



FACULTÉ DES SCIENCES APPLIQUÉES
DÉPARTEMENT GÉNIE CIVIL

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie civil

Option : structures

Présenté par :

Hemida Ikram

&

Bendjamaa Zakia Hayet

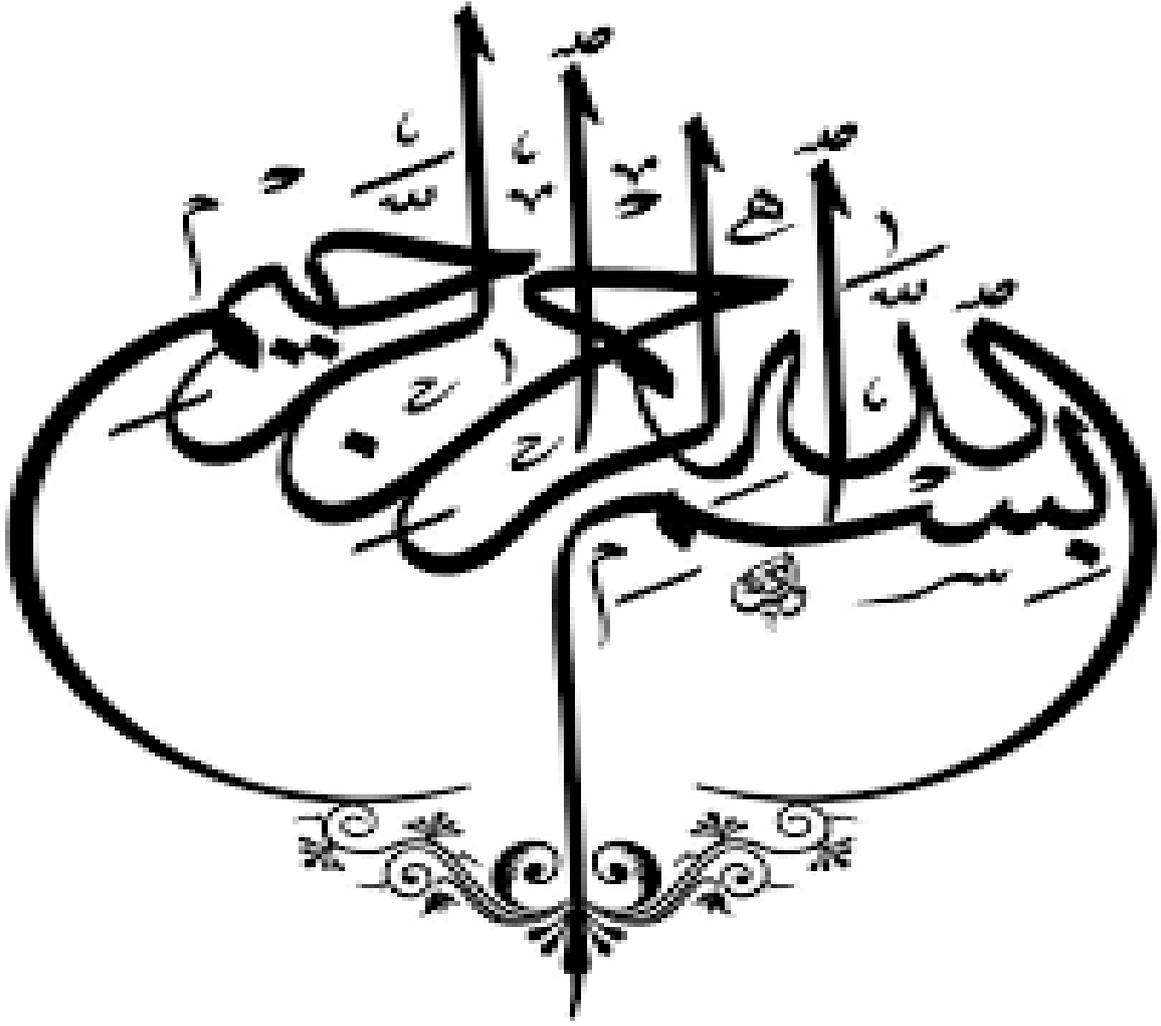
Sujet du mémoire

**Etude d'un mortier ordinaire par l'incorporation
d'une argile calcinée**

Soutenu devant le jury composé de :

Mme : Z.RENNAK	Université de Tiaret	Président
Mme : A.DRAOUI	Université de Tiaret	Encadreur
Mr : M.BEKKI	Université de Tiaret	Examineur
Mr : A.SERBAH	Université de Tiaret	Examineur

PROMOTION : 2022/2023



فَنَعَلَى اللَّهِ الْمَلِكُ الْحَقُّ وَلَا تَعْجَلْ بِالْقُرْآنِ مِنْ قَبْلِ أَنْ يُقْضَىٰ
إِلَيْكَ وَحْيُهُ، وَقُلْ رَبِّ زِدْنِي عِلْمًا ﴿١١٤﴾

سورة طه: 114



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



Remerciements

قال رسول الله صل الله عليه وسلم (من لم يشكر الناس لم يشكرني)

« Louange à ALLAH Qui nous a guidées à ceci. Nous n'aurions pas été guidées,
si ALLAH ne nous avait pas guidées »

[Sourate 7. Al Araf verset 43]

Avant tout je tiens à remercier ALLAH tout puissant qui nous a offert la volonté, le courage et
la vigueur pour réaliser ce mémoire

Je voudrai tout d'abord adresser toute ma profonde gratitude à mon encadreur de recherche

Mme "DRAOUI Aicha "qui a bien voulu m'encadrer,

Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à tous ceux qui m'ont apporté leur
aide de près ou de loin dans l'élaboration de ce modeste travail.

Mes remerciements vont également à tous mes enseignants qui ont contribué à notre
formation, ceux qui nous ont fait aimer la science et le savoir, du primaire à l'université.

Dédicace

A sa biographie parfumée et à sa pensée éclairée ; Il a été le premier crédit pour ma réussite dans l'enseignement supérieur (Mon père bien-aimé),

que Dieu prolonge sa vie.

A celui qui m'a mis sur le chemin de la vie, et m'a calmé, Elle m'a soigné jusqu'à ce que je sois grand (Ma chère mère), que Dieu bénisse son âme.

