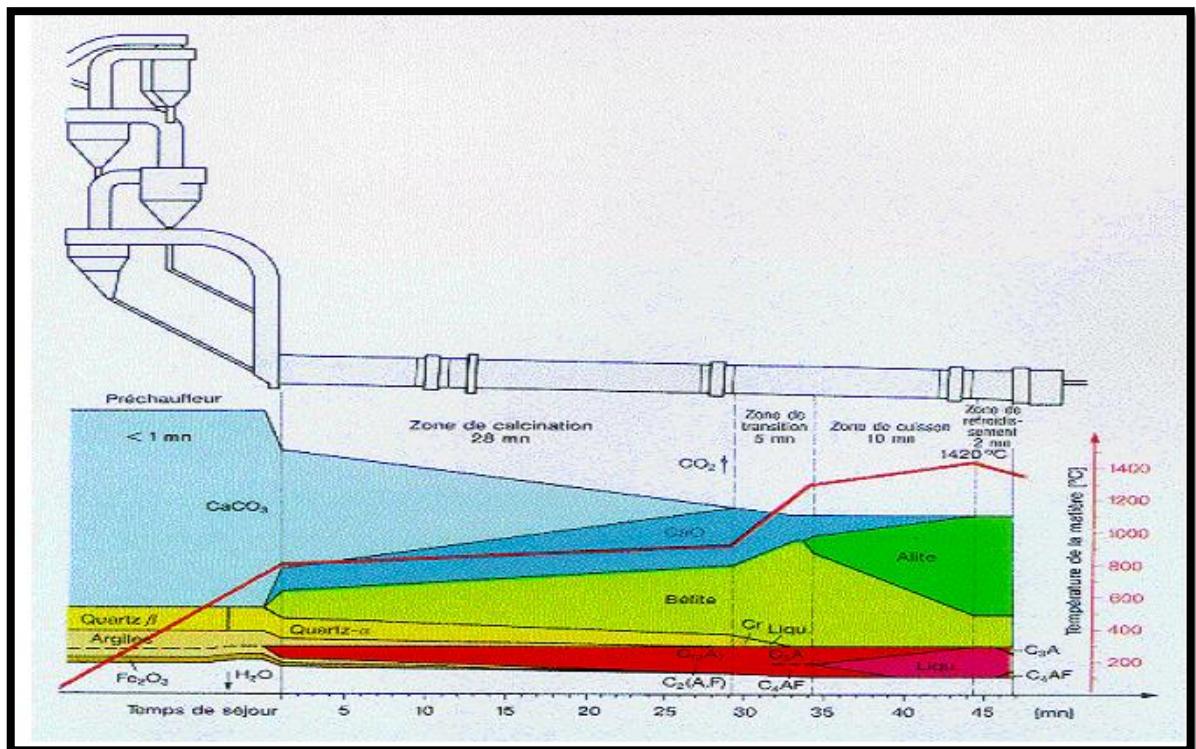


Figure I-4: Schéma descriptif des différentes phases de cuisson.

I-4-2-4-Broyage du ciment

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 polycristallins de quelques dizaines de microns comme l'indique la figure I-5.

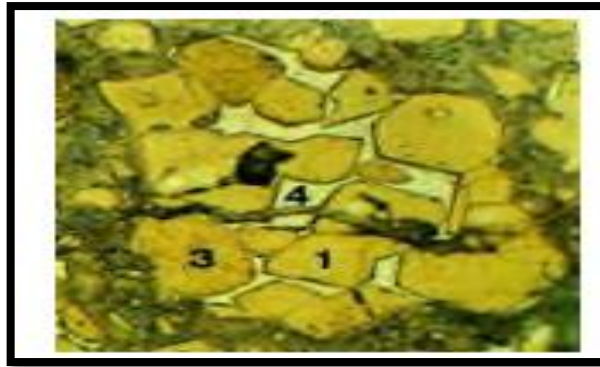


Figure I-5: Grains polycristallins d'un ciment anhydre (image obtenue par microscopie optique en lumière réfléchie sur section polie légèrement attaquée par HNO₃) 1=C₃S; 3=C₂S; 4=C₃A+C₄AF.

Les ciments aux ajouts sont obtenus par des éléments minéraux comme thermiques, 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-5-Hydratation du ciment [11]

I-5-1-Introduction

Le ciment est un liant hydraulique : il se combine à l'eau en donnant des hydrates stables qui lui confèrent une résistance mécanique. La réaction chimique d'hydratation du ciment conduit donc à la formation d'une pâte qui, après prise, durcit progressivement à l'air ou dans l'eau. Les mécanismes fondamentaux de l'hydratation du ciment ont été mis en lumière, dès la fin du siècle dernier, par Henri Le Chatelier. Il a notamment décrit les trois phénomènes concomitants qui concourent au phénomène de prise :

- la dissolution des constituants du ciment dans l'eau.
- la formation de solutions sursaturées par rapport aux différents hydrates.
- la précipitation et la cristallisation de ces hydrates dans les vides intergranulaires.

I-5-2-Hydratation des composants du ciment Portland

Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec une forte libération de chaleur, cette période dite de pré-induction est de courte durée (10 – 20 minutes). Elle est suivie d'une période relative inactivée appelée période d'induction ou période dormante au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul. La durée de cette période peut varier entre 2 et 8 heures.

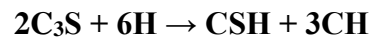
La période d'induction est très importante quant à l'ouvrabilité des bétons et mortiers, car à sa fin s'amorce la prise du ciment avec un fort dégagement de chaleur qui correspond à la période d'accélération associée au début de prise et de durcissement du ciment.

Pour 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-5-2-1-Hydratation du silicate tricalcique C₃S

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 : 3CaO.2SiO₂. 3H₂O (Silicate de calcium hydraté) et CH représente le Ca(OH)₂ (Portlandite).

Les hydrates ainsi obtenus au cours de l'hydratation du C₃S (figure I-6) 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 surface spécifique est très élevée (100 - 700 m²/g). 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. La portlandite a une morphologie hexagonale prismatique. Elle participe peu au développement de la résistance. En fait, la présence de la portlandite peut être un risque, parce qu'elle est fortement soluble et susceptible à l'attaque d'acide et de sulfate.

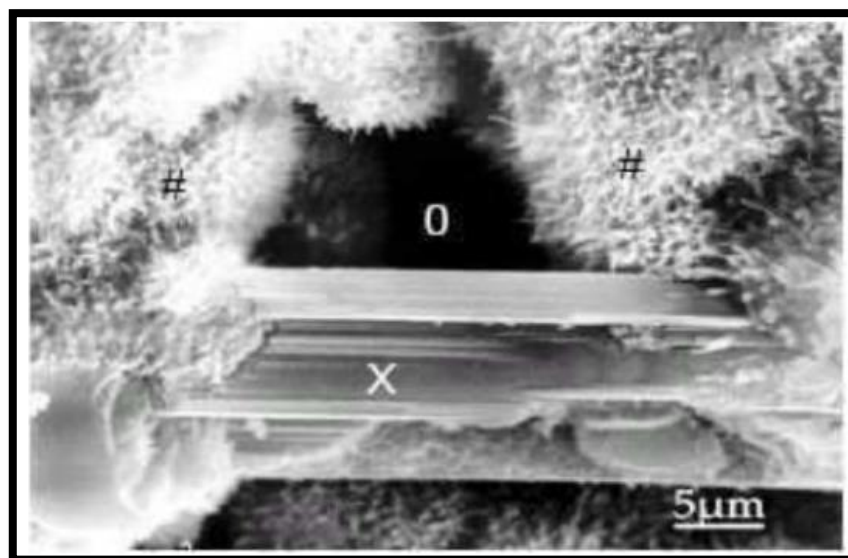
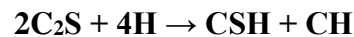


Figure I-6:CSH fibreux avec Cristal de Portlandite (X) entre des CSH (#),
La porosité est repérée par (O).

I-5-2-2-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-5-2-3-Hydratation de l'aluminate tricalcique C₃A

L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse (CaSO₄.2H₂O). 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 trisulfoaluminate hydraté (Ettringite) qui se cristallise en aiguilles à base hexagonale (Figure I-7).

La réaction est donnée par :

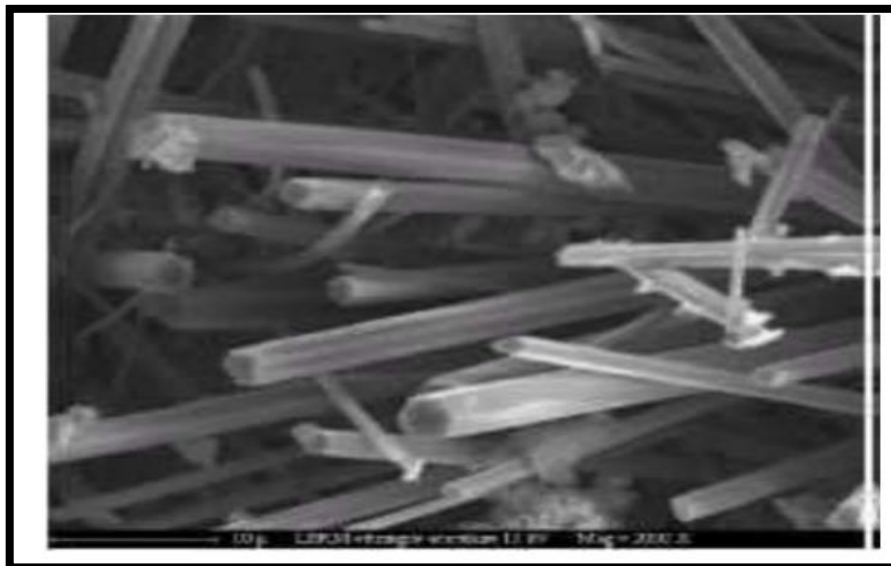


Figure I-7 : Microscopie Electronique à Balayage, ettringite aciculaire (aiguille) dans un béton.

Le gypse ajouté au clinker (3 à 5% en poids) n'est pas en teneur suffisante pour transformer tous les aluminates en ettringite. Il apparaît donc secondairement un monosulfoaluminate 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-5-2-4-Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique C₄AF

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

I-5-3-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[11].

I-6-Classification des ciments

Les ciments peuvent être classés en fonction de leur composition et de leur résistance normale [12].

I-6-1-Classification des ciments en fonction de leur composition

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

La proportion (en masse) des différents constituants est indiquée dans le tableau I.3. 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) [12].

	Cim. Portland	Ciment Portland composé		Ciment de haut fourneau			Ciment pozzolanique		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%≤	21%≤	/36% ≤65%	/66% ≤80%	/81% ≤95%	*	*	/18% ≤30%	/31% ≤50%
Pouzzolanes (Z)	*	total	total	*	*	*	10% ≤ total	36% ≤ total	18% ≤ total	31% ≤ total
Cendre siliceuses (V)	*	≤20%	≤35%	*	*	*	≤35% (fumée ≤10%)	≤55% (fumée ≤10%)	≤30%	≤50%
Fumée de silice (D)	*	(fumée	(fumée	*	*	*			*	*
Cendres calciques (W)	*	de	de	*	*	*	*	*	*	*
Schistes (T)	*	silice	silice	*	*	*	*	*	*	*
Calcaires (L)	*	≤10%)	≤10%)	*	*	*	*	*	*	*
Fillers (F)	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

Tableau I-3 : Désignation des différents types de ciment en fonction de leur composition.

I-6-2- 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-4. Les valeurs entre parenthèses sont les valeurs garanties lorsqu’elles peuvent être inférieures aux valeurs spécifiées [12].

classe	Résistance à la compression (MPa)EN196-1				Retrait à 28 jours	Début de prise	stabilité
	au jeune age		à 28 jours		P 15-433	EN196-3	EN196-3
	2 jours	7jours	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-4 : Spécification et valeurs garanties en fonction de la classe [12].

I-7- Caractéristiques du ciment [13]

I-7-1- Caractéristiques physico-chimiques

Comme cela a été étudié précédemment, le ciment est essentiellement constitué de:

- Silicate tricalcique: C₃A
- Silicate bicalcique: C₂S
- Aluminate tricalcique: C₃A
- Ferro-Aluminate tétracalcique: C₄AF

Une fois la poudre de ciment mélangé à l'eau, les réactions d'hydratation se développent, il se produit alors une cristallisation qui aboutit à un nouveau système de constituants hydratés avec formation de cristaux en aiguilles plus ou moins enchevêtrées produisant la prise. Les réactions chimiques d'hydratation s'accompagnent d'un dégagement de chaleur plus ou moins important selon le ciment et la rapidité de prise.

I-7-1-1- Indice d'hydraulicité

L'indice d'hydraulicité ou indice de Vicat est le rapport de la fraction acide du ciment à la fraction basique.

$$I = \frac{\text{Fraction acide}}{\text{Fraction basique}} = \frac{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{CaO} + \text{MgO}}$$

I-7-1-2-Prise

On entend par la prise du ciment le phénomène d'épaississement du système: Ciment- Eau succédant au gâchage (augmentation brusque de la viscosité du mélange). La prise correspond chimiquement à une hydratation des principaux constituants et à la formation des composés hydratés assurant la cohésion de la matière.

I-7-1-3-Durcissement

Le durcissement est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques transformant après la prise, le système Ciment – Eau en une masse solide résistant aux efforts mécaniques. Il y a enchevêtrement des cristaux, ce qui donne à la pâte une adhésion et une dureté, c'est le durcissement.

I-7-1-4- Chaleur d'hydratation

La dissolution des différents constituants est exothermique et, selon leur pourcentage relatif, le dégagement de chaleur est donc plus au moins important. Suivant le type de ciment, cette chaleur est comprise à 12h, approximativement, entre 65j/g pour certain CPA-CEMI.

I-7-1-5-Finesse de mouture

La finesse de mouture, également appelée finesse de Blaine, exprimée en m²/kg, représente la surface spécifique ou surface développée d'une masse de 1kg de ciment. Elle est d'une façon générale, comprise entre 300 et 350 (la finesse s'exprimait auparavant en cm²/g et il existe de nombreux utilisateurs continuent à l'exprimer ainsi (il ressort qu'une finesse de 300 m²/kg correspond à 3000 cm²/g). Plus la finesse est grande, plus les résistances sont précoces et élevées, mais par contre, plus les risques de retrait qui accroissent par conséquent la fissuration ainsi que d'éventement du ciment.

I-7-1-6-Retrait

C'est la diminution du volume apparent de la matière. On le mesure sur des éprouvettes prismatiques de mortier de 4x4x16cm, conservées dans l'air à une température de 20°C et une hygrométrie de 50%. La norme impose les valeurs limites à 28 jours de:

- 800 µm/m pour les ciments portland CPA-CEM I et CPJ-CEM II de la classe 32.5.
- 1000 µm/m pour des types de ciment identiques mais de classes 32.5R-42.5 et 42.5R.

I-7-1-7-Expansion

Les causes possibles de l'expansion proviennent de l'hydratation des oxydes de calcium ou de magnésium que peuvent contenir certains ciments sous forme de chaux ou de magnésie libre. Les ciments doivent être stables, car les risques d'expansion dans le temps peuvent provoquer des désordres importants par dislocation des maçonneries.

I-7-1-8-Gonflement

Bien que non normalisé, il est utile de rappeler qu'alors qu'il se rétracte dans l'air, le ciment augmente de volume lorsqu'il est immergé dans l'eau, sa variation dimensionnelle étant environ 1/10ème de celle constatée dans l'air.

I-7-2- Caractéristiques chimiques

Les exigences les plus importantes à respecter sont résumées dans le tableau ci-dessous:

Propriétés	Type de ciment	Classe de résistance	Valeur maximale (%)
<i>Perte au feu</i>	CPA-CEM I CHF-CEM II CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
<i>MgO</i>	CPA-CEM I	Toutes les classes	≤ 5
<i>Résidu insoluble</i>	CPA-CEM I CHF-CEM II CLK-CEM III	Toutes les classes	≤ 5
<i>SO₃</i>	CPA-CEM I ET CPJ-CEM II (*)	32.5 32.5R 42.5	≤ 3.5
	CPZ-CEM IV ET CLC-CEM V CHF-CEM III	42.5 52.5 52.5R Toutes les classes	≤ 4
<i>Chlorures</i>	Tous les types de ciment (**)	52.5R Toutes les autres classes	≤ 0.05 ≤ 0.10

Tableau I-5: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques des ciments courants.

(*) Valable pour les CPJ-CEM II/A et B à l'exception des ciments ne contenant que des schistes calcinés comme constituant, autre que le clinker, pour lesquels la limite est de 4.5 % pour toutes les classes de résistance. (**) Les CHF-CEM II/A et B et les CLK-CEM III/C peuvent contenir plus de 0.10% de chlorures mais dans ce cas la teneur doit être déclarée.

Chapitre II : Les ajouts Cimentaires

Introduction

D'après les recherches bibliographiques, les ajouts minéraux sont largement utilisés pour la production de ciment et bétons dans les pays industriels et développés. Les ajouts minéraux sont classés en actifs et inertes.

Les ajouts cimentaires sont des matériaux présentant une granulométrie très fine que l'on incorpore le plus souvent au ciment portland et donnent ses propriétés au béton, grâce à une activité hydraulique et/ou pouzzolanique.

Les ajouts cimentaires servent soit d'améliorer les caractéristiques du béton ou de lui conférer des propriétés spécifiques.

Contrairement aux adjuvants, les ajouts doivent être pris en compte dans le calcul de la composition du béton, des ajouts, tel que les cendres volantes, le laitier granulé de haut fourneau (LGHF) et les fumées de silice, les fillers etc., entrent dans la majorité des compositions du ciment dans le but d'améliorer ses caractéristiques rhéologiques et/ou mécaniques. On obtient ainsi un liant de composition binaire voire tertiaire. Les pays industrialisés tels que les États-Unis, la Russie, la France, l'Allemagne, le Japon et l'Angleterre, sont les plus grands producteurs de cendres volantes, de fumée de silice et de laitier de haut fourneau [14].

II-1-Bénéfices de l'utilisation des ajouts minéraux

L'utilisation d'ajouts cimentaires dans les industries du ciment et du béton présente des avantages techniques, économiques et écologiques

II-1-1-Bénéfices fonctionnels

Incorporation des particules fines améliore la maniabilité et réduit la demande en eau (à l'exception des ajouts d'une grande finesse)

- Il y a une amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton.
- Il y a une diminution de la chaleur d'hydratation dégagée du béton, ce qui diminue la fissuration d'origine thermique.
- Ils peuvent modifier la nature et la texture des hydrates formés.
- Prise et durcissement pour les ajouts qui interviennent dans le processus réactionnel du ciment avec l'eau. [14]

II-1-2-Bénéfices économiques

La plupart des ajouts minéraux sont des sous-produits de différentes industries et leur coût est souvent égal au coût du transport et de la manipulation. Comme la production du ciment est un grand consommateur d'énergie, son remplacement par des ajouts minéraux réduit le prix du béton pour le coût du combustible [14].

II-1-3-Bénéfices écologiques et environnementaux

- diminution de l'émission du CO₂ par l'industrie cimentière.
- élimination des sous-produits de la nature.

La production d'une tonne de ciment Portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique. De fait, le remplacement du ciment Portland par les ajouts cimentaires réduit d'autant les émissions de CO₂. En générale. L'utilisation de cendre volantes et de fumées de silice comme ajouts cimentaires ne demande pas un traitement à forte intensité d'énergie. Le laitier, par contre, doit être granulé et sa granulation provoque l'émission d'environ 0.07 tonne de CO₂ par tonne de LGHF (Laitier granulé de haut fourneau) produit. à cela, il faut ajouter les émissions de CO₂ causées par le transport des matériaux jusqu'au chantier de construction. Les études montrent que le transport (par camion et chemin de fer) d'une tonne d'ajouts cimentaires sur une distance de 1000 Km libère environ 0.22 tonne de CO₂. Il convient donc de considérer tous les paramètres avant d'établir les avantages écologiques des ajouts cimentaires sur le ciment [14].

II-2-Classification des ajouts minéraux

Ces matériaux proviennent principalement des sous-produits de l'industrie métallurgique, des centrales thermiques à charbon, de la nature et sont classés selon la norme NF EN 197 1 en ajouts minéraux inertes et actifs [15]. Ils se divisent selon leur réactivité comme le montre le tableau II-1 ci-dessous.

Type	Réactivité	Matériau
Hydraulique	Fortement réactif	Ciments spéciaux –chaux hydraulique
Hydraulique Latent		Laitier granulé-cendres volantes riche en calcium (calciques)
Pouzzolanique	Fortement réactif	Fumée de silice
	Moyennement réactif	Cendres volantes pauvre en calcium, Pouzzolanes naturelles (verre volcanique, tufs volcanique, terres a diatomées
	Faiblement réactif	Scories cristallines
Inerte	Non réactif	Fillers (farine calcaire) fibres, pigments colorants, matières expansives, dispersions synthétique

Tableau II-1 : Classification des ajouts selon leur réactivité.

Généralement, on utilise dans les ciments et les bétons les ajouts minéraux suivants :

- Les cendres volantes,
- Les laitiers de haut fourneau,
- Les fillers calcaires,
- Les fumées de silice.