Aux parents de mon mari qui m'ont encouragé

À mon grand-père et mes grand-mères, les propriétaires de la dignité

(mouliat hadj boukhatem,oum hani,bnt raach)

Je dédie également ce travail à mon mari, mon compagnon qui m'a toujours encouragé.

A mes frères akram oubaida ismail et yacer, A ma seule sœur djouri

A toutes mes amies et ma grande famille

À mon amie bendjamaa zakiya hayet, qui a participé avec moi à ce travail

HEMIDA Ikram

Dédicace

A qui la préfère-je à moi-même, et pourquoi pas ; Tu t'es sacrifié pour moi

Elle n'a épargné aucun effort pour me garder heureux

(Ma mère bien-aimée).

*Nous marchons sur les chemins de la vie, et ceux qui contrôlent nos esprits restent sur
chaque chemin que nous empruntons Son visage gentil et ses bonnes actions.*

Il n'a pas lésiné sur moi toute sa vie

(Mon cher père).

à mes frères; L'impact financier s'est traduit par de nombreux obstacles et difficultés.

(hakima ,warda, sabah, wahiba, tahar, radouan, abdou)

Et surtout à mon petit : Maria

*À mes amis et à tous ceux qui m'ont soutenu et m'ont aidé avec tout ce qu'ils avaient, de bien
des façons*

(souhila ,sara, ikram, chourouk, rania, asma, aicha)

Je vous présente cette recherche, et j'espère qu'elle sera à votre satisfaction.

BENDJAMAA Zakia Hayet

Résumé :

Les ajouts cimentaires font actuellement partie des développements les plus récents dans la production du ciment, car leurs utilisations apportent une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires (mortier ou béton).

D'autre part leurs utilisations ont pour objectifs de réduire la consommation de clinker, en contribuant de manière simple et économique à résoudre les problèmes liés à l'environnement.

Ce travail expérimental étudie les avantages et la possibilité de substitution partielle du ciment par l'ajout de l'argile brut et calcinée dans le mortier.

Cette étude expérimentale consiste à préparer un mortier, en remplaçant un certain pourcentage de ciment par l'ajout d'un argile brut et calcinée à 800 C°, (5%, 10%, 15%, 20%).

Les propriétés mécaniques du mortier à l'état durcis (la résistance mécanique à la compression et à la traction par flexion à trois points), ont été étudiées.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la quantité d'ajout argile calcinée est un paramètre qui influence sur la variation des résistances mécaniques (flexion et compression) des mortiers testés.

Mots clé : Mortier, ciment, argile, calcination, résistance de compression

Abstract

Cementitious additions are currently among the most recent developments in the production of cement, because their uses provide an improvement in the mechanical properties of cementitious materials (mortar).

On the other hand, their uses aim to reduce the consumption of clinker, by contributing in a simple and economical way to solving problems related to the environment.

This experimental work studies the advantages and the possibility of the partial substitution of cement by the addition of raw and calcined clay in the mortar.

This experimental study consists in preparing a mortar with mineral addition by replacing a certain percentage of cement by adding a raw clay calcined at 800 C°, (5%, 10%, 15%, 20%), in order to study its effect on the mechanical properties of the prepared mortar.

The mechanical properties of the mortar in the hardened state (the mechanical resistance to compression and to traction by bending at three points), were studied.

According to the experimental results obtained, it appears that the amount of calcined clay addition is the main parameter influencing the variation of the mechanical resistances (bending and compression) of the mortars tested.

Keywords: Mortar, cement, clay, calcination, compressive strength

المخلص

تعتبر الإضافات الإسمنتية حالياً من بين أحدث التطورات في إنتاج الإسمنت، لأن استخداماتها توفر تحسناً في الخواص الميكانيكية للمواد الإسمنتية (الملاط) من ناحية أخرى، تهدف استخداماتهم إلى تقليل استهلاك الكلنكر، من خلال المساهمة بطريقة بسيطة واقتصادية في حل المشكلات المتعلقة بالبيئة.

يدرس هذا العمل التجريبي مزايا وإمكانية الاستبدال الجزئي للإسمنت بإضافة الطين الخام والمكلس في الملاط. تتكون هذه الدراسة التجريبية من تحضير ملاط مع إضافة معدنية وذلك بإحلال نسبة معينة من الإسمنت بإضافة طين خام مكلس عند 800 درجة مئوية (5%، 10%، 15%، 20%) لدراسة تأثيره على الخواص الميكانيكية للملاط المحضر. تمت دراسة الخواص الميكانيكية للملاط في حالة التصلب (المقاومة الميكانيكية للضغط والسحب بالانحناء عند ثلاث نقاط). وفقاً للنتائج التجريبية التي تم الحصول عليها، يبدو أن كمية إضافة الطين المكلس هي المعامل الرئيسي الذي يؤثر على تباين المقاومة الميكانيكية (الانحناء والضغط) للمونة المختبرة.

الكلمات المفتاحية: الملاط, الاسمنت, الطين, التكلس ومقاومة الانضغاط

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale.....	1
CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉ SUR LES MORTIERS	
I.1. Introduction :.....	4
I.2. Définition de mortier :	4
I.3. Constituants des mortiers :	5
I.3.1. Le ciment :	5
I.3.1.1. La fabrication du ciment :.....	6
➤ Les matières premières pour fabriquer du ciment :	6
➤ Préparation de la matière première :	7
➤ Procédé par voie humide :	8
➤ Procédé par voie sèche et semi sèche :	8
I.3.1.2. Etude structurale et morphologique des principaux minéraux du clinker portland.	9
➤ Silicate tricalcique (Ca_3SiO_5 ou C_3S) et l'alite :	10
➤ Silicate bicalcique (Ca_2SiO_4 ou C_2S) et la bélite :	11
➤ Aluminate tricalcique ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ou C_3A) :	11
➤ Aluminoferrites calciques ($\text{Ca}_2(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_5$) :	12
➤ Oxyde de calcium (CaO) :	12
I.3.1.3. Les différents types de ciment :	12
I.3.2. Le sable :	13
I.3.2.1 Rôle de sable dans le mortier :	14
I.3.3. L'eau de gâchage :	14
I.4. Hydratation des minéraux ciments Portland :	14