II-2-1-Les cendres volantes

Les cendres volantes utilisées dans les ciments et les bétons sont produites dans les centrales thermiques utilisant du charbon pulvérisé. Elles se présentent sous forme d'une poudre de couleur plus ou moins foncée suivant sa teneur en carbone et en impureté. Les cendres volantes sont sous forme de particules sphériques vitreuses, pleines ou creuses. La granulométrie s'échelonne de 1 à 200 μm et, en général, 50% des particules ont un diamètre inférieur à 30 μm . leur surface spécifique Blaine varie entre 250 et 400 m^2/kg (domaine analogue à celui des ciments).

La norme ASTM C-618-80 regroupe les cendres volantes en deux grandes classes suivant leur composition chimique :

- La classe F riche en oxyde ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70\%$) avec une teneur faible en chaux ($\text{CaO} < 10\%$). Elle est qualifiée de silicoalumineuse avec un faible potentiel pouzzolanique.
- La classe C riche en chaux ($\text{CaO} > 10\%$), avec une teneur en oxyde supérieur à 50%. Elle est qualifiée de silicocalcaire avec un potentiel pouzzolanique élevé [16].

II-2-2-Les laitiers de haut fourneau

Les laitiers sont des sous-produits de la fabrication de la fonte dans les hauts fourneaux des usines sidérurgiques. Ce sont des silico-aluminates de chaux traités de différentes façons à la sortie du haut fourneau :

- Par refroidissement brusque dans l'eau ou dans l'air : ceci empêche la cristallisation et permet son utilisation dans les ciments et les bétons comme pouzzolane,
- Par refroidissement lent à l'air : ceci donne un matériau cristallisé sans aucun pouvoir liant qui est utilisé comme granulats pour les travaux routiers et dans les bétons.

En Europe, les laitiers sont en général ajoutés au ciment. On parle de ciment au laitier. En Amérique du nord, ils sont incorporés directement dans le béton [16].

II-2-3-Fillers calcaires

Les fillers calcaires sont des produits obtenus par broyage fin de roches naturelles (calcaires, basalte, bentonite, etc.) présentant une teneur en carbonate de calcium CaCO_3 supérieure à 75%. Ces produits désignés dans le commerce comme fillers sont des poudres fines à granulométries contrôlées et dont les plus gros grains ne dépassent pas 80 micron. Les fillers se différencient les uns des autres par:

- Leur origine, leurs compositions chimiques et minéralogiques, leurs défauts de structure, les impuretés qui'ils contiennent.
- Leur 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, le filler est désigné par le nom de sa roche d'origine [17].

II-2-4-La fumée de silice

Également appelées « fumées de silice » ou « poussières de silice » ou encore « microsilice », les fumées de silice sont un sous-produit de l'électrometallurgie du silicium et de ses alliages. On charge un four avec du quartz, de la houille et parfois des copeaux de métal. L'ensemble est porté à une très haute température (1500-2000°C) par des arcs électriques. On obtient d'une part le silicium liquide et d'autre part des gaz chargés de poussières dont certains s'oxydent à l'air libre pour donner des fumées de silice.

En tant que sous-produits industriels, leur nature ne fait l'objet d'aucun contrôle lors de sa fabrication. Leurs caractéristiques physico-chimiques peuvent être assez dispersées, non seulement d'une usine à l'autre mais encore à l'intérieur même d'une unité de fabrication : la fumée de silice est un matériau très variable [18].

Le mécanisme de réaction pouzzolanique de la fumée de silice peut être brièvement décrit comme la réaction de la silice avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment, en présence de l'eau. Il en résulte des C-S-H à pauvre rapport Ca/Si. Bien que cette réaction soit prompte et précoce, elle est limitée par la quantité d'eau dans les BHP. A 7 jours, les performances atteintes sont très significatives par rapport à 28 jours. Il a été montré que 10% de fumée de silice par rapport à la masse de ciment permettent d'obtenir un béton à haute résistance mécanique et une bonne durabilité aux agressions chimiques lorsque des dosages en superplastifiant sont optimisés [19].

II-3-Rôle de l'ajout cimentaire

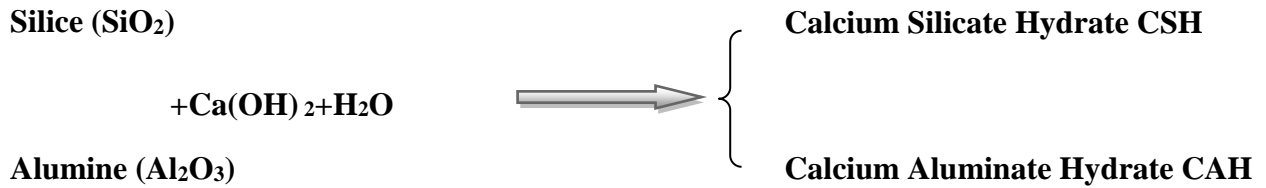
II-3-1-Rôle granulaire des ajouts cimentaires

Les ajouts cimentaires comblent les interstices granulaires inaccessibles aux grains de ciment et rendent le mélange plus fluide en permettant la diminution de la quantité d'eau.

II-3-2-Rôle pouzzolanique des ajouts cimentaire

Les ajouts cimentaires (actifs) réagissent avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment pour donner des C-H-S, véritable liant contribuant à l'augmentation des résistances mécaniques du matériau. L'idéal est d'avoir une ultrafine à grande cinétique de réaction, avec des grains lisses (à défloculation facile) et à très forte activité pouzzolanique. De façon générale,

les pouzzolanes sont définies comme des matériaux ne possédant pas en eux des propriétés liantes, mais dont



Les constituants peuvent se combiner avec la chaux à température ordinaire en présence de l'eau pour donner des produits insolubles possédant des propriétés liantes [20, 21].

Les études cinétiques de l'hydratation du ciment indiquent que la présence de pouzzolane ou de microsilice accélère l'hydratation du C₃S et le phénomène de prise. Les gels de silice C-S H formés ont un rapport Ca/Si moyen de 1,1, ils piègent ou absorbent plus facilement les alcalins que les C-S-H classiques. La quantité de portlandite au bout de 14 jours est moindre que dans la pâte témoin quel que soit le rapport eau/ciment. La portlandite est visiblement modifiée en présence de microsilice [22].

Taylor et al. [23] ont fait remarquer que la chimie des réactions silico-alcalines est la même que celle des ajouts pouzzolaniques.

Les réactions dites pouzzolaniques sont plus rapides en raison de la très faible dimension des particules réactives. Les produits néo-formés sont d'une part plus facilement dispersés ou mieux repartis dans les matériaux, d'autre part leur composition est plus favorable à l'incorporation des alcalins dans leur structure cristalline. Les propriétés pouzzolaniques ont une cinétique plus rapide par augmentation de température [24].

La chaux se présentant sous forme de cristaux fragiles, sa consommation par réaction pouzzolanique en présence des ajouts minéraux actifs et la disparition de l'auréole de transition induisent une très grande influence sur la résistance du béton [25].

II-3-3-Rôle mécaniques des ajouts cimentaires

La réflexion s'oriente vers une ou plusieurs activités d'origine physique d'une poudre chimiquement inerte. Il a été montré par calorimétrie que l'hydratation du silicate tricalcique (C₃S) est plus rapide en présence de fines calcaires [26]. Dans un tel cas, le calcaire n'entre dans aucune réaction chimique, l'accélération de l'hydratation du silicate tricalcique est due à un effet physique dit de «nucléation hétérogène » : les germinations du silicate de calcium hydraté se produisent plus facilement au contact des cristaux de calcite.

Cette germination entraîne une précipitation des C-S-H et donc, une précipitation plus rapide de la portlandite Ca(OH)₂. Une explication semblable a été avancée pour l'accélération de l'activité des cendres volantes avant vingt huit jours en présence de fines calcaires.

Les réactions entre le ciment et l'eau sont plus rapides en présence de poudre calcaire et donc à chaque instant, il y a davantage d'hydrates formés. Cet effet ne peut expliquer directement une «activité» significative de l'addition.

Néanmoins, il est possible, de l'expliquer d'une façon indirecte. Il faut, en effet, distinguer entre l'avancement des réactions d'hydratation du ciment (phénomène d'ordre chimique), et le développement de résistances (phénomène d'ordre physique). Ce dernier dépend évidemment de la qualité d'hydrates fournis par l'hydratation, mais aussi de la façon dont ces hydrates s'assemblent, de leur arrangement dans l'espace et de leurs liaisons.

En conséquence, la germination au contact de la surface des additions a deux conséquences :

- l'accélération de l'hydratation,
- la modification de l'assemblage des hydrates favorables à la résistance.

Ce deuxième effet expliquerait l'activité des additions même si, par ailleurs, elles peuvent être considérées comme chimiquement inertes.

Contrairement à ce qui se passe avec les silicates tricalciques (C_3S), les additions calcaires peuvent, ne pas être chimiquement inertes quand elles sont en présence du ciment. Il peut y avoir en effet, une réaction chimique entre le carbonate de calcium et l'aluminate tricalcique, donnant un carbo-aluminate de calcium, cette réaction est facile à reproduire au laboratoire où l'on peut synthétiser le carbo-aluminate à partir de ses composants.

Une analyse détaillée, par diffraction des rayons X, de ciment hydraté en présence d'une poudre calcaire, permet souvent d'observer ce produit parmi les hydrates formés. Toutefois, on peut penser que cette réaction contribue peu, en général, à l'activité des additions calcaires.

En effet, quand elle se produit dans les ciments Portland, elle est toujours en concurrence avec une autre réaction très rapide, entre le gypse et le C_3A qui a toujours lieu pour former de l'ettringite. Or le dosage en gypse est soigneusement optimisé pour réguler la prise tout en conservant la résistance normale du ciment.

II-4-L'utilisation des ajouts en Algérie

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

Le tableau II- 2(donne une idée sur les ajouts utilisés dans les cimenteries algériennes)

Entreprise	Cimenterie	Ajouts Utilisés
ERCE	Ain Touta	Pouzzolane
	Ain El Kebira	
	Hamma Bouziane	
	H'djar Essaoud	Laitier
	Tebessa	
ERCC	Meftah	Tuf / Calcaire
	Raïss Hamidou	Poussière
	Sour EL Ghozlane	Calcaire / Tuf
ECDE	Chlef	Calcaire
ERCO	Beni Saf	Pouzzolane
	Zahana	
	Saida	

Tableau II-2 : Utilisation des ajouts dans les cimenteries algériennes [27].

II-5-Importance des additions dans l'industrie cimentière

Dans le domaine des travaux publics et du bâtiment, le ciment Portland artificiel sans ajout ne dépend e : les laitiers de fonte non trempés (cristallisés et donc non vitrifiés) utilisés comme ballast ou comme granulats et également les laitiers d'aciéries et tous les laitiers de métaux non ferreux qui peuvent contenir des éléments nuisibles aux bétons (sels métalliques). La norme distingue deux classes de laitiers A et B ; la dernière est la plus réactive, sa finesse étant la plus élevée. Tous les laitiers couverts par la norme sont de type II au sens de la norme ENV 206, mais seuls les laitiers de classe B sont substituables au ciment sous les conditions de la norme NF P18-305. Depuis que cette norme NF P18-506 est publiée (1992), aucune utilisation industrielle du laitier A comme addition au béton n'a été signalée en France plus à lui seul à toutes les exigences (mécaniques, durabilité, coût, ...). De plus, dans une même cimenterie et pour répondre aux différentes demandes commerciales, on a tendance à ne plus fabriquer qu'un seul clinker et à le broyer plus ou moins finement avec des additions minérales de provenances diverses pour fabriquer des ciments composés (CEM II).

Si l'on se fie aux recueils de normes produits, d'après Von Euw [28], de nombreux pays autorisent ce type d'addition : 35 pays prévoient l'utilisation des ciments au laitier, 14 pays celle des ciments aux cendres, 31 pays celle des ciments à la pouzzolane et 15 pays celle des ciments aux fillers calcaires.

Alors qu'en France l'utilisation de filler dans le ciment n'a débutée qu'en 1979, date à laquelle la normalisation française a autorisé leur fabrication et leur commercialisation [NF P15-300 et NF P15-301], en Algérie, le développement de ciment utilisant des fillers calcaires n'a commencé qu'à partir de 1990.

II-6-Normalisation des additions

Avec l'apparition des nouvelles normes sur les bétons et granulats, des notions nouvelles sont apparues dans la définition des fillers, telles que celle de *l'addition normalisée partiellement substituable au ciment [norme NF P18-305 « Béton prêt à l'emploi »] et celle de correcteur granulaire (norme NF P18-541). La différence entre les deux définitions est liée aux propriétés particulières que peuvent posséder les additions. Ainsi, la normalisation distingue les produits de broyage de roches naturelles dont la fonction principale est d'améliorer la compacité du béton frais comme du béton durcie [NF P 18-501 « Additions pour bétons hydrauliques-Filler» (Mars 1992)], des matériaux finement divisés et pouvant être substitué partiellement au ciment pour améliorer certaines propriétés du béton ou pour lui conférer des propriétés particulières [NF P18-508 « Additions pour bétons hydrauliques-Additions calcaires » (Juillet 1995)]

Selon la norme béton EN 206, les additions sont considérées comme inertes si elles n'ont aucune action chimique sur les matrices cimentaires (type I) et actives si elles présentent, même partiellement, des propriétés hydrauliques ou pouzzolaniques en présence de ciment et d'eau (type II).

Les additions introduites dans les matériaux hydrauliques sont de natures très diverses et il paraît difficile d'établir ici une liste exhaustive de leur interaction avec le ciment. Souvent, leur principal intérêt est de diminuer le coût global du matériau. Depuis la nouvelle norme béton NF P18-305, des additions normalisées sont admises en substitution partielle du ciment CEM I.

II-7-Le laitier**II-7-1-Histoires des ciments au laitier**

Vers 1818, L. Vicat avait déjà mentionné la possibilité d'utiliser du laitier en cimenterie. Mais il faut attendre 1862 pour qu'Emil Langen démontre qu'un mélange de laitier broyé et de chaux donnait naissance à un liant hydraulique.

La fabrication industrielle du ciment de laitier commença en Allemagne en 1882, grâce à G. Prussing, ce n'est que beaucoup plus tard et vers 1928 que ces ciments apparaissent en France. Cependant, bien avant cette date, les ciments portlands additionnés de laitier et les ciments de laitiers à la chaux furent employés. Comme par exemple en 1900 pour la construction du métro à Paris. [29].

Actuellement, un très grand nombre de cimenteries fabriquent des liants hydrauliques contenant des teneurs variées en laitier (ciments normalisés ou des ciments spéciaux).

Le ciment sulfaté est un liant spécial, fabriqué en broyant ensemble un mélange de 80 à 85 % de laitier de haut fourneau granulé, de 10 à 15 % de sulfate de calcium et jusqu'à 5 % de clinker de ciment portland. Une finesse de 400 à 500 m²/kg est habituelle. Il est très utilisé en Belgique, il n'est plus fabriqué en France, et il est fabriqué occasionnellement dans le Royaume-Uni en raison de difficultés de sa fabrication [30] et [29].

Le ciment de laitier activé par les alcalis a connu plusieurs applications en URSS [31] et récemment au Japon.

Les laitiers ont des propriétés très différentes suivant la composition chimique, et l'état plus ou moins cristallisé, ou plus ou moins vitreux (teneur en verre) résultant du traitement effectué, et suivant la vitesse de refroidissement les laitiers de haut fourneau acquièrent des propriétés très différentes.

II-7-2-Définition et leur composition

Lors de l'élaboration de la fonte dans le haut-fourneau, il y a automatiquement une production de composés gazeux (gaz de haut-fourneau), de liquides (fonte, laitier) et de solides (« poussières de gaz »).

La quantité de chacun des produits varie suivant la nature des produits enfournés (minerais, combustible (coke), fondants (chaux)) et suivant les conditions de fonctionnement du haut-fourneau [32] [33].

Le laitier produit rassemble sous forme liquide les éléments résiduels de la réduction des minerais autres que les poussières de gaz et les gaz. Ces éléments proviennent de la gangue des minerais, des cendres des combustibles, des additions siliceuses, calcaires ou magnésiennes des fondants. Le laitier en fusion, liquide, se sépare par gravité de la fonte et est évacué à la base du haut-fourneau par un trou de coulée. Il est alors refroidi de façon plus ou moins rapide, ce qui lui confère des propriétés différentes.

Le Tableau II-3 donne les proportions des quatre principaux constituants des laitiers : chaux, silice, alumine et magnésie, ainsi que les quantités des éléments mineurs : sulfures, oxydes de manganèse, oxydes de fer, oxydes de titane et alcalins Na₂O et K₂O.

Eléments	Proportion [%]
CaO	30-50
SiO ₂	28-38
Al ₂ O ₃	8-24
MgO	1-18
FeO ₃ +MnO	1-3
S	1-2.5
TiO ₂	< 4
Na ₂ O + k ₂ O	< 2

Tableau II-3: Composition chimique d'un laitier [33].

Cette composition peut être rapprochée de celle du ciment Portland et schématisée dans le diagramme triangulaire de Keil (Figure II-1) :

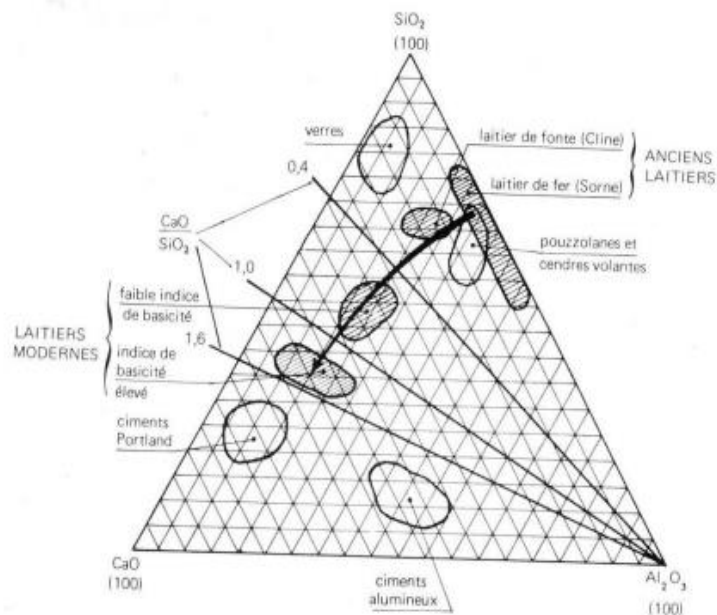


Figure II-1 : Diagramme triangulaire de Keil : système CaO + SiO₂ + Al₂O₃ = 100 [34].

La zone des laitiers est située entre les verres (seulement siliceux : ils ne sont pas hydrauliques) et les ciments Portland (leur forte teneur en chaux leur confère un pouvoir hydraulique important).

Lors de la fabrication du laitier, le mode de refroidissement, lent ou rapide, va influencer sur la nature du laitier obtenu et sur son utilisation. La composition chimique du laitier varie en

fonction de la nature des produits de base, des combustibles et du procédé de fabrication de la fonte. Elle peut aussi varier dans le temps avec l'altération des sources de minerais [32].

II-7-3-Différents types de laitiers

II-7-3-1-Le laitier vitrifié

Obtenu par refroidissement brutal (trempe).

- le refroidissement brutal par l'eau sous pression (granulation) donne le laitier granulé, qui est un sable de granulométrie 0/5 mm.
- le refroidissement brutal à l'eau et dans l'air (bouletage) donne le laitier bouleté, de granulométrie 0/20 mm environ.

Le laitier vitrifié, granulé ou bouleté est un produit hydraulique, c'est à dire susceptible de donner par activation basique, des produits d'hydratation stables. Il a des propriétés hydrauliques dites latentes. Le laitier expansé éventuellement obtenu par refroidissement dans l'eau ou la vapeur d'eau sous pression, peut être utilisé comme granulat léger. Il présente un aspect alvéolaire rappelant la ponce. Par refroidissement rapide à l'air comprimé, on peut effiler le laitier sous forme de fibres très fines. La laine de laitier ainsi obtenue est utilisée comme isolant thermique.



Figure II-2 : laitier bouleté [33].

II-7-3-2- Le laitier cristallisé

Obtenu par refroidissement lent à l'air.

C'est une roche dure anguleuse et frottante qui, après concassage et criblage, est utilisé comme granulats dans le béton, les matériaux d'assises de chaussées, les enrobés bitumineux, les remblais...etc.

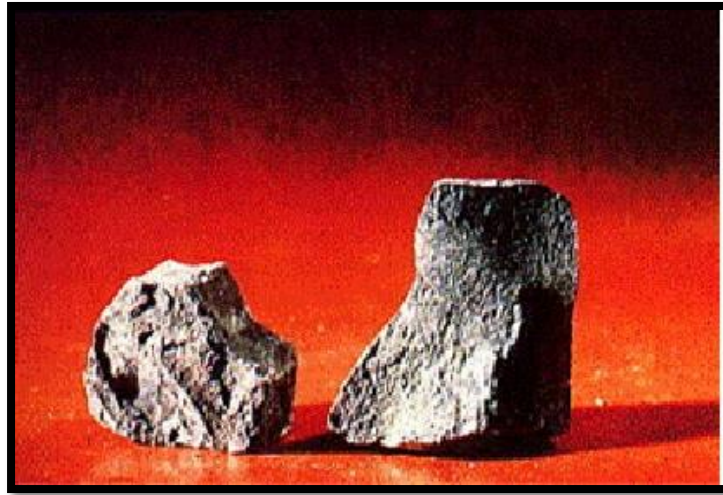


Figure II-3: Laitier cristallisé compact [33].