I.4.1. Hydratation du silicate tricalcique (C_3S) :	15
I.4.2. Hydratation du silicate bicalcique (C_2S) :	15
➤ Hydratation de β - C_2S	15
➤ Hydratation de α -, α et γ - C_2S	16
I.4.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique (C_3A) :	16
I.4.4. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) :	16
I.4.5. Chaleurs d'hydratation des différents minéraux du clinker :	17
I.5. Utilisation de la pouzzolane comme ajout dans le ciment :	18
I.6. Facteurs influençant sur le développement de l'hydratation :	19
I.7. Les recherche d'utilisation de la pouzzolane dans le ciment :	20
I.8. Conclusion :	20

CHAPITRE II : ARGILE CALCINÉE

II.1. Introduction :	22
II.2. Définitions :	22
II.3. Classification des argiles :	22
II.3.1. Groupe Kaolinite [$7.1A^\circ$] :	22
II.3.2. Groupe monmorillonite [9.4 à $15A^\circ$] :	23
II.3.3. Groupe de Chlorites [$14A^\circ$] :	24
II.4. La calcination :	25
II.4.1. La calcination flash :	25
II.4.2. La calcination traditionnelle :	26
II-4-2-1- Les fours traditionnels :	26
a- Les fours à vis :	26
b- Les fours rotatifs :	26
c- Les fours à lit fluidisé :	27
d- Les fours à multi-foyers ou fours à étages :	27
II.4.3. L'effet de la transformation thermique sur les argiles :	28

II.5. Réaction pouzzolanique :	28
II.5.1. Définition de la réaction :	28
II.5.2. Définition des pouzzolanes :	29
II.5.3. Mécanisme de la réaction pouzzolanique :	29
II.5.4. Facteurs influençant la réaction pouzzolanique :	30
II.5.5 Méthodes d'activation pouzzolanique :	30
II.5.5.1. Traitement mécanique :	30
II.5.5.2. Traitement thermique :	31
II.5.5.3. Comparaison entre les traitements mécanique et thermique :	32
II.6. Origine de l'amélioration de la résistance mécanique des ciments à cendres activées :	33
II.7. Effet du dosage d'activateur et de la composition de l'ajout sur l'activité pouzzolanique :	34
II.8. Contrôle de la réaction pouzzolanique :	35
II.8.1. Diffusion cinétique et constante de diffusion K :	35
II.8.2. Essai Frattini, chaux saturée et indice d'activité de résistance :	36
II.9. La valorisation des argiles calcinée dans les matériaux cimentaires :	36
II.10. Conclusion	37

CHAPITRE III : CARACTÉRISATION DES MATÉRIEU

III.1. Introduction :	39
III.2. Les matériaux utilisés :	39
III.2.1. Le sable :	39
III.2.1.1 Masse volumique :	39
a. La masse volumique spécifique (absolue) :	39
➤ Bute de l'essai :	40
➤ Mode opératoire :	40

b.La masse volumique apparente :(NFP 94-064) :	41
➤ But de l'essai :	41
➤ Mode opératoire :	41
III.2.1.2 Equivalent de sable :	42
➤ Le but d'essai :	42
➤ Mode opératoire :	42
➤ Equivalent de sable visuel(ESV) :	43
➤ Equivalent de sable visuel(ESP) :	43
III.2.1.3.Essai au bleu de méthylène :	46
III.2.1.4.Essai d'analyse granulométrique :	47
III.2.2. Le ciment :	49
III.2.2.1. Ciment Al esses :	49
III.2.2.2 Composition chimique et minéralogique du ciment CEM I 42,5 :	50
III.2.2.3.Essais de Prise du ciment :	51
➤ Conduite de l'essai.....	51
➤ Mesure de la Surface Spécifique de Blaine (SSB) des ciments.....	52
III.2.3.L'eau de gâchage :	53
III.2.4. Les ajouts.....	53
III.2.4.1. Argile brute.....	53
➤ La composition chimique.....	53
III.2.4.2. Argile calcinée :	55
III.2.4.3. L'analyse minéralogique DRX :	56
III.3.Composition du mortier :	57
III.3.1 Caractérisation des différents mortiers à l'état frais :	57

III. 3.1.1. Mortiers ordinaires témoins :	57
III.3.1.2 Mortiers à base d'argile :	58
III.3.1.3 Mortiers à base d'argile calcinée (800C°) :	58
III.4. Préparation du mortier :	59
➤ Préparation du mortier :	59
a. Malaxage du mortier :	59
b. Préparation d'éprouvette :.....	60
c. Moulage des éprouvettes :	61
d. Conservation des éprouvettes :	61
III.5.Caractéristiques mécaniques des éprouvettes :	63
III.5.1. Résistance à la traction par flexion :	63
III.5.2. Résistance à la compression :	65
III.6. Conclusion :	66

CHAPITRE VI : INTERPÉTATION DES RÉSULTATS

IV.1. Introduction :.....	68
IV.2. Résultats :	68
IV.2.1. Mortier ordinaire et Mortier à base d'argile brute et calcinée après 7et 28 jours :	68
IV.3. Conclusion.....	75
Conclusion Générale :.....	78

CHAPITRE I :

Tableau I.1. Chaleurs d'hydratation des minéraux du clinker :	18
---	----

CHAPITRE III :

Tableau III.1. Résultats de la masse volumique absolue « sable » :	40
--	----

Tableau.III.2.Masse volumique apparente du sable :	42
--	----

Tableau III. 3. Equivalent de sable de Geultta TIARET :	45
---	----

Tableau III.4 .Valeur Préconisée pour L'équivalent de Sable :	46
---	----

Tableau III.5. Résultats de l'Essai au bleu de méthylène :	46
--	----

Tableau III.6. Résultats de l'analyse granulométrique de « sable » :	48
--	----

Tableau III.7. Composition chimique du ciment CEM I 42,5 N-LH SR5 utilisé :	50
---	----

Tableau III.8. Composition minéralogique du ciment CEM I 42,5 N-LH SR5 utilisé	50
--	----

Tableau III.9.Les résultats d'essais de prise :	52
---	----

Tableau III.10.Composition chimique des argiles :	54
---	----

Tableau III.11. Les compositions des mortiers ordinaires:	58
---	----

Tableau III.12. Compositions massiques des mortiers à divers pourcentages d'argile :	58
---	----