II-7-4-Hydratation du laitier

Contrairement au ciment qui est soluble dans l'eau et s'hydrate par simple addition d'eau, le laitier vitrifié n'est soluble que dans une eau alcalinisée et a donc besoin, pour faire prise, d'un agent d'addition appelé activant. L'hydratation intervient d'abord par dissolution du laitier dans l'eau de gâchage basique. Cette dissolution aboutit à une solution concentrée, d'où résulte une précipitation de composés hydratés qui fait à son tour chuter la concentration des éléments dans la solution.

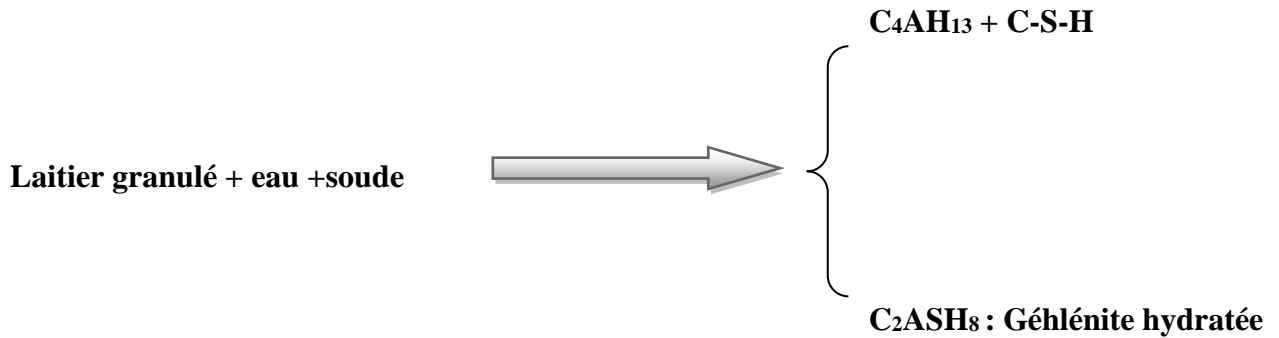
Ce qui permet la solubilisation d'une nouvelle quantité de produits jusqu'à une concentration entraînant une nouvelle précipitation de composés hydratés. C'est cette répétition du cycle dissolution – concentration – précipitation (plusieurs années), qui constitue la prise et le durcissement du laitier vitrifié [21, 35].

II-7-4-1-Activation par le clinker

Dans les ciments au laitier, le clinker est l'activant principal du laitier ; cependant les premiers hydrates produits seront ceux du clinker ; C-S-H et $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qui recouvrent uniformément les grains du laitier et du clinker ; par la suite l'excès de chaux active l'hydratation du laitier avec une texture C-S-H semblable à celle des ciments ; il en résulte alors des silicates de calcium hydratés et des aluminates tétracalciques hydratés [36, 37]. Dans une pâte de ciment contenant du laitier, ce dernier suit la réaction d'hydratation de telle sorte qu'il consomme la chaux à tous les stades de l'hydratation. Du fait de sa forte proportion en chaux ($\text{CaO}/\text{SiO}_2 > 1$), le laitier est souvent utilisé dans les proportions relativement élevées (25-50 % de la masse de ciment) comme ajout dans l'industrie cimentaire.

II-7-4-2-Activation alcaline

L'hydratation du laitier activé par une base autre que la chaux telle que la soude, donnera du silicate de calcium hydraté (C-S-H), de l'aluminate tétracalcique hydraté (C_4AH_{13}) et la géhlénite hydraté (C_2ASH_8) [37] ; selon l'équation simplificatrice suivante :



Si le laitier est activé par la chaux on obtiendra des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et des aluminates tétracalciques hydratés (C_4AH_{13}) [37], soit alors :



II-7-4-3-Activation sulfatique

Si le laitier est activé par le gypse il donnera des C-S-H, de l'ettringite et de l'hydroxyde d'aluminium selon l'équation suivante :



II-8-Le calcaire

II-8-1-Les fillers calcaires

Le terme filler fait référence à tout produit obtenu par broyage ou par pulvérisation de certaines roches (calcaire, basalte, laitiers, kieselguhr, bentonite...) naturelles ou non. L'ajout de fillers permet souvent d'améliorer certaines propriétés du béton à l'état frais (accroissement de la maniabilité, réduction du ressuage . . .) et du béton durci (diminution de la perméabilité et de la capillarité, réduction des risques de fissuration...) [38].

Une des raisons qui motivent l'utilisation des fillers est la réduction du coût de production.

En France, vers 1996, le prix des filler calcaires était environ cinq fois plus faible que celui du ciment. Les réductions de coût de production et une accessibilité importante sont à l'origine de l'utilisation relativement courante des fillers calcaires en France.

Au Canada, la norme CAN3-A5-M83 limite à 5% le remplacement du ciment Portland (ordinaire de type 10 et à haute résistance initiale de type 30) par des fillers calcaires.

Ce n'est qu'en 1979 que la fabrication et la commercialisation de ciment utilisant des fillers calcaires ont été autorisée en France.

C'est également le cas dans le cadre des normes européennes [ENV197]. Trois différents dosages sont autorisés. Le ciment Portland CEMI peut contenir 5% de fillers calcaires. Les CPJ-CEMII-A et CPJ-CEMII-B peuvent contenir respectivement 6 à 20% et 21 à 35% de constituants secondaires dont les fillers calcaires.

Les valeurs de pourcentages autorisés peuvent varier en fonction des conditions d'exposition des bétons. En 1988, les ciments aux filler calcaires constituaient la majorité des CPJ [39]. Les ciments de la classe CPJ CEMII-A ou B 32.5 et 32.5R (Résistance garantie à 2 jours) était alors les ciments les plus couramment utilisés.

L'addition de fillers calcaires peut avoir plusieurs fonctions, comme par exemple : Compléter la courbe granulométrique d'un ciment déficient en grains fins. Les fillers peuvent également influencer à l'hydratation.

Être présents dans les pores capillaires (ce qui rend plus difficile la percolation de l'eau) et influencer les paramètres rhéologiques du béton [40].

Ils sont généralement considérés comme une addition inerte, mais le fait qu'ils présentent certaines propriétés hydrauliques n'est pas en soi désavantageux, de même que s'ils présentent une réaction avec certains composés développés au cours de l'hydratation [18]. Pour pouvoir être considérés comme un constituant principal du liant, les fillers calcaires doivent présenter une proportion de carbonate de calcium CaCO_3 supérieur à 75 % en masse [41].

L'addition de fillers calcaire peut se faire à deux temps: au moment de la fabrication du ciment lui même, ou plus tard au moment de la réalisation du mélange cimentaire. Le clinker est plus difficile à broyer que les fillers calcaires.

Outre l'utilisation en remplacement de ciment ou de sable, des études ont été menées pour voir l'effet d'une substitution partielle du gypse par des fillers calcaires.

II-8-2-Différents types de calcaire :

Les fillers calcaires sont [42]

Soit récupérés lors du concassage des granulats calcaires et contiennent alors des résidus argileux et des matières organiques ;

Soit obtenus par broyage du matériau cru. Les calcaires peuvent avoir des origines géologiques différentes :

- Origine métamorphique, il s'agit des marbres ;
- Origine sédimentaire.

Le calcaire se compose principalement de carbonate de calcium CaCO_3 (56,03 % de CaO et 43,97 % de CO_2). Le carbonate de calcium existe sous plusieurs formes polymorphiques : calcite, aragonite et vaterite, [43]. Le calcaire peut contenir aussi SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ou le minéral accessoire qui est la dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ [54,27% CaCO_3 et 45,73% MgCO_3 ou 30,41% MgO et 47,72% CaO]. Le calcaire dolomitique contient un mélange de dolomite et de calcite, tandis que la dolomie ne contient que de la dolomite.

II-8-3-Réactivité des calcaires

Au sujet de la réactivité des fillers calcaires, toutes les études s'accordent sur les points suivants :

- la précipitation de carbonate lors de l'hydratation mise en évidence par de nombreux auteurs [44 à 45].
- la substitution partielle de l'ion sulfate par l'ion carbonate lors de la formation d'ettringite.
- Un nouvel hydrate peut se former et les séquences réactionnelles de l'hydratation ne sont pas modifiées [46 à 47].

L'interaction entre les silicates calciques et le filler :

Les principaux résultats ont été obtenus par Ramachandran. Le carbonate de calcium accélère l'hydratation du silicate tricalcique et modifie le rapport Ca/Si des silicates de chaux hydratés(C-S-H) [48,49].

Récemment, Péra et al. [50] ont utilisé un filler métamorphique (marbre) contenant 98,6% de CaCO_3 et broyé à une surface spécifique Blaine de $680 \text{ m}^2/\text{kg}$. En étudiant son influence sur le C_3S et le ciment Portland, ils ont obtenu les résultats ci dessous :

La calorimétrie isothermique a montré que dans un C_3S ou un ciment Portland contenant plus de 50% de carbonate de calcium, la quantité de chaleur est plus élevée qu'en absence de CaCO_3 mettant en évidence l'effet accélérateur du CaCO_3 . L'hydratation du C_3S en présence du CaCO_3 produit des hydrates de carbosilicate de calcium et des bonnes performances mécaniques sont obtenues lorsque les proportions de CaCO_3 sont supérieures à 30%.

Dans la pâte de ciment, le carbonate de calcium modifie les phases aluminoferrites et produit des hydrates de carbosilicate et de carboaluminate de calcium mais les résistances ne sont pas aussi élevées que dans la pâte de C_3S .

Conclusion

Un des arguments souvent avancé en faveur de l'utilisation des ajouts minéraux est qu'ils permettent d'économiser de l'énergie et de préserver les ressources naturelles comparées au ciment Portland. Cet argument est en partie juste, mais le principal argument en faveur de l'incorporation de ces matériaux dans les mortiers et bétons est en réalité qu'ils apportent des avantages techniques considérables.

En effet, ils affectent la cinétique de la réaction d'hydratation, améliorent les caractéristiques physiques des mortiers et bétons à l'état frais et contribuent positivement aux résistances mécaniques des mortiers et bétons à l'état durci et ceci en raison de leur composition chimique, de leur réactivité, de leur granulométrie ainsi que de la forme de leurs éléments.

Chapitre III : Caractérisation des matériaux

Introduction

Les caractéristiques physiques, les analyses chimiques et les analyses minéralogiques effectués dans laboratoire (Lafarge M'sila) donnent une idée générale sur les caractéristiques principales de vue mécanique et durabilité.

La connaissance de ces caractéristiques nous aide d'une façon significative à commenter les résultats expérimentaux.

III – 1-Méthodologie de travail

Les ciments préparés sont obtenue par broyage du clinker additionné au gypse, et éventuellement des constituants reconduits (laitier, calcaire).

Ce travail, qui consiste à la préparation de différentes compositions de ciment avec l'introduction des ajouts et la détermination de leurs propriétés, a été divisé en trois parties :

❖ 1^{ère} partie :

On a préparé les matières premières, on procédant par séchage, concassage et finalement le broyage.

- **Le séchage** : il a été effectué dans une étuve de séchage à température variant entre 100 et 110 C durant 24 h il a pour but de déterminer le taux d'humidité et de séché les ajouts (calcaire, laitier).



Figure III - 1 : Chambre de séchage

- **Le concassage :** ayant pour objectif de facilité de broyage du mélange, le concassage a été effectué au laboratoire dans un concasseur à mâchoire.



Figure III-2 : Concasseur à mâchoire

- **Le broyage :** il a été réalisé au laboratoire dans un mini-broyeur (BB10) à boulets jusqu'à ssb demandé.



Figure III-3 : Broyeur à boulets(BB10).

❖ **2^{eme} parties :**

Dans cette partie, on détermine les caractéristiques principales du clinker, d'ajouts (calcaire et laitier) et du gypse.

III -2- Caractéristique des matériaux utilisés

III-2-1- Description et caractéristiques physiques des matériaux utilisés:

Le tableau suivant résume certaines caractéristiques physiques des matériaux utilisés et leur source :

Matériaux utilisés	Masse volumique absolue (g/cm³)	Masse volumique Apparent (kg/l)	Module de finesse M_f	Porosité en (%)	Finesse (g/cm²)	Broyabilité
Clinker Four	3.10	1.20	/	/	2850	Facile à broyer
Calcaire Chouf Ammar	2.73	1.1	/	25	7200	Facile à broyer
Gypse Biskra	2.56	1.53	/	59	/	/
Laitier importé (grec)	2.68	1.12	/	46	2230	difficile à broyer

Tableau III-1 : Caractéristiques physiques des matières premières.

III-2-2- Les Analyses chimiques et minéralogiques :

III-2-2-1 Analyse par spectrométrie de fluorescence X (XRF) :

La spectrométrie de fluorescence X (SFX ou FX, ou en anglais XRF pour X-ray fluorescence) est une méthode d'analyse chimique utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X.

Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X. Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

L'analyse du spectre peut se faire de deux manières :

- par analyse dispersive en longueur d'onde (WD-XRF, wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry) ;
- par analyse dispersive en énergie (ED-XRF, energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry).

III-2-3-Le clinker

Le clinker de la cimenterie Lafarge de (Wilaya de M'sila) est utilisé en qualité d'activant et don la composition chimique et minéralogique (Fluorescence aux rayons X) est donnée par les tableaux III-2, III-3.



Figure III- 4 :Clinker (Laboratoire de Lafarge M'sila)

Éléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Free Lime
(%)	20.98	4.92	3.33	66.18	1.8	1.1	0.64	0.10	1,38

Tableau III- 2 : composition chimique et minéralogiques du clinker.

III-2-3-1-Composition minéralogique du clinker selon la Formule de Bogue

C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
65.47	10.78	7.41	10.12

Tableau III-3 : Composition minéralogique du clinker selon la Formule de Bogue.

III-2-4-Le gypse :

On utilise Le gypse de BISKRA. La composition chimique et minéralogique du gypse est donnée dans les tableaux suivant :

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P.F	CL
%	9.13	1.95	1.1	28.68	9.57	30.02	0.07	0.00	26.93	0.024

Tableau III- 4 : composition chimique de gypse.

Elément	R_wp	Gypsum	Hemi-Hydrate	Anhydrite	Calcite	Dolomite	Quartz	Illite	Chlorite
%	10,60	60,07	0,00	0,05	3,21	29,04	1,10	4,70	1,84

Tableau III- 5 : composition minéralogique de gypse.

III -2-5- Laitier :

On utilise le laitier de grec. Le laitier utilisé, extrait des déchets de la fonte est broyé jusqu'à une finesse de 2400 cm²/g. La composition chimique et minéralogique du laitier de grec est donnée dans les tableaux suivants :



Figure III- 5 : Laitier de grec (Laboratoire de Lafarge M'sila)

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	LOI
%	35,54	12,27	0,94	42,58	8,06	0,15	0,13	0,54

Tableau III- 6 : composition chimique de laitier.

Elément	R_wp	Merwinite	Melilite	Bredigite	Quartz	Calcite	BFS_amorphous
%	3,85	0,65	0,61	0,10	0,04	0,72	97,89

Tableau III-7: composition minéralogique de laitier.

III -2-6- Calcaire

Les fillers calcaires utilisé dans notre étude provient de la carrière de Chouf Ammar, où sa composition chimique à été déterminée à l'aide des analyses chimique et minéralogique effectués dans laboratoire de chimie de Lafarge. L'analyse de fillers calcaires utilisé a révélé l'existence des éléments qui sont présentés dans les tableaux suivants :



Figure III- 6 : Calcaire Chouf Ammar (Laboratoire de Lafarge M'sila).

Elément	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CL	P.F
%	47.64	6.9	2.41	1.48	1.06	0.17	0.22	0.01	0.02	39.42

Tableau III-8: composition chimique de calcaire.

Elément	R_wp	Calcite	Dolomite	Quartz	Pyrite	Illite	Chlorite	Kaolinite	Albite
%	5,79	88,82	2,26	3,11	0,17	2,81	0,65	2,61	0,01

Tableau III- 9: composition minéralogique de calcaire.

III-2-7-Sable normalisé

Le sable normalisé CEN doit être conforme à la composition granulométrique spécifiée. Elle est déterminée par une analyse granulométrique réalisée sur un échantillon représentatif de sable, d'une masse totale au moins égale à 1350g. Le tamisage doit être poursuivi jusqu'à ce que la quantité de sable passant à travers chaque tamis soit inférieure à 0,5g/min. La teneur en eau doit être inférieure à 0,2 %. Elle est déterminée par la perte de masse d'un échantillon représentatif de sable après séchage à masse constante à une température comprise entre 105 et 110°C, et exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon sec. Ces exigences ne suffisent pas pour garantir que le sable normalisé CEN a des performances équivalentes à celles du sable de référence CEN. Cette équivalence doit être initialement établie et confirmée par les essais de validation. Le sable normalisé CEN doit être conditionné dans des sacs d'une contenance de (1350±5) g.

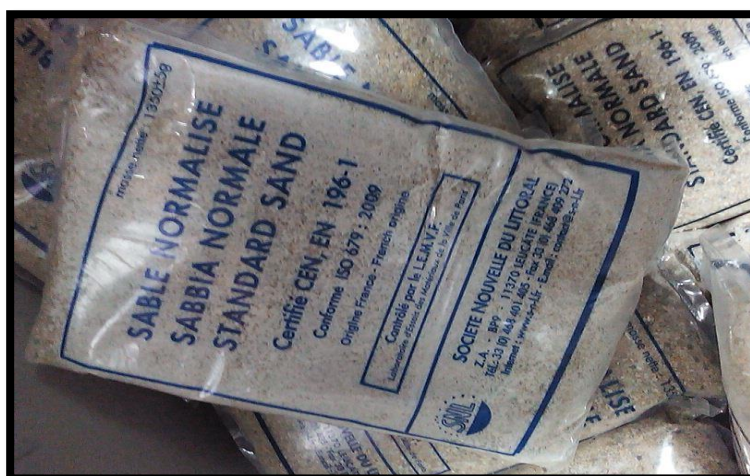


Figure III-7 : sable normalisé.

Tamis (mm)	refus cumules (g)	refus cumules %	tamisât %
2	0	0	100
1,6	110,2	8,16	91,84
1	465,3	34,47	65,53
0,5	911,1	67,49	32,51
0,16	1162,3	86,10	13,90
0,08	1348,5	99,89	0,11

Tableau III-10 : Composition granulométrique du sable de référence CEN.

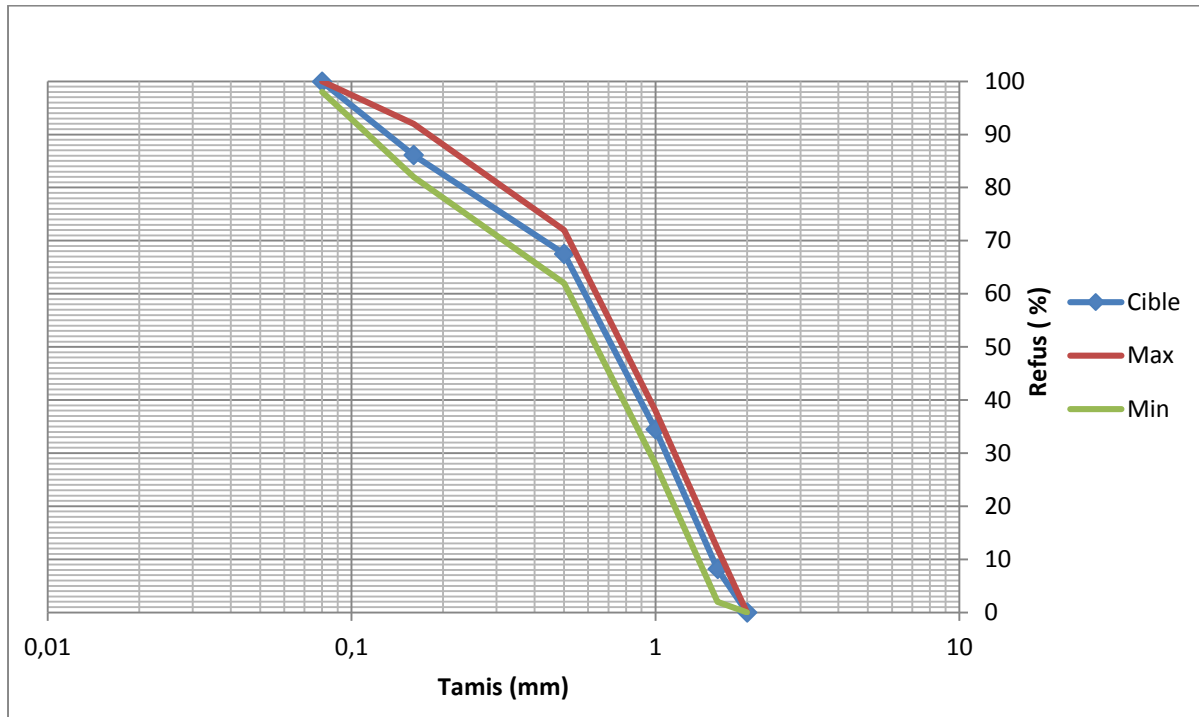


Figure III-8 : Courbe granulométrique du sable normalisé.

III-2-8-Eau de gâchage

L'eau utilisée pour la confection des mortiers est une eau distillée préparé au laboratoire de la cimenterie (Lafarge M'sila).



Figure III-9 : Distillateur (Lafarge de M'sila).

❖ 3^{eme} parties :**III-3-Formulation des ciments a des pourcentages variés**

Après les analyses physiques, chimiques et minéralogiques des matières premières (clinker, gypse) et les ajouts (laitier, calcaire). On a préparé 14 ciments à partir des pourcentages variant de laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%) et de 5 % de calcaire à chaque type de ciment.

Le tableau ci-dessous représente les différents ciments qu'on a préparés au sein de laboratoire Lafarge de M'sila.



Figure III-10: Ciment préparé dans cimenterie Lafarge.

III-3-1-Formulation des ciments

Les Ciment préparés	Laitier	Clinker	Filler Calcaire	Gypse
	(%)			
CEM1	0	97	0	3
CEM2	6	86	5	3
CEM3	10	82	5	3
CEM4	20	72	5	3
CEM5	25	67	5	3
CEM6	30	62	5	3
CEM7	35	57	5	3
CEM8	40	52	5	3
CEM9	50	42	5	3
CEM10	65	27	5	3
CEM11	70	22	5	3
CEM12	80	12	5	3
CEM13	85	7	5	3
CEM14	90	2	5	3

Tableau III- 11: Formulation des ciments a des pourcentages variés.

III-3-2-Analyses chimiques des différents ciments obtenus

Les Ciment préparés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	LOI
CEM 1	21.95	5,12	4,12	69,64	1,84	2,25	1,61
CEM 2	22.49	5.53	4.02	65.44	2,27	2,23	1,70
CEM 3	22.97	5.87	3.93	61.67	2,57	2,26	1,67
CEM 4	24.13	6.68	3.82	61.23	3,26	2,27	1,60
CEM 5	24.78	7.10	3.72	60.24	3,62	2,30	1,58
CEM 6	25.29	7.48	3.61	60.17	3,92	2,36	1,55
CEM 7	26.30	7.96	3.50	60.13	4,27	2,37	1,52
CEM 8	27.15	8.41	3.47	60.05	4,63	2,38	1,50
CEM 9	27.76	8.79	3.26	59.90	4,71	2,43	1,43
CEM 10	28,36	9.22	3.21	59.69	4,74	2,47	1,31
CEM 11	28.75	9.45	3.15	59.55	4,80	2,53	1,11
CEM 12	29.36	9,58	3.12	59.38	4,85	2,57	0,97
CEM 13	29.56	9,64	3.08	59.29	4,88	2,64	0,93
CEM 14	29.94	9,77	3.04	59.20	4,92	2,67	0,88

Tableau III- 12 Analyses chimiques des différents ciments obtenus.

Chapitre IV : Procédures expérimentales

Introduction

Dans ce chapitre nous avons défini l'importance des essais appliqués sur le ciment, et le mortier dans toutes les étapes, pour connaître l'effet des ajouts minéraux sur les propriétés mécaniques des mortiers confectionnés à base de ciment obtenu.

Des essais physiques, chimiques, et mécaniques ont été effectués au sein de laboratoire :

- Laboratoire de Lafarge M'sila.

Après l'obtention des différents types du ciment on détermine pour chaque type les propriétés suivantes :

- Les propriétés physiques
- Les propriétés rhéologiques
- Les propriétés mécaniques

IV-1-Les conditions de laboratoire

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



Figure IV-1 : Thermomètre (Laboratoire de Lafarge M'sila).

IV-2 Les propriétés physiques

IV-2-1 Déterminations de la densité de ciments

Conduite de l'essai :

- Peser 64 g de ciment.
- Introduire le benzène ou kérosène (liquide non réactif avec le ciment) jusqu'à la graduation inférieure trait marqué 0 soit V0.
- Placer le densimètre dans un bain thermostatique à température constante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$).
- Attendre 20 minutes et corrigé le niveau si nécessaire après stabilisation de la température.
- Introduire la poudre de ciment dans le Densimètre.
- Agité doucement en faisant tourner le densimètre pour chasser l'air entraîné par la poudre.
- Remettre le densimètre dans le bain thermostatique.
- Après stabilisation du niveau lire le volume après introduction du ciment dans le densimètre soit V1.
- Calcul de la masse volumique absolue par la relation :

$$\gamma_c = M / (V1 - V0)$$



Figure IV-2 :Flasque Le Chatelier.

IV-2-2 Mesure de la finesse du ciment(Norme NF P 15-442 -EN-196-6)

La surface spécifique (finesse Blaine) permet de mesurer la finesse de mouture d'un ciment. Elle est caractérisée par la surface spécifique ou surface développée totale de tous les grains contenus dans un gramme de ciment. Elle s'exprime en cm^2/g . Suivant le type de ciment, cette valeur est généralement comprise entre 2800 et 5000 m^2/g .

Principe :

La détermination de la Surface Spécifique (SSB) est une méthode relative, basée sur la perméabilité à l'air, découlant du temps nécessaire pour le passage d'un volume d'air donné à travers un lit compacté de ciment, de dimensions et de porosités spécifiées.

Conduite de l'essai :

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

$$S = \frac{K \sqrt{e}}{\rho \eta \sqrt{t}} \times \frac{m}{v}$$

Avec :

k : constante de l'appareil ($K = 2.106$).

ρ : Masse volumique du ciment en g/cm³.

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

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

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

m = $\rho c.v.e$

v = 1.848 volume de la cellule.

e = porosité du ciment dans la cellule.



Figure IV- 3 : Le Densimètre de Le Chatelier.

IV-2-3 Analyse granulométrique (Méthode alpine)

Objet :

Ce mode opératoire a pour but de décrire le mode d'emploi d'utilisation de la tamiseuse ALPINE référencé M0212.

Nous allons décrire l'appareil et les étapes pour procéder à un tamisage de produits et nous précisons les consignes à respecter.

Description :

Le tamis à air ALPINE fonctionne sans aucun mouvement mécanique du tamis ou des autres parties en contact avec la matière, mais simplement par courant d'air.

Il consiste dans l'utilisation contrôlée du courant d'air, pour disperser la matière, entraîner le fin (les fines) à travers les mailles du tamis, nettoyer le tamis.

L'ensemble de l'appareil comprend :

- le tamis Alpine avec manomètre en U.
- le ventilateur.
- le dépoussiéreur (filtre).
- le tambour tamisant.
- un filtre pour recueillir les fines (éventuellement).

- deux tamis : 45 μ m, 90 μ m.



FigureIV- 4 :Tamiseuse à courant d'air

Détermination du rejet en utilisant un seul tamis:

Voici les étapes à suivre :

- faire sécher la matière à tamiser si nécessaire.
- placer le tamis à utiliser sur le bâti.
- peser 10g de matière et vider sur le tamis.
- mettre en place le couvercle en plexiglas.
- brancher l'appareil en tournant vers la droite le bouton de la minuterie jusqu'à la butée fixée d'avance sur 5 min avec le bouton moleté.
- mettre en route l'aspiration.

La minuterie étant branchée, la lance fendue commence à tourner, le ventilateur et l'aspiration de poussière démarrent, le tamisage commence. A travers le plexiglas, on peut observer directement le tamisage.

Si au début de l'opération, une partie de la matière se colle au couvercle, il faut la décoller, aussi longtemps que nécessaire, en donnant toutes les 10 secondes environ quelques coups sur le bouton du couvercle avec le marteau en matière plastique.

Par la suite, la matière grossière soulevée par le courant d'air nettoie elle-même le couvercle.

L'ouverture d'aspiration dans le talon du bâti du tamis doit être absolument libre. On peut tirer le couvercle pour un court instant afin d'écraser des grumeaux éventuels.

Du fait de l'aspiration, il ne se produit pas de perte de matière.

- Lorsque les 5 minutes sont écoulées, l'appareil s'arrête automatiquement. Couper alors l'aspiration.
- Peser la matière restant sur le tamis. Soit **P** le poids trouvé en grammes.

$$\text{Rejet} = P \times 10 (\%)$$

IV-3-Détermination les propriétés rhéologiques

IV-3-1-La détermination de la consistance normale : 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 IV-5)

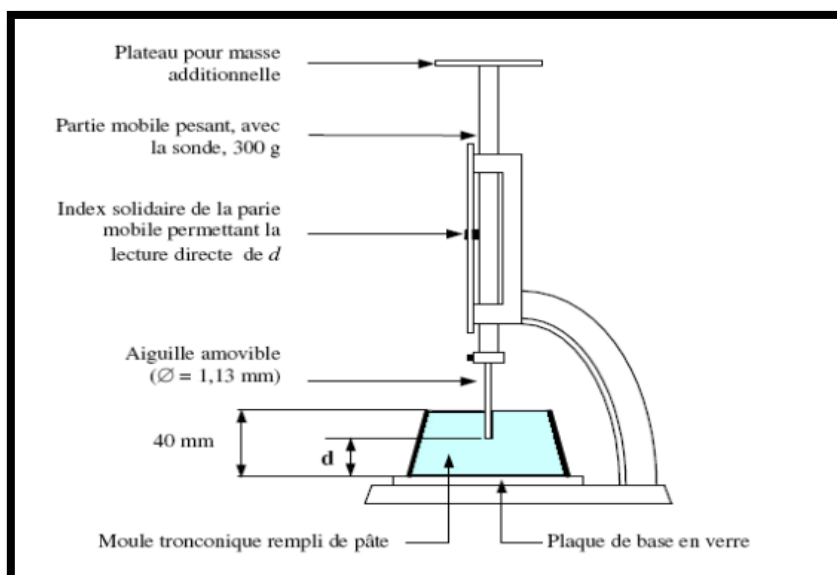


Figure IV- 5: Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance.

Conduite de l'essai

- Verser la quantité d'eau dans la cuve du malaxeur .La température dans la salle doit être de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative supérieure ou égale à 50%.
- Verser 500 g de ciment au centre de la cuve en un temps compris entre 5 et 10 secondes.

La fin du versement correspond au temps 0.

- Mettre immédiatement le malaxeur en marche à vitesse lente pendant 90 s.
- Arrêt du malaxage pendant 30 s, faire le raclage de la pâte.
- Remettre le malaxeur en marche pendant 90s à vitesse lente.
- Introduire la pâte immédiatement dans le moule tronconique de hauteur 40mm et de diamètre 70 et 80 mm posé sur une plaque en verre huilée sans tassement ni vibration excessives.
- Enlever l'excès de la pâte par un mouvement de va et vient avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface du moule.
- Placer l'ensemble sur la platine de l'appareil de Vicat.
- La sonde de diamètre $\varnothing = 10$ mm est amenée à la surface de la pâte et lâchée sans vitesse initiale. La sonde s'enfonce dans la pâte. Quand elle s'immobilise; ou au plus tard 30s après l'avoir relâchée.
- Mesurer la distance d entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule, cette distance d caractérise la consistance. Si $d = 6\text{mm} \pm 2$; c'est la consistance normalisée Si d est différente de cette valeur, on refait l'essai avec un nouveau rapport E/C jusqu'à l'obtention de la valeur recherchée.

IV-3-2 -Essai de prise(Norme EN 196-3)**La Détermination du temps de prise de la pâte du ciment :**

Il est nécessaire de connaître les début et fin de prise des pâtes de ciment (des liants hydrauliques) afin de pouvoir évaluer le temps disponible pour la mise en place correcte des mortiers et des bétons qui seront ensuite confectionnés. Les essais se font à l'aide de l'aiguille de Vicat qui donne deux repères pratiques : Le début de prise et la fin de prise.

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 IV.6).

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.



-Appareil de Vicat manuel -Appareil de Vicat automatique

Figure IV- 6 :L'appareil de Vicat.

Conduite de l'essai:

Il s'agit de confectionner une pâte de ciment normalisée comme indiqué au IV-3-1.

Le temps zéro est celui où le ciment a fini d'être ajouté à l'eau dans la cuve du malaxeur. L'aiguille est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans vitesse initiale. Lorsqu'elle s'immobilise (ou après 30s d'attente).

On relève la distance d séparant l'extrémité de l'aiguille à la plaque de base.

On recommence l'opération à intervalle de temps convenablement espacés jusqu'à ce que $d = (6 \pm 3)$ mm cet instant mesuré à 5 mn près correspond au temps de début de prise.

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

IV-3-3-Détermination de la stabilité (EN 196-3):

Objectif de l'essai :

Il s'agit d'apprécier l'augmentation de volume que seraient provoquée, au cours de la réaction d'hydratation des oxydes de calcium ou de magnésium contenus dans le ciment.

Principe de l'essai :

La réaction d'hydratation est accélérée par un traitement thermique de la pâte, de façon à pouvoir constater l'expansion éventuelle du ciment dans un délai très court.

Equipement nécessaire :

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

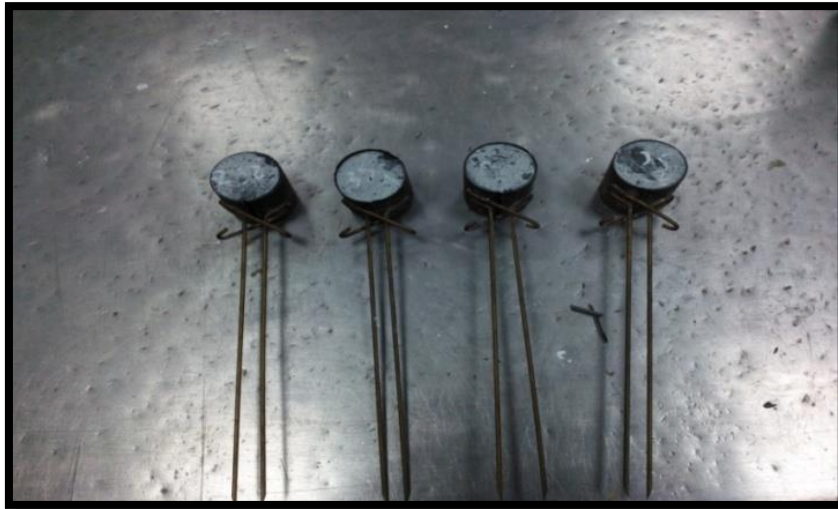


Figure IV-7 : les moules élastique.

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



Figure IV-8 : les moules dans La Chambre d'humidité.

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



Figure IV-9 : Une bouilloire.

Conduite de l'essai :

La pâte de consistance normalisée est introduite dans les deux moules en laiton.

Conservation des moules pendant 24h dans l'armoire humide.

Au bout de ce temps on mesure à 0.5mm près l'écartement **A** des pointes des aiguilles, Le moule est entreposé dans la bouilloire pendant $3h \pm 5mn$ à une température d'ébullition. Soit **B** l'écartement au bout de ce temps des pointes des aiguilles et soit **C** l'écartement après refroidissement à 20°C La stabilité est caractérisé par la valeur C-A

Stabilité = C-A

Expansion = B-A

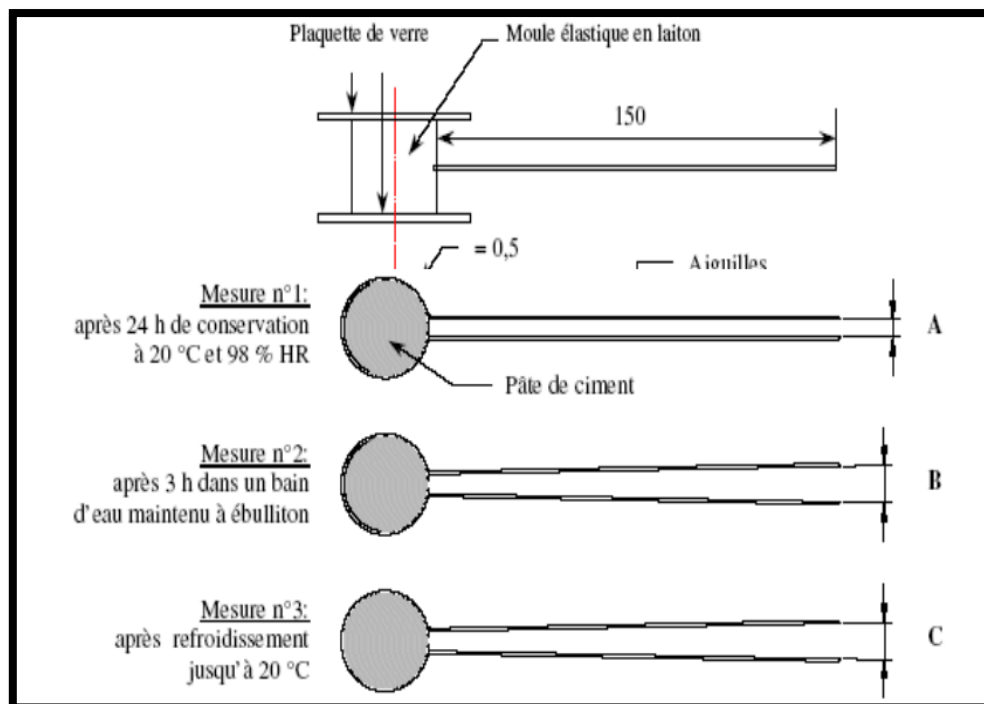


Figure IV-10:les Aiguillé de Chatelier.

IV-4 -Détermination des propriétés mécaniques :

Pour but de définir les essais de compression et de flexion permettant de déterminé la contrainte de rupture à la traction par flexion et à la contrainte de rupture à la compression des liants hydrauliques.

IV-4- 1-Définition et formulation du mortier normal(EN 196-1)

Le mortier normal est un mortier qui sert à définir certaines caractéristiques d'un ciment et notamment sa résistance. Ce mortier est réalisé conformément à la norme EN 196-1. Le sable utilisé est un sable appelé "sable normalisé EN 196-1", lui-même étant défini par rapport à un "sable de référence CEN". Ce sable est commercialisé en sac plastique de 1350 g (\pm 5g). La composition du mortier à tester est la suivante :

- **sable normalisé = 1350 g (\pm 5 g).**
- **ciment = 450 g.**
- **Eau de gâchage = 225 ml.**

La procédure opératoire est la suivante :

- Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment soigneusement.
- Mettre le malaxeur en marche à petite vitesse.
- Après 30 secondes, introduire le sable régulièrement pendant les 30 secondes qui suivent et continuer à malaxer pendant 30 secondes.
- Arrêter le malaxeur pendant une minute et 30 secondes. Enlever à l'aide d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent à la paroi et au fond vers le milieu de celui-ci.
- Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant une minute.



Figure IV-11 : Malaxeur semi-automatique de mortier.

Préparation des éprouvettes :

La préparation des éprouvettes doit suivre le mode opératoire suivant :

- Le moule et sa hausse fermement fixés à la table de choc.
- Remplir avec précaution à l'aide d'une cuillère convenable, le moule à moitié et dans chaque compartiment de celui-ci.
- Etaler la couche uniformément en utilisant une spatule adéquate ; la tenir verticalement et avec des mouvements de vas et viens.

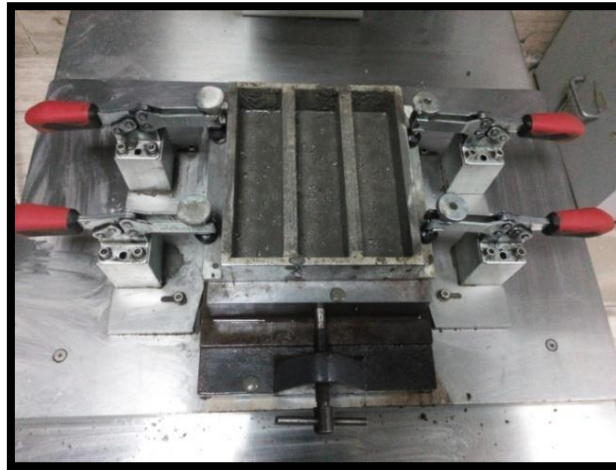


Figure IV-12 : Table à choc.

- Démarrer ensuite l'appareil de choc pour 60 coups.
- Introduire la seconde couche, niveler avec la spatule et démarrer l'appareil pour 60 autres coups.
- Retirer avec précaution le moule de la table, puis enlever immédiatement l'excès de mortier avec une règle métallique plate.
- Lisser la surface des éprouvettes en tenant la règle presque à plat.
- Etiqueter les moules pour identification.
- Placer sans tarder, les moules dans une armoire humide, pendant 24h.



Figure IV-13 : La Chambre d'humidité.

- Après 24 heures de cure, faire sortir les moules et procéder au démoulage des éprouvettes.



Figure IV-14: Démoulage des éprouvettes.

- Immerger sans tarder, les éprouvettes dans un bain d'eau de température $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

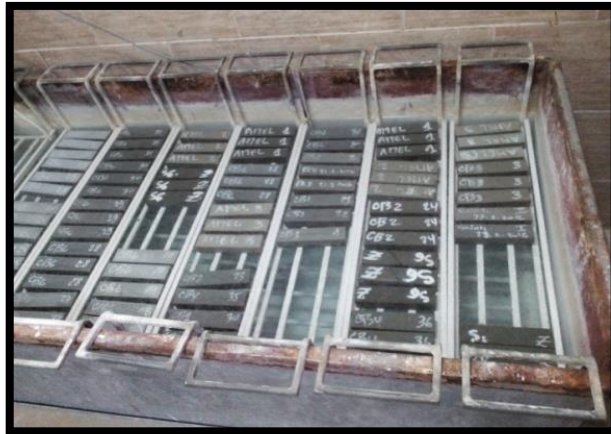


Figure IV-15 : Conservation des éprouvettes dans l'eau.