Tableau III.13. Compositions massiques des mortiers à divers pourcentages d'argile calcinée :	59
---	----

CHAPITRE IV :

Tableau IV.1.Résistance de traction du mortier (argile brut) par flexion (7j)	69
---	----

Tableau IV.2.Résistance de traction du mortier (argile calciné) par flexion calciné (7j) :	69
---	----

Tableau IV.3. Résistance de compression du mortier avec argile brut (7j)	71
--	----

Tableau IV.4. Résistance de compression avec argile calciné (7j)	71
--	----

Tableau IV.5.Résistance de traction par flexion du mortier avec argile brut (28j)	72
Tableau IV.6.Résistance de traction par flexion du mortier avec argile calciné (28j)	73
Tableau IV.7.Résistance de compression du mortier avec argile brut (28j)	74
Tableau IV.8.Résistance de compression avec argile calciné (28j)	74

CHAPITRE I :

Figure I.1 : Mélange de mortier.....	4
Figure. I.2 : Constituants du mortier.....	5
Figure I.3 : Le ciment.....	6
Figure I.4 : Les constituants de ciment.....	6
Figure I.5 : Minéraux de clinker sous microscope optique (section polie)	11
Figure I.6. Le sable.....	14

CHAPITRE II :

Figure. II.1 : Structure de la kaolinite.	23
Figure. II.2 : Structure de la monmorillonite.	24
Figure. II.3 : Structure du Chlorites.....	24
Figure. II.4 : Argiles calcinée.	25
Figure. II.5 : Principe de fonctionnement de four rotatif.....	27

CHAPITRE III :

Figure III.1. Matériel pour déterminer la masse volumique.....	39
Figure III.2. La masse volumique absolue.....	41
Figure III.3. La masse volumique apparente (labo de génie civil).	42
Figure III.4. Agitateur mécanique à LTPS (Laboratoire Travaux Publique Tiaret)	43
Figure III.5. Repos de 20min pour les éprouvettes.....	44
Figure. III.6. Essai d'équivalent de sable.....	44
Figure III.7. Equivalent de sable piston (ESP)	45
Figure III.8. Essai au bleu de méthylène.....	47
Figure III.9. Matériel d'analyse granulométrique.	48

Figure III.10. Analyse granulométrique du sable : ...	49
Figure III.11. Le sac de ciment Al esses.....	50
Figure III.12. Appareil de Vicat.....	51
Figure III.13. Appareil de Blaine (SSB)	53
Figure III.14. Argile brute.....	54
Figure III.15. Argile calcinée.....	55
Figure III.16. La calcination de l'argile.....	55
Figure III.17. Le diffractomètre (Laboratoire de synthèse et catalyse TIARET) :	56
Figure III.18. Le diffractogramme de l'échantillon calciné et brute.....	57
Figure III.19. Matériels utilisé de malaxage.....	60
Figure. III.20. Préparation d'éprouvette (Labo de génie civil TIARET)	60
Figure III.21. Malaxage et préparation des moules.	61
Figure III.22. Agitateur d'éprouvettes (table à choc). (Labo de génie civil TIARET)	62
Figure III.23. Éprouvettes après le moulage (4*4*16) cm ³	62
Figure III.24. Démoulage et conservation des éprouvettes dans l'eau.	63
Figure III.25. Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion.	64
Figure III.26. Machine de flexion.....	65
Figure III.27. Schéma type de l'essai de compression.....	65
Figure III.28. Essai de compression.	66
CHAPITRE IV :	
Figure IV. 1. Éprouvettes conservées pendant 28 jours.....	68
Figure IV. 2. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la traction	70
Figure IV. 3. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la compression	72

Figure IV. 4. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la traction : 73

Figure IV. 5. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la compression 75

Introduction Générale

Introduction générale

L'argile constitue avec le calcaire les matières premières nécessaires pour la fabrication d'un ciment. Elle participe à travers ses oxydes SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 dans le processus de clinkérisation. C'est à partir de la combinaison de ces oxydes avec la chaux (CaO) que le clinker forme, après cuisson à $1450\text{ }^\circ\text{C}$.

L'utilisation des argiles peut également avoir lieu dans une phase plus avancée lors de la fabrication d'un ciment Portland composé CEM II. Il s'agit de leur incorporation comme additions, par le remplacement partiel du clinker.

L'utilisation des argiles comme addition a pour objectif l'amélioration des performances physico-mécaniques des ciments à travers leur propriété pouzzolanique, physique et/ou chimique.

La pouzzolanité physique des argiles est liée à leur finesse qui est plus importante que celle de clinker, ce qui permet de réduire la porosité des mortiers et d'améliorer leur résistance et durabilité. Or, la pouzzolanité de ces matériaux ne peut se manifester qu'après un traitement approprié, dont le plus utilisé est le procédé thermique « calcination ».

Cette étude expérimentale consiste à étudier l'effet de l'incorporation de l'argile calcinée sur les propriétés mécaniques des mortiers à base de ciment ordinaire de l'eau et du sable.

L'idée principale consiste à fabriquer un mortier à divers pourcentages de l'argile calcinée pour savoir la limite de l'utilisation de cette dernière et de comparer ce mortier avec un mortier ordinaire.

L'ajout de l'argile brut est un travail secondaire pour savoir le comportement du mélange de mortier.

Ce mémoire a été structuré en quatre chapitres rédigés comme suit :

Le premier chapitre présente une généralité sur les mortiers, définition, les types des mortiers, les emplois des mortiers et leur classification.

Le deuxième chapitre consacré sur la définition de l'argile, leur classification, la calcination, réaction pouzzolanique, et une valorisation d'une argile calcinée dans les matrices cimentaires.

Le troisième chapitre, il présent le programme expérimental, incluant les essais effectués pour voir l'effet de l'argile sur le comportement du mortier, les caractéristiques des matériaux utilisés ainsi les procédures de confection des mélanges.

Le quatrième chapitre, pour analyser les résultats de travail expérimental réalisé dans la partie précédente (chapitre 3).