- Au jour prévu, les éprouvettes sont rompues en flexion et en compression. Les normes ENV 197-1 et NFP 15-301 définissent les classes de résistance des ciments d'après leur résistance à 2 (ou 7 jours) et 28 jours. Ces âges sont donc impératifs pour vérifier la conformité d'un ciment.
- Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes sont exposées à l'air libre pendant 20 minutes pour qu'elles acquièrent l'état normal d'humidité.
- Les essais sont d'abord effectués en flexion sur une presse permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10KN asservie en chargement de $50\text{N/s} \pm 10\text{N/s}$.
- Les essais de compression sont effectués par une presse de type Perrier d'une charge de 200KN asservie en chargement de $2400\text{N/s} \pm 200\text{N/s}$. (Voir Figure IV-16)



Figure IV-16: Appareil de compression et de flexion.

IV-4-2-Les essais sur mortier

IV-4-2-1-Mesure du Retrait sur éprouvette de mortier normal

Objectif de l'essai :

L'essai consiste à suivre l'évolution des changements dimensionnels d'une éprouvette de mortier normal conservé à l'air pour le retrait et à l'eau pour le gonflement.

Donc le retrait est une réduction de longueur d'un échantillon provoqué par la dessiccation, le gonflement est une augmentation de longueur d'un échantillon provoqué par l'immersion dans l'eau. Trois prismes ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) sont préparés pour chaque essai de retrait et de gonflement.

Principe de l'essai :

Après le démoulage de l'éprouvette de dimension ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$), on procède immédiatement à la mesure de sa longueur puis à 3,7 et 28 jours.

Équipement nécessaire utilisé :

Il est décrit dans la Norme NF P15-433.

- Une salle maintenue à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$ Un malaxeur normalisé.
- Des moules équipés de plots de retrait en laiton.
- Les plots sont vissés au centre de chaque face carré du moule au moment de la mise en place du mortier, puis désolidarisés du moule avant le démoulage.
- Un dilatomètre équipé d'un comparateur permettant de réaliser des mesures avec une précision inférieure ou égale à $5 \mu\text{m}$.
- Une tige de 160mm de longueur en invar (insensible aux variations de température pendant la manipulation) pour permettre de régler le zéro du dilatomètre.

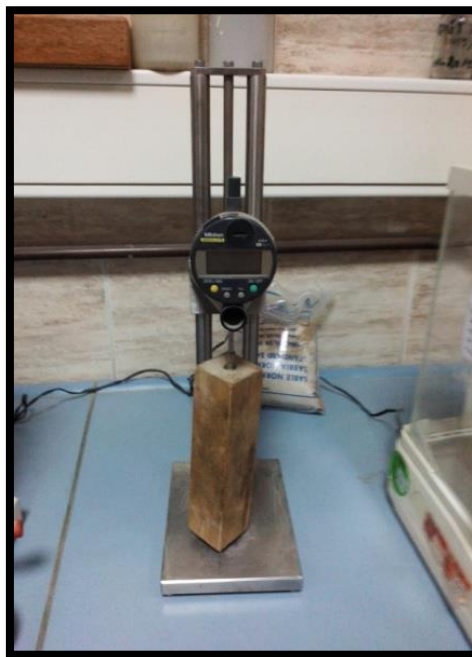


Figure IV-17: Comparateur de Retrait (Laboratoire de Lafarge M'sila).

Conduite de L'essai :

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

Soit $dl(t)$ la valeur lue sur le comparateur au temps t (3, 7 et 28 jours), la longueur de l'éprouvette est : $L(t) = L_0 + dl(t)$

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

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

La variation relative de la longueur est :

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

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

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

IV-4-2 -2-Détermination de la chaleur d'hydratation

Laboratoire :

- La température du laboratoire où le mortier est gâché doit être maintenue à $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.
- La salle d'essais où la calorimétrie a lieu doit être maintenue à une température de $(20,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$.
- La température affichée par le calorimètre de référence doit être considérée comme étant la température ambiante et doit être maintenue à $\pm 0,5 ^\circ\text{C}$.
- La distance entre chacun des calorimètres doit être d'environ 12 cm. La vitesse de l'air de ventilation autour des calorimètres doit être inférieure à 0,5 m.s⁻¹.
- Lorsque plusieurs essais sont effectués simultanément, on doit compter au moins un calorimètre de référence pour six calorimètres d'essai ; lorsque plusieurs calorimètres d'essai sont utilisés avec un calorimètre de référence, un agencement hexagonal doit être organisé avec le calorimètre de référence au centre.

Conduite de L'essai :

A- Composition du mortier :

La composition du mortier doit être conforme à l'EN 196-1 et l'échantillon pour essai doit avoir une masse totale de $(1\ 575 \pm 1)$ g.

Chaque gâchée de mortier doit être constituée de $(360,0 \pm 0,5)$ g de ciment ; $(1\ 080 \pm 1)$ g de sable normalisé CEN conforme aux exigences de l'EN 196-1 et $(180,0 \pm 0,5)$ g d'eau distillée.

Comme il n'est pas possible de récupérer la totalité des matériaux versés dans le récipient du malaxeur, il convient que la gâchée de mortier soit légèrement supérieure à 1 575 g, les proportions en masse des divers constituants étant maintenues.

B- Malaxage :

Conserver le ciment, l'eau, le sable, la boîte à mortier, le récipient du malaxeur et les autres instruments en contact avec le mortier dans la salle d'essais.

Le malaxeur étant dans sa position de fonctionnement, verser le sable et ensuite le ciment dans le récipient du malaxeur ; homogénéiser le mélange de sable et de ciment pendant 30 s à petite

vitesse ; verser l'eau, consigner le temps, et malaxer immédiatement à petite vitesse pendant 60 s ; régler le malaxeur sur la grande vitesse et malaxer à nouveau 60 s.

fin d'éviter les déperditions thermiques, il est recommandé d'exécuter le malaxage dans un temps relativement court.

C'est pour cette raison que le temps de malaxage prescrit dans l'EN 196-1 a été raccourci.

C - Mise en place de l'échantillon d'essai :

Aussitôt après le malaxage, peser ($1\,575 \pm 1$) g de mortier dans la boîte qui a été pesée au préalable, avec son couvercle, à $\pm 0,5$ g.

Mettre en place le couvercle en s'assurant qu'il assure l'étanchéité.

Remplir l'étui pour thermomètre de ($2,5 \pm 0,5$) cm³ d'huile (par exemple de l'huile minérale fluide), afin d'améliorer le contact thermique entre l'échantillon d'essai et le thermomètre. Peser la boîte à mortier à $\pm 0,5$ g pour pouvoir contrôler, en fin d'essai, toute perte de vapeur d'eau éventuelle.

Aussitôt après, l'introduire dans le calorimètre d'essai et le refermer immédiatement avec le bouchon.

Mettre aussitôt le thermomètre en place dans l'étui pour thermomètre de manière à ce qu'il soit approximativement au cœur de l'échantillon d'essai. Sceller l'orifice de passage à travers le bouchon au moyen d'un dispositif de fermeture.

Le bouchon peut être également obturé au moyen d'un matériau d'étanchéité, malléable, ou de mastic.

Le malaxage et la mise en place de l'échantillon d'essai ne doivent pas prendre plus de 6min. En fin d'essai, peser à nouveau la boîte à mortier à $\pm 0,5$ g.

En cas de réduction de masse supérieure à 2 g, l'essai n'est pas valable et doit être recommencé.

D - Mesure de l'échauffement :

Prendre le moment où l'on verse de l'eau comme origine des temps.

La mesure de l'échauffement consiste à relever, à des instants déterminés, la température de l'échantillon d'essai et celle de l'échantillon inerte placé dans le calorimètre de référence.

Faire au moins un relevé au cours des 30 premières minutes, suivi par des relevés effectués au moins toutes les :

- 1 h pendant les premières 24 h.
- 4 h au cours du deuxième jour.
- 6 h jusqu'à la fin de la période d'essai.

La fréquence de ces mesures peut être accrue en fonction des caractéristiques du ciment étudié.

Consigner l'instant de chaque relevé de température en heures et minutes.

À chaque relevé de température déterminer l'échauffement de l'échantillon d'essai, ht , comme la différence entre la température de l'échantillon d'essai, T_s , et celle de l'échantillon inerte, Tr_0 , placé dans le calorimètre de référence.



Figure IV-18: Calorimètre Langavant (Laboratoire de Lafarge M'sila).

IV-5-Résultats des essais

IV-5-1-résultats des essais physiques

Les ciments préparés	Densité (t/m^3)	SSB (g/cm^2)	E/C (%)	Dp	Fp	Expansion (mm)	Refus32	Refus45
				(min)			(μm)	
CEM 1	3.17	4950	35.2	130	190	0.5	12.47	3
CEM 2	3.15	4890	34.9	140	210	0.5	12.78	3.2
CEM 3	3.13	4800	34.4	150	230	0.5	13.09	3.5
CEM 4	3.12	4600	34.2	158	240	0.8	13.4	3.9
CEM 5	3.12	4430	34	160	240	0.9	13.71	4.1
CEM 6	3.1	4250	33.7	174	261	1.1	14.02	4.4
CEM 7	3.09	4080	33.6	177	266	1.3	14.33	4.7
CEM 8	3.07	3960	33.4	180	271	1.5	14.64	5
CEM 9	3.05	3850	33.2	187	282	1.6	14.95	5.3
CEM 10	3.05	3750	32.7	193	286	1.8	15.26	5.5
CEM 11	3.02	3850	31.9	200	294	1.9	15.57	5.7
CEM 12	2.99	3650	31.2	211	303	2.1	15.88	5.9
CEM 13	2.97	3550	29.8	227	312	2.2	16.19	6.1
CEM14	2.93	3350	28.2	242	328	2.2	16.5	6.3

Tableau IV-1 : résultats des essais physique.

IV-5-2-résultats des essais mécaniques

Les ciments préparés	Rc 2 jrs	Rc7 jrs	Rc14 jrs	Rc28 jrs	Rc90 jrs	Retrait 3 jrs	Retrait 7 jrs	Retrait 28jrs	Gonflement 3 jrs	Gonflement 7 jrs	Gonflement 28jrs	Chaleur d'hydratation
	<i>(Mpa)</i>					<i>(um/m)</i>						<i>(j/g)</i>
CEM 1	28,50	44,50	49,50	59,50	70,8	151	344	536	38,2	71,1	98,7	244
CEM 2	25,61	42,01	48,03	58,04	69,825	162,16	353,08	542,47	31,884	63,95	89,225	247
CEM 3	24,03	40,23	47,15	56,98	68,85	184,32	372,16	559,94	30,968	62	88,55	240
CEM 4	22,24	38,64	46,28	56,01	67,875	206,48	391,24	581,51	30,652	60,85	88,075	233
CEM 5	20,55	36,85	45,40	54,65	66,9	224,64	414,32	599,58	28,936	58,4	84,5	226
CEM 6	18,86	35,36	44,53	53,69	65,925	244,8	432,4	616,95	27,02	57,65	84,025	219
CEM 7	17,38	34,38	43,65	52,73	64,95	262,96	451,48	638,12	27,004	55,12	81,55	213
CEM 8	15,59	32,69	42,68	51,56	63,975	290,12	470,56	655,29	25,588	53,45	80,475	206
CEM 9	15,20	31,50	42,50	51,00	63,2	309,28	492,44	674,66	24,372	52,64	77,9	198
CEM 10	14,20	31,00	41,90	50,50	63	331,44	514,22	692,73	23,356	50,15	76,125	188
CEM 11	11,74	25,80	35,10	44,80	60,7	352,6	533,5	710,5	22,24	49,1	75,15	180
CEM 12	9,98	20,60	28,00	38,80	58,4	372,76	554,08	731,67	20,924	48,05	72,575	175
CEM 13	8,70	15,40	20,90	35,00	56,1	392,92	573,56	746,74	20,308	45,7	70,5	170
CEM14	7,60	15,50	21,00	32,90	44,2	395,2	575,44	747,75	19,45	43,1	69,4	155

Tableau IV-2 : résultats des essais mécaniques.

Chapitre V : Résultats et discussion

Introduction

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence de la nature de deux additions minérales (laitier ,filler calcaire) et nous présentons les résultats des différents essais effectués sur les ciments et les mortiers confectionnées selon les différentes combinaisons d'ajouts laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%)+5% filler calcaire.

- La formulation des ciments préparés est mentionnée dans le chapitre III tableau (III- 11).

V-1-l'influence du Taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) Sur la densité du Ciment

Les résultats obtenus sont rapportés dans le tableau V-1 et présentés par la figure V-1 qui montre l'influence des taux de l'ajout d'une combinaison : laitier-filler calcaire ;(avec un taux fixe de filler calcaire de 5 % et un taux variant de laitier de(6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%)sur la densité de ciment élaboré . L'addition des deux minéraux est faite par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par le laitier et filler calcaire).

D'après cette figure V-1, on remarque une légère diminution de ciment préparé. Cette diminution est de 4% avec l'ajout de 65% de laitier et 5% de filler calcaire ; alors qu'avec 90 % de laitier et toujours de 5%de filler calcaire la diminution constatée est de 8%. Donc l'augmentation de pourcentages de laitier contribue favorablement à la diminution de la densité de ciment élaboré. Celle-ci est attribuée à la substitution d'une quantité de clinker, avec une densité de 1.56 par une quantité de laitier de 1.20 t/m³. Le filler calcaire avec une densité de 1.67 t/m³ n'est pas un facteur modifiant puisque sa quantité est constante (5%).

Les ciments préparés	CEM1	CEM2	CEM3	CEM4	CEM5	CEM6	CEM7
Densité(t/m ³)	3.17	3.15	3.13	3.12	3.12	3.1	3.09
Les ciments préparés	CEM8	CEM9	CEM10	CEM 11	CEM 12	CEM 13	CEM 14
Densité(t/m ³)	3.07	3.05	3.05	3.02	2.99	2.97	2.93

Tableau V-1-la masse volumique absolue des ciments élaborés.

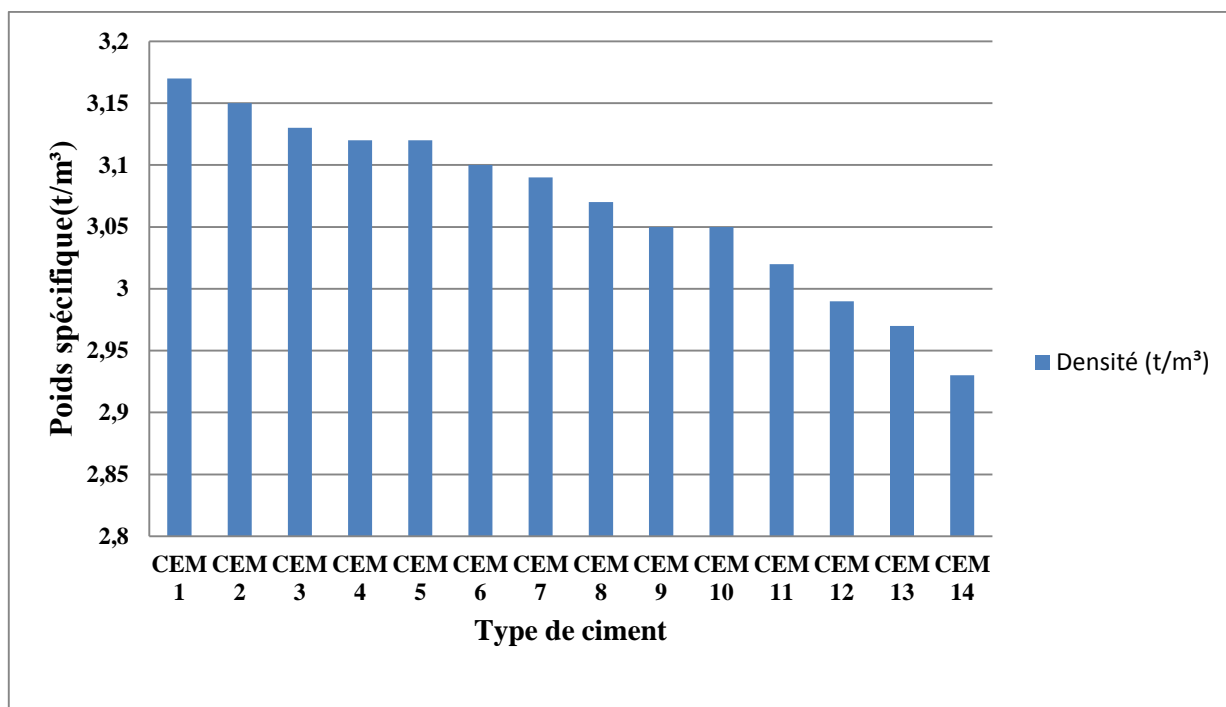


Figure V-1 -la masse volumique absolue des ciments élaborés.

V-2-Influence du taux d’ajouts (laitier, filler calcaire) sur la surface spécifique du ciment préparés

Le tableau V-2 ci-dessous présente l’ensemble des résultats obtenus lors de l’évaluation de la surface spécifique (SSB) de ciment en fixant toujours le pourcentage de filler calcaire à 5 % et en variant le pourcentage de laitier de 6 à 90%.

D’après la figure V-2, on constate une diminution significative de la surface spécifique de ciment préparé avec combinaison : laitier-filler calcaire. La surface spécifique de ciment témoin est de 4950 (g/cm²) mais elle diminué avec l’augmentation des pourcentages d’ajout de laitier.Cette diminution constatéeest de 33% avec l’ajout de 90 % de laitier.

Cette diminution peut –être justifier par l’effet que le laitier qui est difficile à broyer (SSB=2400 ± 100) représente un paramètre négatif au broyage de mélange. La présence du clinker avec un SSB=3200± 100 et de 5% de calcaire avec un SSB de 7000 g/cm³ sont des facteursprépondérants qui contribuent la facilité de broyabilité.

Les ciments préparés	CEM1	CEM2	CEM3	CEM4	CEM5	CEM6	CEM7
SSB(g/cm²)	4950	4890	4800	4600	4430	4250	4080
Les ciments préparés	CEM8	CEM9	CEM10	CEM 11	CEM 12	CEM 13	CEM 14
SSB(g/cm²)	3960	3850	3750	3850	3650	3550	3350

Tableau V-2 - la surface spécifique des ciments élaborés.

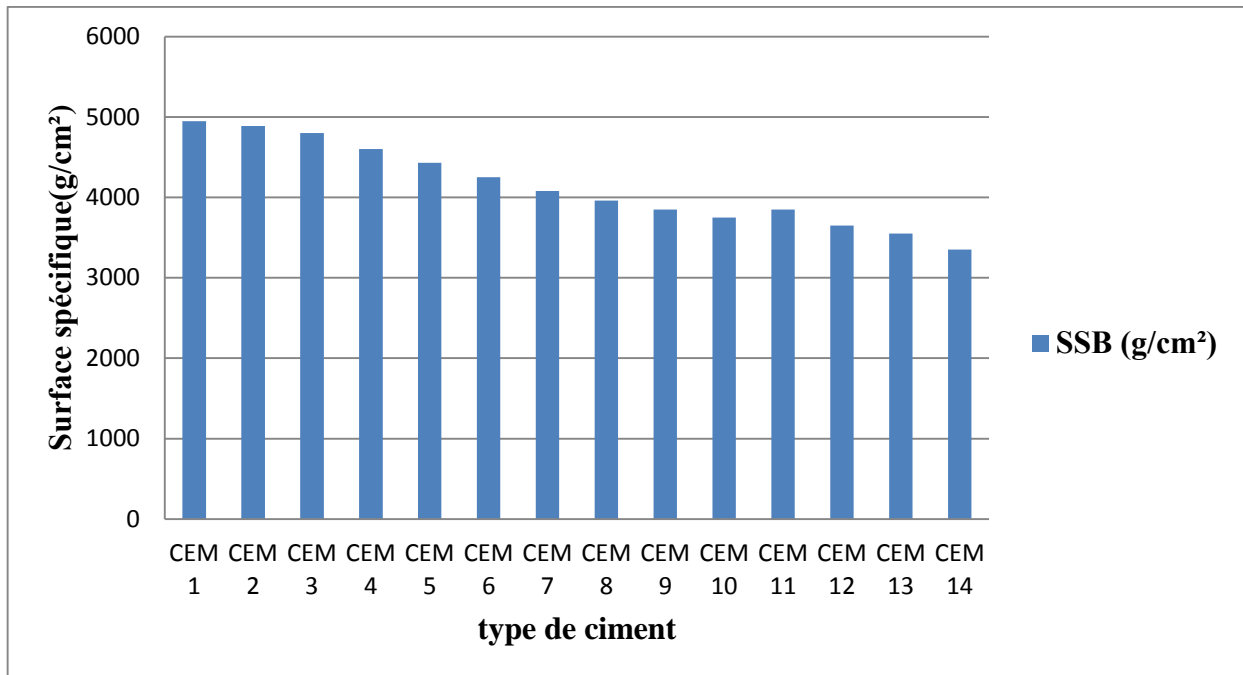


Figure V- 2 -la surface spécifique des ciments élaborés.

V-3-Influence du taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) sur la Consistance Normale

Le tableau V-3 ci-dessous présente l'ensemble des résultats obtenus lors de l'évaluation de la consistance de ciment préparé. D'après la figure V-3, on constate que l'ajout des différents pourcentages de laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%)et de 5 % filler calcaire influe sur la consistance normale de ciment élaboré par apport au ciment témoin.

On sait bien que la consistance normale est la quantité d'eau de gâchage qui assure l'obtention d'une pâte normale. Elle dépend de la finesse de mouture de la température, d'eau de gâchage. La demande ou besoin d'eau est mesurée en utilisant l'essai d'aiguille de Vicat. L'influence des ajouts sur la pâte de ciment est exprimé par le changement de la consistance normale (rapport de la demande en eau).