Ce travail se termine par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Généralités sur les mortiers

I.1. Introduction :

Une construction est généralement réalisée par éléments, dont il faut assurer la liaison ou qu'il faut protéger par un revêtement. On doit alors effectuer des scellements ou divers travaux de reprise, de bouchage, etc. Toutes ces opérations se font à l'aide d'un liant toujours mélangé à du sable, de l'eau et éventuellement un adjuvant pour obtenir un « mortier », qui se distingue du béton par l'absence de gravillons. La ressemblance des compositions des mortiers à celles des bétons fait que le mortier s'apparente bien au béton sur tous les aspects, propriétés à l'état frais, propriétés à l'état durci, propriétés de durabilité.... Ainsi, toutes les définitions déjà abordées à la partie une de ce chapitre reste valable sur le mortier. En comparaison au béton, les mortiers sont utilisés pour assurer une très large gamme de fonctions, cela va de la résistance, à la liaison, à la protection, isolation, esthétique, bouchage [1].

I.2. Définition de mortier :

Le mortier est l'un des matériaux de construction que l'on utilise pour solidariser les éléments entre eux, assurer la stabilité de l'ouvrage, combler les interstices entre les blocs de construction. En général le mortier est le résultat d'un mélange de sable, d'un liant (ciment ou chaux) et d'eau dans des proportions données, différent selon les réalisations d'adjuvant [2].



Figure I.1 : Mélange de mortier [1]

I.3. Constituants des mortiers :

Les mortiers sont constitués par des mélanges de :

(liant + sable) + Eau = mortier

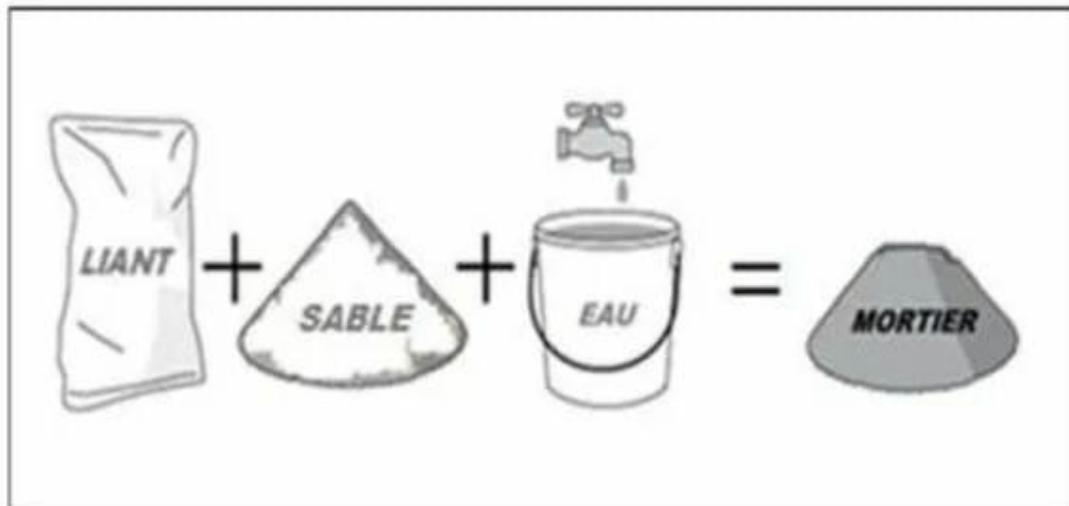


Figure. I.2 : Constituants du mortier [2]

I.3.1. Le ciment :

Le ciment est un liant hydraulique qui se présente sous la forme d'une poudre minérale fine s'hydratant en présence d'eau. Il forme une pâte faisant prise qui durcit progressivement à l'air ou dans l'eau. C'est le constituant fondamental du béton puisqu'il permet la transformation d'un mélange sans cohésion en un corps solide [3 .4]. Le ciment est composé essentiellement de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO), de silice (SiO₂), d'alumine (Al₂O₃) et d'oxyde de fer (Fe₂O₃). La chaux nécessaire à la fabrication du ciment est extraite de la roche calcaire ; l'alumine, la silice et l'oxyde de fer sont extraits de l'argile. Le calcaire et l'argile contiennent, en plus des oxydes déjà mentionnés, d'autres oxydes et en particulier Na₂O + K₂O et MgO, l'oxyde ferrique.



Figure I.3 : Le ciment

I.3.1.1. La fabrication du ciment :

Le ciment Portland est un liant hydraulique durcissant à l'air et dans l'eau, c'est le produit de broyage fin d'un clinker portland et de gypse naturel avec une teneur inférieure à 5%. Le clinker Portland est le produit de cuisson, à des températures supérieures à celles de frittage aux environs de 1450°C, d'un mélange de composition bien définie de matières premières, généralement le calcaire et l'argile. Le gypse naturel est ajouté au clinker Portland pour régler le temps de prise des ciments, d'où le nom de «régulateur de prise».

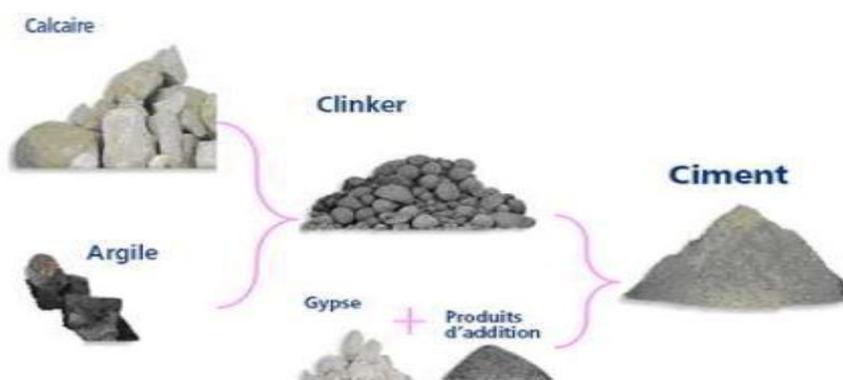


Figure I.4 : Les constituants de ciment [5]

➤ **Les matières premières pour fabriquer du ciment :**

La matière destinée à la production d'un clinker portland doit contenir 75 à 78% CaCO_3 et de 22 à 25% de matières argileuses. En général pour faire du ciment portland, on peut utiliser toute matière qui, après cuisson, donne la composition chimique convenable,

contenant les oxydes essentiels : CaO , SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 . Néanmoins pour des raisons économiques, l'utilisation de certaines matières est strictement limitée. Les matières calcaires utilisables sont : le calcaire, la pierre à ciment, la marne et les coquillages marins.

Les calcaires riches en carbonate de magnésium ne conviennent pas en général parce que, dans le ciment portland, une teneur en magnésie supérieure à 5% est considérée comme nuisible. La craie contient souvent des galets de silex qu'il faut éliminer. Quant à la marne, elle peut contenir une quantité excessive de sable siliceux. Il faut noter aussi que le calcaire pur est dur, son broyage nécessite une forte consommation d'énergie.

Les matières argileuses utilisées sont : l'argile, le schiste, l'ardoise, le laitier du haut fourneau, les cendres volantes, la pierre à ciment. L'argile, le schiste et l'ardoise ont presque la même composition chimique mais correspondent à des âges géologiques et à des degrés de consolidation différents.

Les matières extraites des gisements sont concassées, broyées finement puis mélangées intimement les unes avec les autres. Le produit final appelé «farine crue» ou «cru» sera composé essentiellement de CaCO_3 , SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 .

➤ Préparation de la matière première :

La préparation de la matière première destinée à entrer dans le four, constitue une étape très importante dans la fabrication du ciment. Cette préparation consiste essentiellement à réduire les matériaux en de fines particules. Cette première opération a pour but de rendre les matériaux chimiquement réactifs. Afin de réaliser les conditions nécessaires à la formation du clinker, nous devons procéder à la seconde opération qui consiste à homogénéiser soigneusement l'ensemble des différents constituants employés dans les proportions fixées à l'avance. La technique actuelle fait appel à un procédé consistant à préhomogénéiser la matière préalablement concassée sous abri, autrement dit dans des halls par dépôt en lits superposés sous forme de tas. Le broyeur est alimenté à partir de ces halls de préhomogénéisation.

Les différentes étapes de la préparation des matières premières conduisent soit à fabriquer une pâte correspondant au procédé de fabrication par voie humide, soit à fabriquer une poudre correspondant aux procédés de fabrication par voie sèche ou semi- sèche selon l'état de la matière première.

➤ **Procédé par voie humide :**

Après avoir subi un concassage préalable, la matière est traitée dans un broyeur à boulets qui reçoit également une addition d'eau. La matière sort sous la forme d'une pâte dont les grains constitutifs présentent la finesse désirée. Cette pâte est constituée de grains solides argilocalcaires en suspension dans l'eau. Elle doit posséder une composition chimique déterminée. Elle est répartie dans des bassins de dosage et de stockage. Lors de son séjour dans les divers bassins, la pâte ne doit pas décanter. Elle est donc soumise à un brassage à la fois pneumatique et mécanique qui entretient son homogénéité.

La pâte doit pouvoir véhiculer entre les différents bassins de stockage et le four. Elle est acheminée au moyen de canalisations sous l'action de pompes. Les pâtes de cimenterie exigent une teneur en eau variable qui dépend de leur nature. La pâte dosée et homogénéisée, est prête à entrer dans le four. Afin d'améliorer le bilan thermique, la pâte peut subir un traitement préalable, la filtration, qui consiste à éliminer mécaniquement une partie de l'eau. La pâte peut contenir de 35 à 40% d'eau et la filtration permet d'abaisser cette teneur à 18-20%. Elle se fait à l'aide de filtres presse.

La cuisson s'effectue dans un four rotatif garni d'un matériau réfractaire, qui assure sa protection vis à vis des hautes températures régnant à l'intérieur de l'appareil. Il est muni de chaînages qui permettent la circulation de la pâte. Celle-ci perd son eau tout au long du chaînage. Le four n'est autre qu'un cylindre d'acier de 60 à 190 m de long et dépassant les 6 m de diamètre. Il est faiblement incliné pour permettre à la matière première d'atteindre lentement son extrémité où le produit de cuisson est brusquement refroidi à 100 - 200°C.

La voie humide est peu utilisée, surtout dans les régions à énergie thermique coûteuse. De ce fait, les usines à pâte sont souvent converties en usines par voie semi sèche en filtrant ces pâtes pour obtenir des gâteaux.

➤ **Procédé par voie sèche et semi sèche :**

La matière première est réduite en poudre par broyage dans des broyeurs à boulets généralement en circuit fermé, puis séchée. Il faut dire qu'une poudre dont les grains ne dépassent pas 200 µm, ne peut se manipuler facilement que si sa teneur en eau est inférieure à 1 ou 2%. La matière première peut être séchée au niveau du broyeur. Celui-ci est muni d'un foyer auxiliaire dont l'effet peut être renforcé par un apport de gaz chauds issus du refroidisseur du four. La dépense calorifique est essentiellement en fonction de la quantité

d'eau à évaporer. En pratique, il est plus difficile d'homogénéiser une poudre qu'une pâte. De ce fait l'homogénéisation se fait dans une batterie de silos où elle peut être mécanique ou pneumatique. La matière première déjà homogénéisée et séchée est appelée farine crue, elle est introduite sous forme pulvérulente dans une tour de préchauffage. Elle est en suspension dans les gaz facilitant ainsi l'échange thermique. Elle circule à contre-courant soutirée par des cyclones en divers points pour la réinjecter, plus en amont dans le circuit des fumées quittant à 1100°C le four rotatif. Cette tour comporte usuellement quatre cyclones traversés en série par les gaz. La farine recueillie au cyclone supérieur coule par gravité successivement dans les cyclones des étages suivants. Ce processus permet d'obtenir une farine partiellement décarbonatée à la partie inférieure, avant d'entrer dans le four proprement dit, et d'abaisser la température des fumées à 350°C. Ces fumées sont utilisées dans le broyeur sécheur à farine.

Les fours rotatifs de la voie sèche sont de grands cylindres métalliques, légèrement inclinés. Leur lente rotation permet d'acheminer progressivement la matière à contre-courant des gaz chauds. L'intérieur est tapissé de briques réfractaires en magnésie. Une flamme alimentée par un combustible est allumée à l'autre extrémité du four. De profondes modifications chimiques des constituants du cru se produisent au fur et à mesure que la matière progresse dans le four. De 1200 à 1450°C, des réactions physicochimiques complexes ont lieu ; ce processus est nommé communément clinkérisation. Les granules incandescents, recueillis à l'extrémité basse du four, doivent être refroidis rapidement en y soufflant de l'air froid. Celui-ci, après réchauffage au contact du clinker, représente l'air secondaire de la combustion. On obtient ainsi des grains solides. C'est le clinker qui est transporté vers des silos de stockage.