On remarque, d'après les essais réalisés, que l'addition progressive du laitier se traduit par une diminution de la quantité d'eau en fonction du pourcentage d'ajout utilisé. Cela peut être dû; à la finesse (SSB) du ciment élaboré qui a une influence significative sur la consistance normale de la pâte de ciment, Elle joue un grand effet sur la consistance par ce que les grains fins des ciments besoin beaucoup d'eau par rapport aux autres grains (grossiers).

Les ciments préparés	CEM1	CEM2	CEM3	CEM4	CEM5	CEM6	CEM7
E/C (%)	35.2	34.9	34.4	34.2	34	33.7	33.6
Les ciments préparés	CEM8	CEM9	CEM10	CEM 11	CEM 12	CEM 13	CEM 14
E/C (%)	33.4	33.2	32.7	31.9	31.12	29.8	28.2

Tableau V-3 - La consistance normale des ciments élaborés.

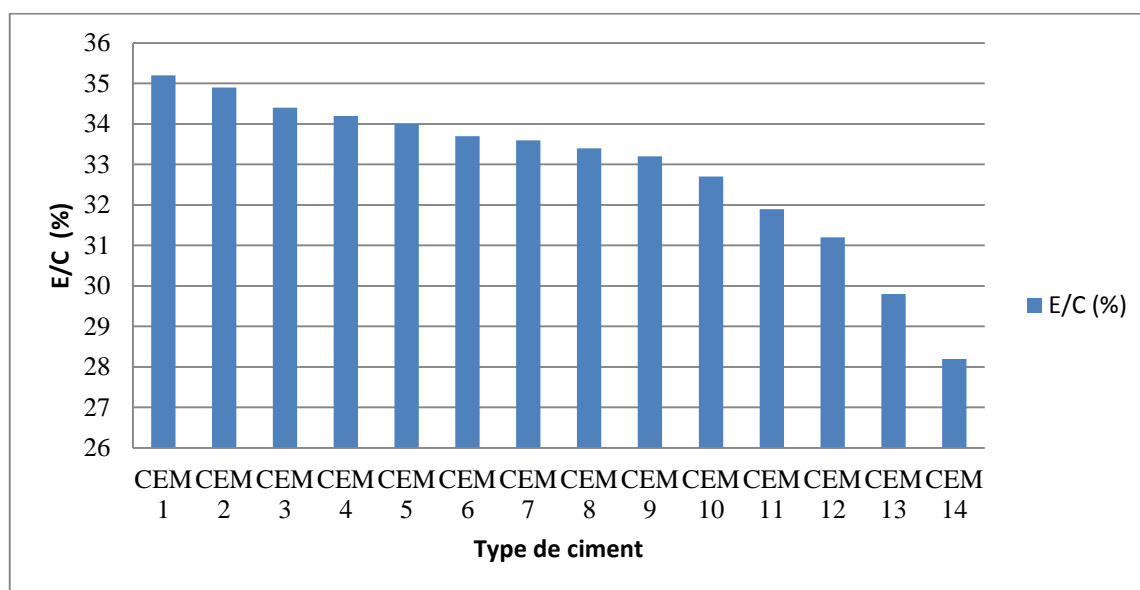


Figure V-3 -la variation de consistance normale en fonction pourcentage des ajouts des ciment élaborés.

V-4-Effet du taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) sur le phénomène du début et fin de prise

D'après la figure ci-dessous V-4 on observe une augmentation du temps de début de prise, Le temps de début de prise de notre produit illustre le délai de mise en œuvre avant durcissement Les résultats expérimentaux obtenus (Tableau V-4, Figure V-4) présentent l'effet du taux d'ajouts (laitier, filler calcaire) sur le temps de prise de la pâte de ciment. L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat automatique. Selon les résultats obtenus on voit nettement que l'augmentation du pourcentage du laitier avec filler calcaire a effet : retardement du temps de prise.

De même, on remarque que les temps de début et de fin de prise augmentent proportionnellement avec l'augmentation de la quantité d'ajouts de laitier et filler calcaire. 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 et filler calcaire. Par conséquent les cristaux de CSH (élément responsable du phénomène de durcissement de la pâte) existent uniquement en faible quantité aux très jeunes âges.

Les ciments préparés	Dp	Fp
	(min)	
CEM 1	130	190
CEM 2	140	210
CEM 3	150	230
CEM 4	158	240
CEM 5	160	240
CEM 6	174	261
CEM 7	177	266
CEM 8	180	271
CEM 9	187	282
CEM 10	193	286
CEM 11	200	294
CEM 12	211	303
CEM 13	227	312
CEM 14	242	328

Tableau V-4 le temps de prise des ciments élaborés.

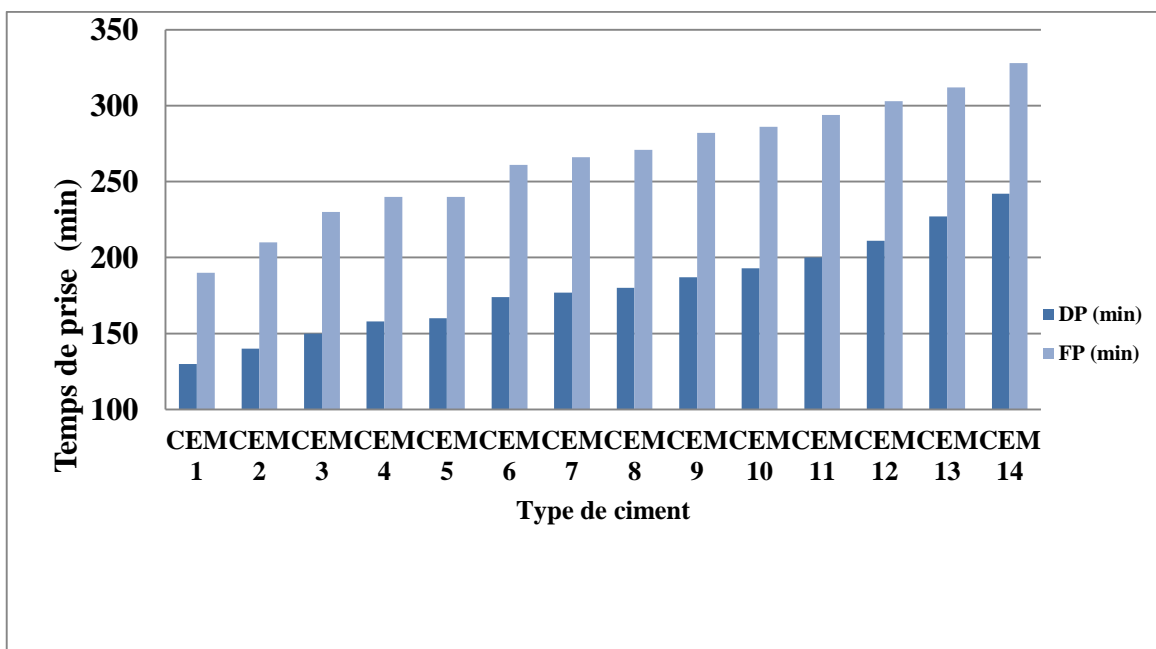


Figure V-4-la variation de début et fin de prise en fonction du pourcentage d'ajouts des ciments élaborés.

V-5-Influence du Taux d'ajouts (laitier et filler Calcaire) sur la Stabilité du Ciment

Le tableau ci dessous présente les résultats obtenus après avoir mesuré la stabilité du ciment en variant le pourcentage de laitier ajouté au nouveau produit et toujours en fixant le pourcentage de filler calcaire à 5 %. D’après les résultats expérimentaux, on observe une légère augmentation par rapport le ciment témoin (CEM, 0.5 mm) mais la présence des déférents pourcentages de laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%) et 5 % de filler calcaire n’ont pas un effet significatif sur la stabilité des ciment car les résultats sont toujours dans la norme ,sachant que la norme EN 196-3 est de stabilité inférieur à 10mm.Cette augmentation de l’expansion peut être expliquée par la présence d’impuretés ainsi que d’autres éléments tels que le MgO qui sont préjudiciables au ciment et qui donnent généralement une expansion plus élevée.

Type	CEM1	CEM2	CEM3	CEM4	CEM5	CEM6	CEM7
Expansion(mm)	0.5	0.5	0.5	0.8	0.9	1.1	1.3
Type	CEM8	CEM9	CEM 10	CEM11	CEM12	CEM13	CEM14
Expansion (mm)	1.5	1.6	1.8	1.9	2.1	2.2	2.2

Tableau V-5 : Propriétés physiques des ciments préparés (Expansion de Chatelier).

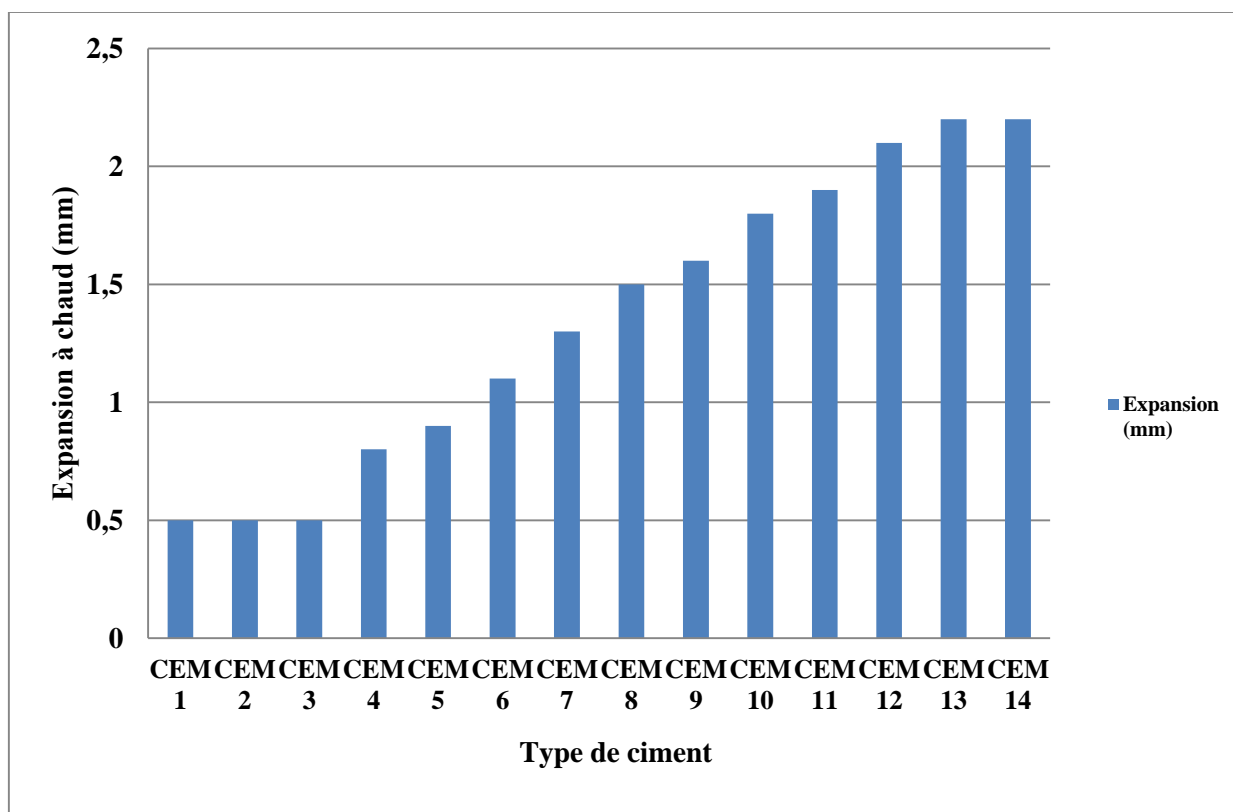


Figure V-5 : Effet du taux d'ajouts (laitier+filler calcaire) sur l'expansion du ciment élaboré.

V-6-Effet des couples laitier/filler calcaire sur la résistance mécanique

Les résultats mécaniques des mortiers testés sont rapportés sur le tableau ci-dessous, et présentés dans la figure V-6. Cette figure montre l'influence des différentes combinaisons laitier-filler calcaire sur la résistance à la compression.

D'après ces résultats, On constate une diminution de la résistance des mortiers testés, par rapport au mortier témoin, avec l'augmentation du pourcentage des ajouts (laitier, et 5% de filler calcaire). Alors que la résistance des mortiers testés augmente en fonction de l'âge de durcissement. Cela est dû à la variation de la cinétique d'hydratation minéral C_3S et C_2S . Ces derniers sont les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances mécaniques à court et à long terme. Ce phénomène est attribué à la contribution du laitier et filler calcaire à l'accélération de l'hydratation, mais avec l'augmentation de laitier, au-delà de 70%, on constate une diminution significative de la résistance à la compression qui dépasse les 44%. on note ici que le ciment préparé avec les grands pourcentages (+70% de laitier) reste toujours un ciment acceptable qui est équivalent au ciment CHAMIL, mais plus avantageux point de vue économique et environnementale.

Les ciments préparés	Rc 02 jrs	Rc 07 jrs	Rc 14 jrs	Rc 28 jrs
	(Mpa)			
CEM 1	28,50	44,50	49,50	59,50
CEM 2	25,61	42,01	48,03	58,04
CEM 3	24,03	40,23	47,15	56,98
CEM 4	22,24	38,64	46,28	56,01
CEM 5	20,55	36,85	45,40	54,65
CEM 6	18,86	35,36	44,53	53,69
CEM 7	17,38	34,38	43,65	52,73
CEM 8	15,59	32,69	42,68	51,56
CEM 9	15,20	31,50	42,50	51,00
CEM 10	14,20	31,00	41,90	50,50
CEM 11	11,74	25,80	35,10	44,80
CEM 12	9,98	20,60	28,00	38,80
CEM 13	8,70	15,40	20,90	35,00
CEM 14	7,60	15,50	21,00	32,90

Tableau V-6-la Résistance à la Compression des ciments élaborés.

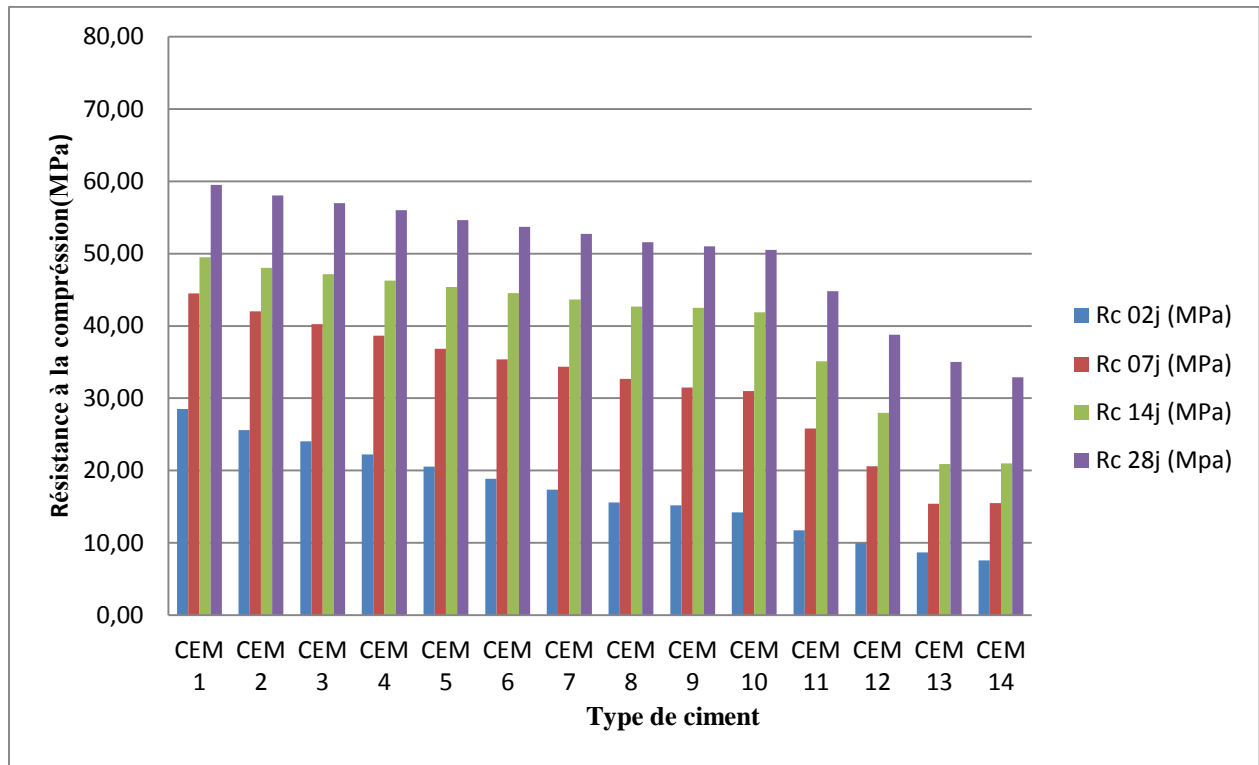


Figure V- 6-Effet du Taux d'ajouts (laitier-calcaire) sur la Résistance à la Compression.

V-7-Effet des couples laitier/ filler calcaire sur le retrait

La figure V-7 illustre l'évolution de retrait en fonction de l'âge des mortiers contenant: laitier +les filler calcaires

Les remarques principales observées sont :

- Augmentation du retrait pendant la période de durcissement (2,7, 14et 28 jours).
- Augmentation du retrait avec la variation du pourcentage des ajouts (laitier, calcaire).
- L'évolution de retrait avec la variation du pourcentage des ajouts est essentiellement due à la présence d'une porosité capillaire élevée.
- Les Retraits des ciments avec ajouts (laitier-filler calcaire) sont supérieurs à ceux du ciment Témoin (CEM 1). Ceci peut s'expliquer par la diminution du nombre et du diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté, ainsi qu'à la formation d'un C-S-H secondaire.
- La vitesse de retrait est lente jusqu'a 7 jours et rapide entre l'âge de 7 à 28 jours. Cette cinétique de retrait est due à l'hydratation tardive de l'ajout laitier avec filler calcaire.

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

- $\leq 800 \mu\text{m/m}$ pour la classe 32.5
- $\leq 1000 \mu\text{m/m}$ pour la classe 42.5

Les ciments élaborés	Retrait 03 jrs	Retrait 07 jrs	Retrait 28 jrs
	(µm/m)		
CEM1	151	344	536
CEM2	162.16	353.08	542.47
CEM 3	184.32	372.16	559.94
CEM 4	206.48	391.24	581.51
CEM 5	224.64	414.32	599.58
CEM 6	244.8	432.4	616.95
CEM 7	262.96	451.48	638.12
CEM 8	290.12	470.56	655.29
CEM 9	309.28	492.44	674.66
CEM 10	331.44	514.22	692.73
CEM 11	352.6	533.5	710.5
CEM 12	372.76	554.08	731.67
CEM 13	392.92	573.56	746.74
CEM 14	395.2	575.44	747.75

Tableau V-7 - Propriétés physiques des ciments élaborés (retrait du mortier).

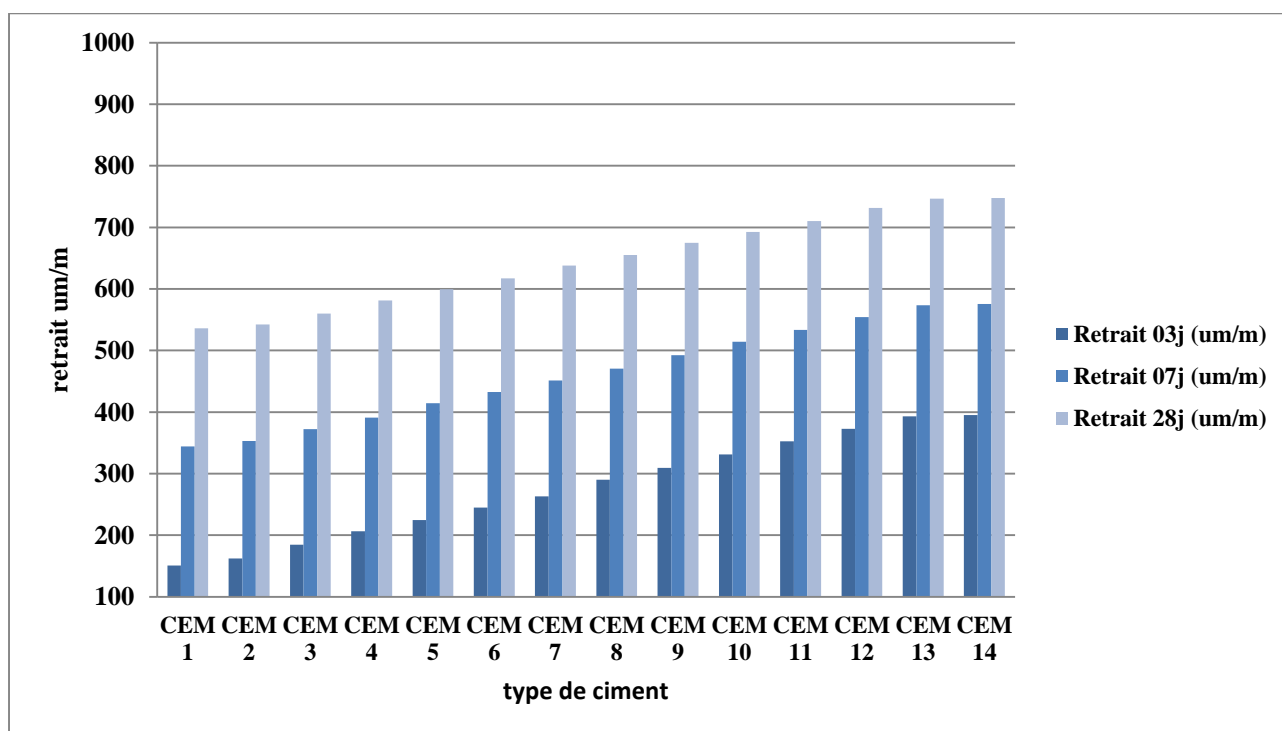


Figure V-7 - Evolution du retrait du mortier en fonction de taux d'ajouts (laitier-calcaire)

V-8-Effet des couples laitier/filler calcaire sur le gonflement

Le tableau V-8 ci-dessous présente l'ensemble des résultats obtenus, lors de mesurer le gonflement de ciment élaboré. D'après la figure V-8 on observe que le gonflement sur les éprouvettes contenant les différents pourcentages de laitier et 5% filler calcaire est inférieure au gonflement de ciment témoin. Ceci peut s'expliquer à l'augmentation de pourcentage de laitier qui diminue le nombre et le diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté.

Les ciments préparés	Gonflement 03jrs	Gonflement 07 jrs	Gonflement 28 jrs
	<i>($\mu m/m$)</i>		
CEM1	38.02	71.1	98.7
CEM2	31.884	63.95	89.225
CEM 3	30.968	62	88.55
CEM 4	30.652	60.85	88.075
CEM 5	28.936	58.4	84.5
CEM 6	27.02	57.65	84.025
CEM 7	27.004	55.12	81.55
CEM 8	25.588	53.45	80.475
CEM 9	24.372	52.64	77.9
CEM 10	23.356	50.15	76.125
CEM 11	22.24	49.1	75.15
CEM 12	20.924	48.05	72.575
CEM 13	20.308	45.7	70.5
CEM 14	19.45	43.1	69.4

Tableau V- 8-Gonflement du mortier normal en fonction du taux d'ajout (laitier –filler calcaire).

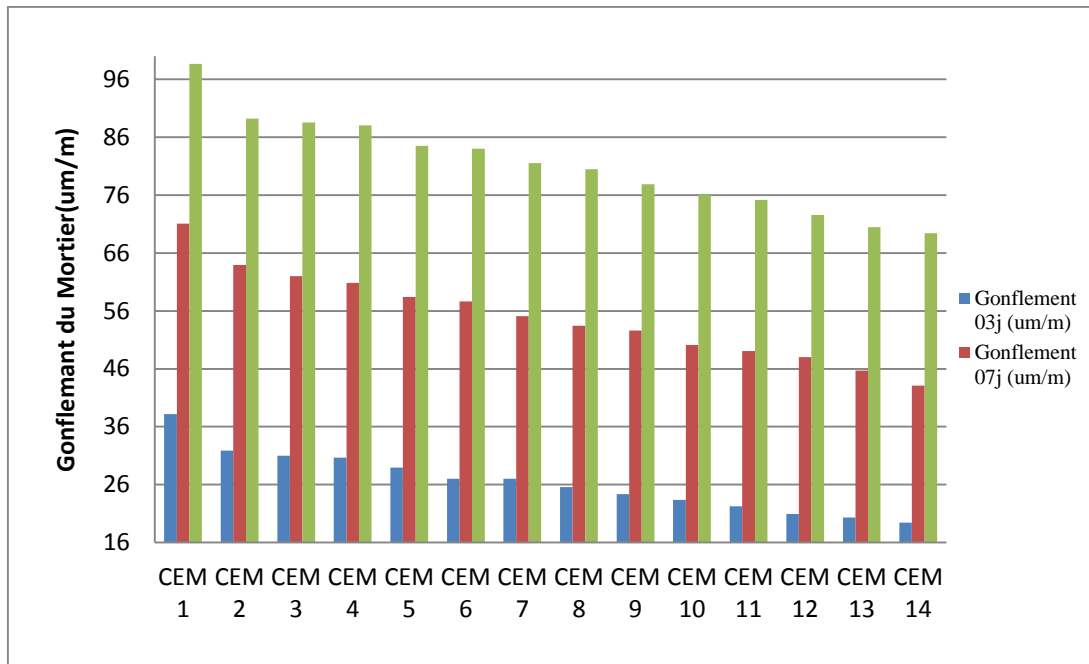


Figure V-8 -Evolution du gonflement du mortier en fonction de taux d'ajouts (laitier-calcaire).

V-9-Effet du Taux d'ajouts Sur La Chaleur d'hydratation

Les résultats obtenus sont rapportés dans le tableau V-9 et représentés par la figure V-9 qui montre l'influence des taux de l'ajout d'une combinaison (laitier-calcaire) avec un taux fixe de calcaire de 5 % et un taux variant de laitier (6% , 10%, 20% ,25% ,30% ,35%, 40%, 50% ,65% ,70% , 80%, 85% et 90%)par la méthode de substitution (remplacement partiel du clinker par le laitier et calcaire sur la chaleur d'hydratation .

D'après cette figure V-9, on remarque une diminution importante par rapport CEM 1 (ciment témoin) est 244(j/g) mais avec l'augmentation de laitier jusqu'à 90 % le taux de dégagement de chaleur d'hydratation diminue à 155(j/g) qui vaut dire une diminution significative a 37 % . , Lors du mélange eau + ciment, il y a une première réaction entre le C₃A et le gypse pour former l'ettringite. Ceci permet de bloquer les réactions d'hydratation erratiques de ce composé durant 1 à 2 heures. Les vitesses d'hydratation dépendent évidemment de la composition du ciment mais aussi de la finesse de mouture du produit. Un ciment fin, donc avec une surface spécifique élevée, aura une réactivité plus importante. La température du milieu influence aussi la réactivité; à température élevée la réactivité est nettement plus forte.

Les ciments préparés	CEM1	CEM2	CEM3	CEM4	CEM5	CEM6	CEM7
Chaleur d'hydratation (j/g)	244	247	240	233	226	219	213
Les ciments préparés	CEM8	CEM9	CEM10	CEM 11	CEM 12	CEM 13	CEM 14
Chaleurd'hydratation (j/g)	206	198	188	180	175	170	155

Tableau V-9 : La chaleur d'hydratation de mortier normal en fonction du taux d'ajout (laitier-calcaire).

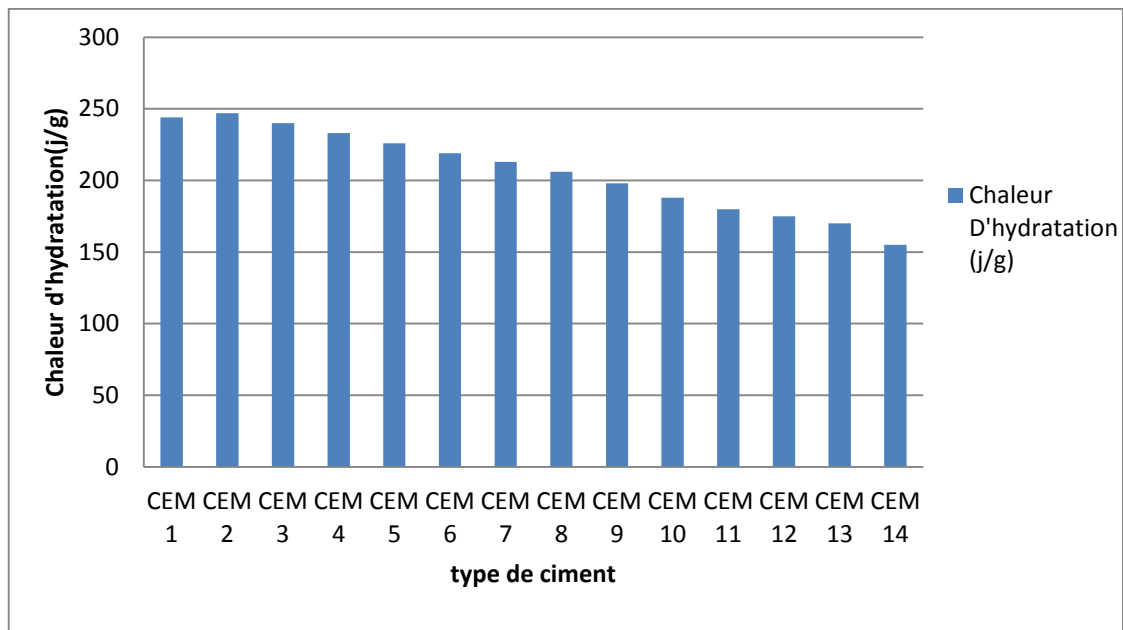


Figure V-9-Effet du taux d'ajouts(laitier-filler calcaire) sur la chaleur d'hydratation.

V-10-Effet de chaleur d’hydratation sur le temps de prise (Début et fin de prise)

La figure V-10 présente l’effet de chaleur d’hydratation sur le temps de prise, d’après les résultats obtenus (tableau V-10) on remarque l’augmentation de temps de prise face à la diminution de chaleur d’hydratation. D’après les résultats on constate que la chaleur d'hydratation des ciments élaborés n’a pas dépasser 270 j/g selon la Norme **NA 442** donc les ciments du taux d'ajout laitier (0%, 6%, 10%, 20%, 25%, 30%, 35%, 40%, 50%, 65%, 70%, 80%, 85% et 90%) et 5% filler calcaire c'est un ciment à faible chaleur d'hydratation .

Les ciments préparés	Chaleur D'hydratation (j/g)	Dp	Fp
		(min)	
CEM 1	244	130	190
CEM2	247	140	210
CEM 3	240	150	230
CEM 4	233	158	240
CEM 5	226	160	240
CEM 6	219	174	261
CEM 7	213	177	266
CEM 8	206	180	271
CEM 9	198	187	282
CEM 10	188	193	286
CEM 11	180	200	294
CEM 12	175	211	303
CEM 13	170	227	312
CEM 14	155	242	328

Figure V-10- Chaleur d'hydratation en fonction de temps de prise.

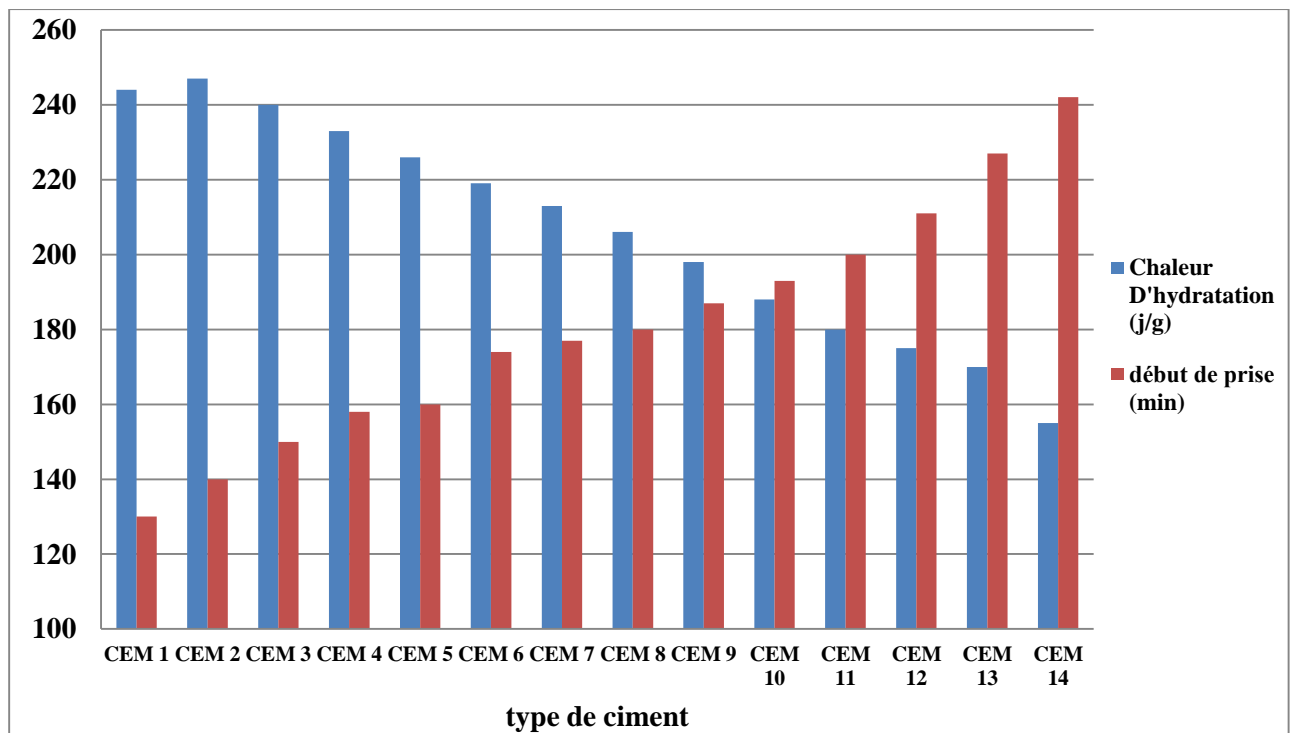


Figure V-10- Effet de chaleur d'hydratation en fonction de début de prise.

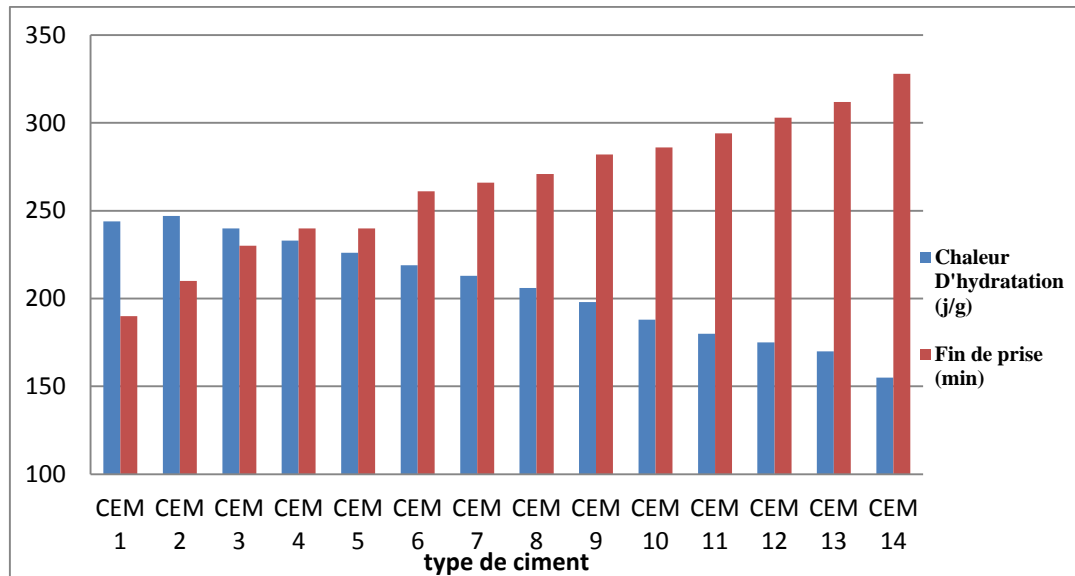


Figure V-11 - Effet chaleur d'hydratation en fonction de fin de prise.

V-11-Analyse granulométrique

V-11-1-Granulométrie à Méthode Alpine

Le tableau V-11 ci-dessous présente l'ensemble des résultats obtenus lors de l'évaluation de la granulométrie de ciment en fixant toujours le pourcentage de filler calcaire à 5 % et en variant le pourcentage de laitier de 6 à 90%.

D'après la figure V-12, on constate une augmentation de la granulométrie des ciments préparés avec combinaison : laitier-filler calcaire. Cette augmentation dûa la diminution de la surface spécifique des ciments élaborés.

Les Ciments préparés	Refus 32	Refus 45
	<i>µm</i>	
CEM 1	12.47	3
CEM2	12.78	3.2
CEM 3	13.09	3.5
CEM 4	13.4	3.9
CEM 5	13.71	4.1
CEM 6	14.02	4.4
CEM 7	14.33	4.7
CEM 8	14.64	5
CEM 9	14.95	5.3
CEM 10	15.26	5.5
CEM 11	15.57	5.7
CEM 12	15.88	5.9
CEM 13	16.19	6.1
CEM 14	16.5	6.3

Tableau V-11 - Analyse granulométrique de ciment préparé (ALPINE).

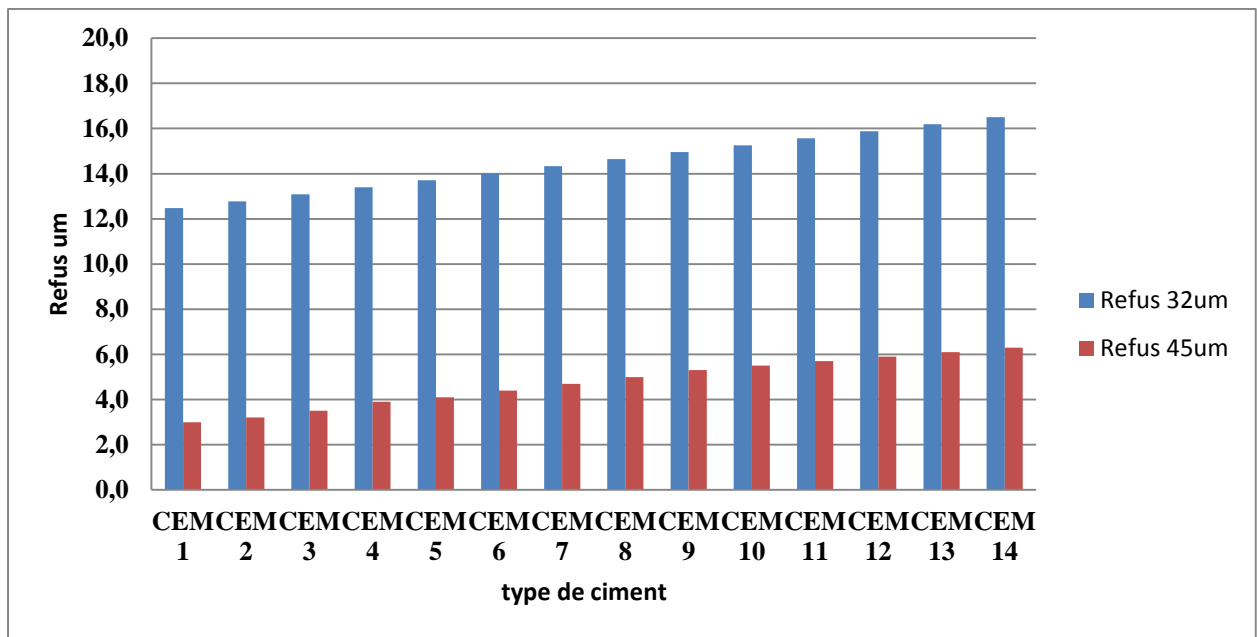


Figure V-12 : Propriétés physiques des ciments préparés (refus sur tamis 32 μm&45 μm).

V-12-La relation entre le Refus 32 et la surface spécifique des ciments préparés

Le Tableau V-12 représente la relation entre la surface spécifique et l'analyse granulométrique (Refus 32), D'après les résultats obtenus (Figure-13) on remarque qu'il ya une relation inverse avec l'augmentation du taux d'ajouts (laitier, filer calcaire).Donc les différents pourcentages de laitier et 5 % filler calcaire diminue la surface spécifiqueet par conséquence, augmente la granulométrie des ciments préparés.

Les ciments préparés	Refus 32um	SSB (g/cm ²)
CEM 1	12.47	4950
CEM2	12.78	4890
CEM 3	13.09	4800
CEM 4	13.4	4600
CEM 5	13.71	4430
CEM 6	14.02	4250
CEM 7	14.33	4080
CEM 8	14.64	3960
CEM 9	14.95	3850
CEM 10	15.26	3750
CEM 11	15.57	3850
CEM 12	15.88	3650
CEM 13	16.19	3550
CEM 14	16.5	3350

Tableau V-12-Le Refus 32 et la surface spécifique des ciments préparés

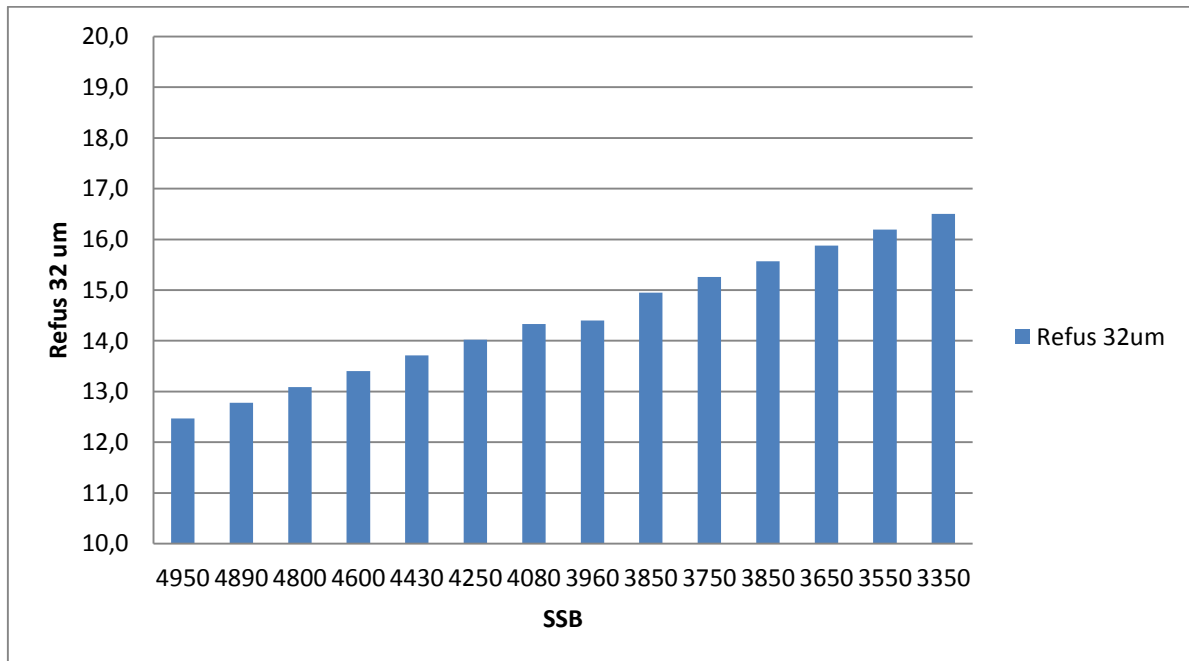


Figure V-13-La relation entre le Refus 32 et la surface spécifique des ciments élaboré.