Pour obtenir du ciment, le clinker est broyé très finement. Cette étape consiste à doser les différents constituants, puis à les mélanger et à les broyer de façon à obtenir une poudre homogène très fine qui est le ciment.

I.3.1.2. Etude structurale et morphologique des principaux minéraux du clinker portland :

Le clinker portland est constitué principalement de silicates, aluminates et aluminoferrites calciques. La nature de ces phases cristallines et leurs proportions relatives, sont les éléments essentiels d'une bonne compréhension des propriétés chimiques et mécaniques du ciment.

La nomenclature utilisée communément dans la chimie du ciment est la suivante :

La silice (SiO_2)	S
La chaux (CaO)	C
L'alumine (Al_2O_3)	A
La ferrite (Fe_2O_3)	F
L'eau (H_2O)	H
Le trioxyde de soufre (SO_3)	Š*
La magnésie (MgO)	M
L'oxyde de potassium (K_2O)	K

Les principaux constituants du ciment Portland sont :

Le silicate tricalcique	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_3S
Le silicate bicalcique	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_2S
L'aluminate tricalcique	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A
L'aluminoferrite tétracalcique	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	C_4AF

Dans plusieurs travaux [5-6], l'étude détaillée des phases cristallines du ciment portland et du ciment alumineux a été réalisée. La structure des liants sursulfatés a été abordée par R. J. Hand [7]. La structure cristalline des phases minéralogiques dans les liants est très complexe. Celle-ci a fait l'objet de plusieurs investigations [8-9]. Les techniques de diffraction des rayons X permettent de préciser la nature des phases présentes dans le clinker. Cependant, la tâche est rendue délicate dans la mesure où les minéraux de clinker présentent de nombreuses formes allotropiques. Les silicates calciques, constituant la majeure partie du clinker, sont formés de tétraèdres SiO_4 indépendants de charge (-4), liés entre eux par des cations. Le diagramme d'équilibre CaO-SiO_2 montre le domaine de formation des silicates calciques des clinkers entre 1250 et 1450°C, avec un pourcentage variant de 65 à 70% de CaO [10].

➤ **Silicate tricalcique (Ca_3SiO_5 ou C_3S) et l'alite :**

L'alite est le minérale le plus important et le plus actif du ciment Portland. Sous microscope il se présente en gros cristaux pseudo-hexagonaux jointifs ou maclés, la taille varie suivant la cuisson de 10 à 50 μm [11]. En réalité, c'est une solution solide contenant des ions étrangers tel que Al, Mg, Fe, Na, K, etc.

Le C_3S présente sept formes allotropiques depuis la température ambiante jusqu'à 1070°C : [12,13] trois phase tricliniques TI, TII, TIII, trois phase monocliniques MI, MII, MIII et une phase rhomboédrique R.

➤ **Silicate bicalcique (Ca_2SiO_4 ou C_2S) et la bélite :**

La bélite est définie comme une solution solide du silicate bicalcique renfermant des ions étrangers. C'est le minéral qui contribue à augmenter les résistances à long terme (résistances finales). Le silicate bicalcique (C_2S) existe sous différentes formes polymorphiques, qui sont stables dans des domaines de températures différents [14].

- $\alpha\text{-C}_2\text{S}$: Hexagonale \longrightarrow plus de 1470°C , de densité 2,94
 - $\alpha\text{H-C}_2\text{S}$: Orthorhombique \longrightarrow 1160 à 1470°C , de densité 3,11
 - $\alpha\text{L-C}_2\text{S}$: Orthorhombique \longrightarrow 630 à 1160, de densité 3,14
 - $\beta\text{-C}_2\text{S}$: Monoclinique \longrightarrow $< 675^\circ\text{C}$ de densité 3,20
 - $\gamma\text{-C}_2\text{S}$: Orthorhombique \longrightarrow $< 820^\circ\text{C}$ de densité 2,94
- La forme de C_2S souvent rencontrée dans le clinker industriel est la forme β qui possède des propriétés hydrauliques. Les cristaux ont souvent des formes arrondies de taille de $300\ \mu\text{m}$, à surface striée ou lisse les stries proviennent du passage de la forme α à la forme β [15].

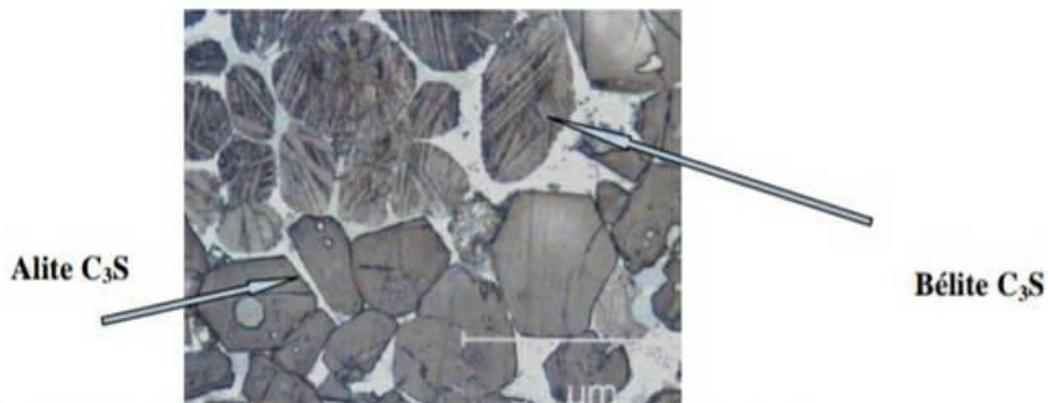


Figure I.5 : Minéraux de clinker sous microscope optique (section polie) [11]

➤ **Aluminate tricalcique ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ou C_3A) :**

L'aluminate tricalcique est une solution solide, qui ne présente aucune transformation allotropique, dont le réseau est cubique. Il contribue à la prise du ciment mais assez peu à la résistance finale. C_3A a une densité proche de 3,04. Ces cristaux ont un aspect variable

suivant le mode de refroidissement du clinker, ils sont petits et mal formés si le refroidissement est rapide, et grands de forme rectangulaire dans le cas inverse [16].