V-13-Comparaison entre (CEM 10 65% laitier +5 % filler calcaire) et CHF de cimenterie Lafarge M’sila

Le ciment au laitier (C.P.J : ciment portland composé) s’hydrate plus lentement que le ciment portland (C.P.A : ciment portland artificiel sans ajout) et se caractérise par un faible dégagement de la chaleur d’hydratation ce qui rend son emploi préférable dans certains cas de la pratique, béton de masse, bétonnage par temps chaud et dans les milieux agressifs (meilleure résistance aux agressions, chimiques).

Dans cette étude expérimentale, on a cherché à savoir si la substitution pondérale d’une certaine quantité de clinker par le laitier de haut fourneau et filler calcaire ca permettrait d’obtenir des ciments et des mortiers ayant des propriétés comparables ou plus performantes que celles des ciments portland et des mortiers.

La présence d’un taux de remplacement 65 % de laitier et 5 % filler calcaire, nous permettra d’obtenir un ciment de classe acceptable CEM III et faire ainsi une économie de clinker.

On a présenté les résultats obtenus dans un tableau qui compare entre les deux ciments.

Les paramètres	CEM 10	CHF	Différence
Dp (min)	193	190	-3
Fp (min)	286	284	2
Expansion	1.8	0.8	1
Rc 2 jrs (Mpa)	14.2	12.7	1.5
Rc 7 jrs (Mpa)	31	29.7	0.3
Rc 28jrs (Mpa)	50.5	50	0.5
Refus 32	15.26	13.1	2.16
Refus 45	5.5	4.5	1

Tableau V-13 : Comparaison entre CEM 10 et CHF (de cimenterie Lafarge M’sila).

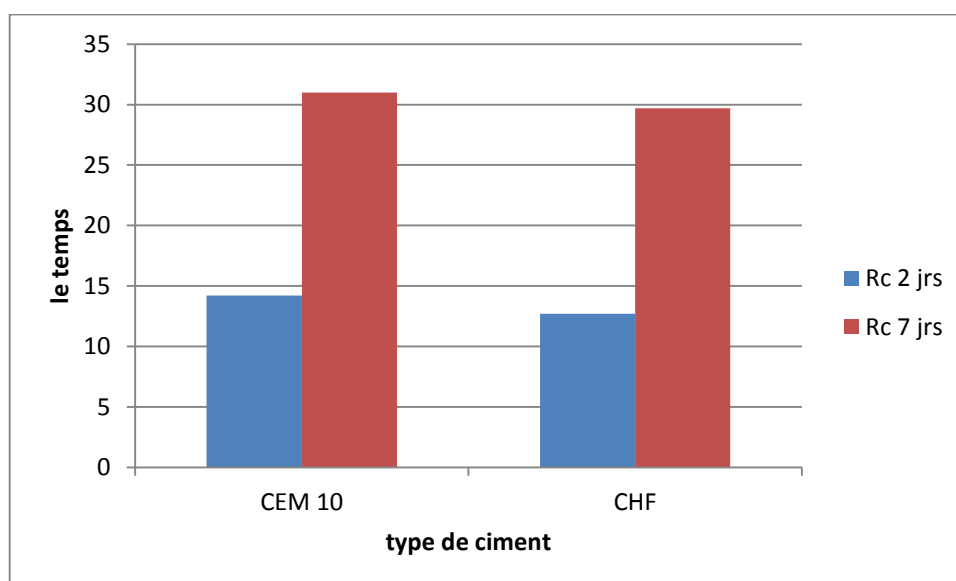


Figure V-14 : Le temps de prise de CEM 10 et CHFF

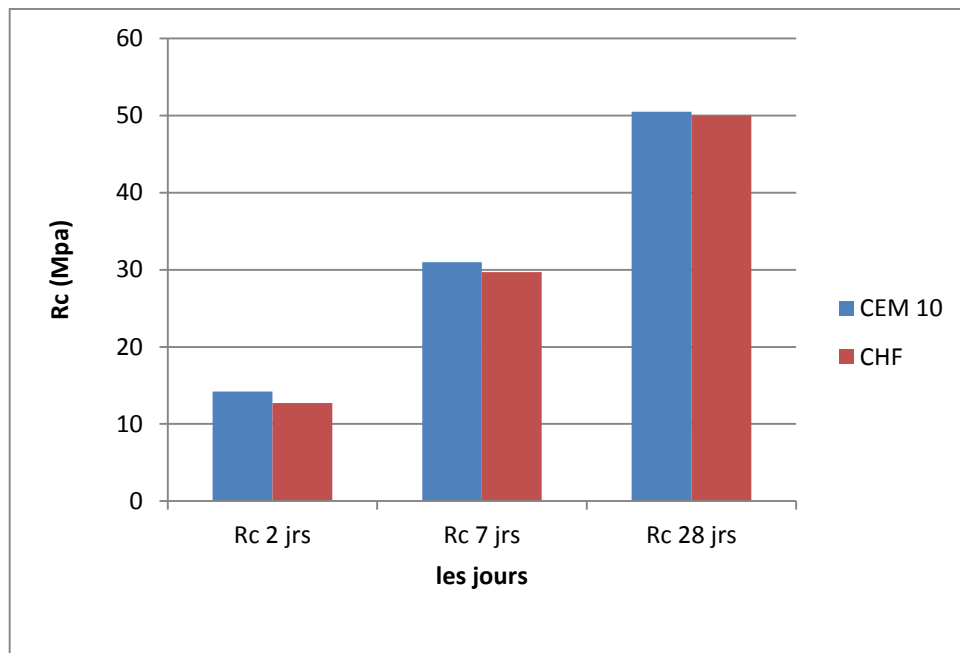


Figure V-15: La résistance mécanique a la compression de CEM 10 et CHFF.

D'après la comparaison (tableau- figure) on conclut les avantages suivants :

- La quantité de 65% et 5 % filler calcaire nous permettra d'obtenir un ciment de classe acceptable et faire ainsi une économie de clinker.
- L'addition du laitier de haut fourneau avec filler calcaire au ciment présente un intérêt économique dans l'industrie du ciment et un intérêt technique dans le domaine de la construction.
- Aussi, il ne faut pas négliger le rôle chimique du laitier qui consiste à améliorer la microstructure de la pâte en fixant la Portlandite Ca(OH)_2 libérée par l'hydratation du ciment, cette dernière se présente sous forme de plaquettes de faibles résistances. Cette réaction pouzzolanique donne naissance à un deuxième silicate de calcium hydraté supplémentaire (C-SH), principal responsable du durcissement de la pâte de ciment

$$[\text{Ca (OH)}_2 + \text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CSH}]$$

Conclusion générale

L'industrie cimentière est un grand consommateur d'énergie ce qui également devient un sérieux problème. Elle a réussi avec différentes améliorations du procédé à abaisser la consommation d'énergie. Le recours aux ajouts minéraux est certainement la voie la plus prometteuse à suivre afin d'assurer un développement durable à l'industrie. L'utilisation des ajouts minéraux en remplacement du ciment est très importante car en plus des économies d'énergie et on arrive à minimiser l'émission de CO₂.

Cette étude nous permet d'approfondir nos connaissances dans le domaine de la fabrication des ciments aux ajouts actifs et inertes, et déduire l'importance des ajouts et leur influence sur les proportions des CPJ et sur leur différentes propriétés, par conséquent sur leur coût de revient de ce produit.

D'après cette étude, on peut conclure que les deux types d'ajouts influents considérablement et de manières différentes, sur les propriétés physico chimique et mécanique d'un ciment avec ajouts.

Les résultats obtenus nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- L'augmentation de pourcentages de laitier contribue favorablement à la diminution de la densité de ciment élaboré.
- Le filler calcaire avec une densité de 1.67 t/m³ n'est pas un facteur modifiant puisque sa quantité est constante (5%). Mais il contribue d'une manière secondaire à améliorer quelques propriétés.
- L'addition progressive du laitier se traduit par une diminution de la quantité d'eau en fonction du pourcentage d'ajout utilisé. Cela peut être dû; à la finesse (SSB) du ciment élaboré qui a une influence significative sur la consistance normale de la pâte de ciment.
- Les temps de prise augmentent proportionnellement avec l'augmentation de la quantité d'ajout de laitier et filler calcaire. Cela s'explique par le fait que la réaction chimique est retardée à court terme.
- La résistance des mortiers testés augmente en fonction de l'âge de durcissement. Cela est dû à la variation de la cinétique d'hydratation minéral C₃S et C₂S. Ces derniers sont les deux principaux minéraux qui assurent le développement des résistances mécaniques à court et à long terme.
- La résistance à la compression qui dépasse les 44%. On note ici que le ciment préparé avec les grands pourcentages (+70% de laitier) reste toujours un ciment acceptable qui est

équivalent au ciment CHAMIL, mais plus avantageux point de vue économique et environnementale.

- Les Retraits des ciments avec ajouts (laitier-filler calcaire) sont supérieurs à ceux du ciment Témoin (CEM 1). Ceci peut s'expliquer par la diminution du nombre et du diamètre des pores de la pâte du ciment hydraté, ainsi qu'à la formation d'un C-S-H secondaire.
- Les ciments élaborés à faible chaleur d'hydratation.
- La substitution pondérale d'une certaine quantité de clinker par le laitier de haut fourneau et filler calcaire ca permettrait d'obtenir des ciments et des mortiers ayant des propriétés comparables ou plus performantes que celles des ciments portland et des mortiers.
- La quantité de 65% et 5 % filler calcaire nous permettra d'obtenir un ciment de classe acceptable et faire ainsi une économie de clinker.
- La contribution liante des additions minérales à un double effet, l'une un rôle structurant des liaisons de la matrice cimentaire du point de vue mécanique et l'autre un rôle quantitatif sur la réduction de la porosité. Cette contribution structurante se traduit en termes de durabilité à une meilleure résistance à l'agression chimique.

En conclusion finale de ce travail, nous pouvons dire que la technique de substitution proposée est une méthode simple, rapide, économique et performante du point de vue résistance mécanique du matériau testé.

Recommandations

Pour compléter ce travail nous recommandons de:

- faire des analyses par diffraction aux rayons (X) sur des mortiers à base de ciment ternaire composé de (65% de laitier+ 5% de filler calcaire) à long terme afin de voir l'évolution de la réaction pouzzolanique dans le temps.
- on peut dire que l'utilisation des ajouts minéraux (actifs et inertes) présente une alternative économique et écologique dans la fabrication des mortiers et des bétons en Algérie.

Références bibliographiques

- [1] HISTORIQUE/LAFARGE LAFARGE. Tout Sur Le Ciment, [en ligne], 2014. [http://www.lafarge.fr/wps/portal/4_3_5- Tout_sur_le_ciment].
- [2] **Bernard DARBOIS**, Walter ROTHLAUF, « CIMENT », Encyclopædia Universalis.
- [3] Ciments par Joseph ABDO: base documentaire scientifique et technique - Techniques de l'Ingénieur.
- [4] **S. Catinaud**; Durabilité à long terme de matériaux cimentaire, avec ou sans fillers calcaires, en contacte avec des solutions salines; thèse du doctorat; Université de LAVAL Canada; décembre 2000.
- [5] **R. Dupain, R. Lanchon, J.C. Sain-Arroman**; Granulats, sols, ciment et béton; 2^{ème} Edition; Casteilla éd.; ISBN 19952713514711.
- [6] **Signes-Frehel, M.**, Maes P., Haehnel,C., 1996. Etude des phases d'un clinker par diffractometrie des rayons X - vers la quantification. Centre Technique, Groupe Italcementi Cements, Volume 6. Guerville, France. available at <http://dx.doi.org/10.1051/jp4:1996414>
- [7] **Defossé,C.**,2004. Chimie du ciment –valorisation des déchets en cimenterie. Laboratoire de chimie industrielle, FDSA, Université Libre de Bruxelles.
- [8] **Erik B Nelson**, Jean-François Baret and Michel Michaux (1990), « Cement Additives and Mechanisms of Action ».
- [9] **Cembureau**, 1997. *Procédés et techniques de fabrication du ciment*. Bruxelles, Belgique, Available from: URL: www.ciments-calcia.fr.
- [10] **CHIHAOUI Ramdane**: Durabilité des matériaux cimentaires vis-à-vis d'un environnement chimiquement agressif (Mémoire de Magister-USTMB d'Oran-2008).
- [11] Manuel de Lafarge.
- [12] **V. PHOUMMAVONG**; Matériaux de construction; Cours en ligne; Université Nationale du Laos; <http://www.la.refer.org/materiaux/default.html>,2009.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [13] **D.SCHLUUMBERGER**, Cement technology, édition nova communication, London, 1984, P271-27
- [14] Laboratoire ciment CETIM. BOUMERDES, disponible sur site web « [http://WW.cetim.dz.com /bull 12.pdf](http://WW.cetim.dz.com/bull%2012.pdf)». (Consulte le 10 /06 /2007)
- [15] **DJOBO YANKWA Jean Noël**, effets de l'incorporation d'adjuvants minéraux sur les propriétés de ciments géopolymerisés à base scories volcanique.
- [16] **Amouri Ch.** (2009). contribution à l'étude de l'influence des différents ajouts sur les propriétés des matrices cimentaires. Thèse de Doctorat en science : Génie civil. Constantine : Université Mentouri Constantine. 158p.
- [17] **Belhocine A, Nacoudi N.** (2014). Etude expérimentale d'un mortier avec ajouts minéraux. Mémoire de Master : Génie civil. Ouargla : Université KASDI Merbah Ouargla. 79p.
- [18] **De Larrard F.**, « Formulation et propriétés des bétons à très hautes performances », Rapport de recherche LCPC, Paris, 1988, p. 335.
- [19] **Sarkar S-L. and XU A.**, « Why use mineral admixture in high performance concrete », In : L'Industria Italiana del cemento, October 1996, p. 715-726.
- [20] **Lea F-M.**, « Pozzolans and pozzolanic cements », In : The chemistry of cement and concrete, par FM. Lea, Great Britain : Edward Arnold, 1970, p.414-453.
- [21] **Dron R. et Voinovitch I-A.**, « Activation hydraulique des laitiers, pouzzolanes et cendres volantes », Le béton hydraulique, l'ENPC, Paris, 1982, p. 237-246.
- [22] **Criaud A. et Cadoret G.**, « L'alcali-réaction et le double rôle des ajouts pouzzolaniques » Les bétons à hautes performances : caractérisation, durabilité, application, 2^e édition par Y. Malier, presse de l'ENPC, Paris, 1992, p. 347-355.
- [23] **Taylor H-W.**, « chemistry of cement hydration », In : 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Edited by Financiadora de Estudos e Projetos. Rio de Janeiro, Brazil, 1986, vol. 1, p. 82-110.
- [24] **Kouame K.**, « Durabilité des mortiers avec métakaolin placés dans un milieu marin tropical », Thèse Doct. Ing : INSA-Lyon, décembre 1991, p.160.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [25] **Oriol M.**, « Étude de la réaction pouzzolanique ciment- métakaolin par traitement micro-ondes – application à l’élaboration de composites ciment-fibres », Thèse Doct. Ing: INSA-Lyon, 1995, p.160.
- [26] **Nonat A.**, « Interaction between chemical evolution and physical evolution », In: the case of tricalcium silicate, *Materials and structures*, 1994, p. 187-195.
- [27] **A Kerbouche, M. Mouli, L. Laoufi, Y. Senhadji, S. Benosmane** (Faculté des sciences, Laboratoire de Chimie des Polymères, Université d’Oran, Es-sénia, Oran)(Influence des ajouts minéraux sur les résistances mécaniques des mortiers).
- [28] **Von Euw V.**, Ciment contenant des additions minérales, *Preceding of the 8 éme Congrès International de la Chimie des Ciments. RIO de Janeiro-Brasil, V7 pp 170-177, 1986.*
- [29] **Venuat M.** "Adjuvants et traitements". Edition 1984 (auteur – éditeur) Paris.
- [30] **Brahma A.** "Le béton". Edition SNED Alger, 1992.
- [31] **Mezghiche B.** "Technologie des bétons aux laitiers basiques pour RADP". Thèse de doctorat en sciences techniques. Institut de minerai de Krivoi Rog, 1989, 163p.
- [32] **M. Moranville-Regourd.** *Cements made from blastfurnace slag. In : Lea’s chemistry of cement and concrete. 4° edition , Editions Arnold, Londres , 1988, p. 633-674. ISBN 0 340 56589 6*
- [33] **ALEXANDRE, J. SEBILEAU, J.L.**, CTPL 1988. *Le laitier de haut-fourneau: élaboration, traitements, propriétés, emplois. C.T.P.L. (Ed), Paris, France, 340 pages.*
- [34] **A. Ouili.** Contribution à l’activation des laitiers de hauts fourneaux. Thèse : Génie Civil et sciences de la conception, INSA de Lyon, 1994, 153 p.
- [35] **J. Alexandre, J. L. Sébileau.** *Le laitier de haut-fourneau. Edition Centre technique et de promotion des laitiers, Paris, 1988, 340 p. ISBN 2-9503049-0-7*
- [36] **Alexandre J. et Sebileau J-L.**, « Le laitier de haut fourneau », Centre Technique et de Promotion des Laitiers (C.T.P.L), Paris, 1988, p. 340.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [37] **Baron J.** et **Olivier J-P.**, « Les bétons – bases et données pour leur formulation », Association technique de l'industrie des liants hydrauliques, Éditions Eyrolles, Paris, 1997.
- [38] **Jiang S-P.** et **Grandet J.**, « Évolution comparée des porosités des mortiers de ciments au laitier et mortiers des ciments portland », *Cement and concrete research*, vol. 19, p. 487-496, 1989.
- [39] **Tourabi F.** (2011). Etude des propriétés d'un ciment calcaire, laitier. Mémoire de master : Matériaux : Bordj Bou Arréridj : centre universitaire de Bordj Bou Arréridj. 93p.
- [40] **Escadeillas G.** (1988) : Les ciments aux filler calcaires: contribution à leur optimisation Par l'étude des propriétés mécaniques et physiques des bétons fillérisés Thèse de doctorat Université Paul Sabatier de Toulouse, p. 143
- [41] **Neto, C S., Campitelli 1990**: The influence of limestone additions on the rheological Properties and water retention value of Portland cement slurries, tiré de Carbonate additions to cement, Klieger P. et Hooton D. éditeurs, STP 1064, ASTM.
- [42] **Dreux .G & J. Festa**: «Nouveau guide du béton et de ses constituants». 8ème Edition. Eyrolles. Mai 1998.
- [43] **Husson S.**, « Étude physico-chimique et mécanique des interactions ciment-fibres : Applications aux mortiers », Thèse Doct. Ing : INSA-Lyon, mars 1991, p.166.
- [44] **Komar A.**, « matériaux et éléments de construction », éd. Mir, Moscou, 1978.
- [45] **Bachiorrini A.**, « Interactions physico-chimiques entre l'aluminate monocalcique et différents carbonates au cours de l'hydratation », *Thèse Doct.* : Uni. Claude Bernard Lyon I, 1985, p.226.
- [46] **Ramachandran V-S.**, « Thermochemical analysis of cement components hydrated in the presence of calcium carbonate », *Thermochimica Acta*, 1988, vol. 127, p. 387-394.
- [47] **Bonin A.** and **Criou B.**, « Système aluminate de calcium gypse-chaux et eau », In : 7th Congrès International de Chimie des Ciments, Paris, 1980, vol. 3, p. 158-163.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[48] **Negro A., Abbiati G. et Cussino L.**, « Sur l'emploi du filler calcaire comme régulateur de prise », In : 8 th International Congress on the Chemistry of Cement, Edited by Financiadora de Estudos e Projetos. Rio de Janeiro – Brazil, 1986, vol. 4, p. 109-119.

[49] **Ramachandran V-S. and Zhang Chun-Mel**, « Dependence of finesse of carbonate on the hydratation behavior of tricalcium silicate », Durability of Building Materials, 1986, vol. 4, p. 45-66.

[50] **Ramachandran V-S.**, « Cement with calcium carbonate addition », In : 8 th International Congress on the Chemistry of Cement, Edited by Financiadora de Estudos e Projetos. Rio de Janeiro – Brazil, 1986, vol. 3, p. 109-119.