➤ **Aluminoferrites calciques ($\text{Ca}_2(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_5$) :**

La phase aluminoferrite de calcium, appelée brownmillerite, des clinkers est considérée selon une composition définie : $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$. En fait, la brownmillerite est une série de solutions solides entre C_2A et C_2F définies par : $\text{Ca}_2(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_5$, avec $x < 0,7$. La structure cristalline de ce minéral est orthorhombique, dont les paramètres de maille sont : $a=5,5672 \text{ \AA}$, $b=14,521 \text{ \AA}$, $c=5,349 \text{ \AA}$ avec un groupe d'espace Pcmn [17]. Chaque atome de calcium a une coordinence 7, alors que les atomes d'aluminium et de fer sont distribués entre des sites octaédriques (coordinence 6) ou tétraédrique (coordinence 4). C_4AF des clinkers Portland est une forme impure, dans laquelle on retrouve jusqu'à 10% de substitutions par échange de Fe_2O_3 . Les principales substitutions atomiques sont : Fe^{3+} par Mg^{2+} , Mn^{3+} , Si^{4+} ou Ti^{4+} et Al^{3+} par Mn^{3+} .

➤ **Oxyde de calcium (CaO) :**

La chaux (CaO) peut se trouver libre dans le clinker Portland. La norme européenne peut tolérer jusqu'à 1% de CaO libre car il est indésirable dans le ciment. La structure cristalline de ce minéral est construite à partir d'octaèdres dont les ions calcium (Ca^{2+}) occupent le centre et les ions d'oxygène (O^{2-}) se trouvent aux extrémités. La structure de CaO est cubique de type chlorure de sodium, avec un groupe d'espace $\text{Fm}3\text{m}$ [18, 19]. On observe parfois les cristaux de chaux libre et de périclase (MgO) dans le clinker du ciment Portland. Le périclase (MgO cristallisé) adopte également une structure type chlorure de sodium [20].

I.3.1.3. Les différents types de ciment :

Les ciments incorporent les composants suivants en diverses proportions : clinker et laitier de haut fourneau, éventuellement cendres volantes siliceuses et calcaire. Suivant la proportion de chacun de ces éléments on peut les classer de manière standardisée. La désignation des ciments est en effet normalisée. Les ciments peuvent être classés en cinq grandes familles et vingt-sept variantes principales (normée EN-197-1-2000) [21].

- ❖ Ciment Portland (note CEM I) – Clinker.
- ❖ Ciment Portland composé (noté CEMII) -Clinker principalement, associé à un deux ou trois des autres composants.

- ❖ Ciments de hauts fourneaux (noté CEM III) - Mélanges de clinker et de laitier de haut fourneau.
- ❖ Ciments pouzzolaniques (noté CEM IV).
- ❖ Ciments au laitier et aux cendres ou ciment composé (noté CEM V).
- ❖ Ciment blanc (différent des précédents par sa composition chimique et la méthode de fabrication. [21]).

I.3.2. Le sable :

C'est une matière minérale siliceuse ou calcaire qui se présente dans le sol sous la forme de grains ou de poudre, suivant qu'il s'agit de sable grossier ou de sable fin.

Les sables proviennent de la désagrégation des roches qui constituent l'écorce terrestre; Suivant leur composition, ils sont blancs, jaunes, gris ou rougeâtres.

On peut encore classer les sables d'après leur origine et distinguer les sables de carrière, les sables de mer et les sables de rivière.

Le terrain dans lequel le sable grossier domine, manque d'homogénéité, sa trop grande perméabilité ne lui permet pas de retenir les engrais solubles, qui sont entraînés par les eaux avant d'avoir produit leur effet, amenant, en outre, l'assèchement rapide du sol.

Des amendements sont nécessaires pour corriger les défauts des sols sableux ; l'apport de marne argileuse donne de la cohésion aux terrains qui en manquent, mais le fumier de ferme, en augmentant l'humus, est dans tous les cas le meilleur des traitements : il apporte au sable grossier l'agglomérant dont il a besoin et au sable fin l'allègement et l'aération qui lui font défaut.

L'introduction des sables permet de diminuer le retrait du liant (ossature mortier) en augmentant les résistances mécaniques, ajoutant à cela, sa disponibilité et son aspect esthétiques (couleur).

Les sables de bonne granulométrie doivent contenir des grains fins, moyens et gros. Les grains fins se disposent dans les intervalles entre les gros grains pour combler les vides. Ils jouent un rôle important : Ils réduisent les variations volumiques, les chaleurs dégagées et même le prix. Les dosages se feront en poids plutôt qu'en volume comme c'est souvent le cas, afin d'éviter les erreurs de dosage, par suite de l'augmentation de volume de sable humide [22].



Figure I.6. Le sable

I.3.2.1 Rôle de sable dans le mortier :

L'introduction des sables permet de diminuer le retrait du liant (ossature mortier) en augmentant les résistances mécaniques, ajoutant de ça, sa disponibilité et son aspect esthétiques (couleur). Les sables de bonne granulométrie doivent contenir des grains fins, moyens et gros. Les grains fins se disposent dans les intervalles entre les gros grains pour combler les vides. Ils jouent un rôle important : Ils réduisent les variations volumiques, les chaleurs dégagées et même le prix. Les dosages se feront en poids plutôt qu'en volume comme c'est souvent le cas, afin d'éviter les erreurs de dosage, par suite de l'augmentation de volume de sable humide [23].

I.3.3. L'eau de gâchage :

L'eau joue un rôle important, elle sert à hydrater le ciment, elle facilite aussi la mise en œuvre du béton ou du mortier, ainsi elle contribue à son ouvrabilité. L'eau doit être propre et ne pas contenir d'impuretés nuisibles (matières organiques, alcalis). L'eau potable convient toujours le gâchage à l'eau de mer est à éviter, surtout pour le béton armé. Les caractéristiques des eaux requises pour la confection des mortiers et des bétons sont précisées dans la norme NA-442. Les mortiers devraient contenir la quantité d'eau maximale compatible avec une ouvrabilité optimale [24].

I.4. Hydratation des minéraux ciments Portland :

En chimie du ciment, on entend par hydratation toute forme d'action de l'eau intervenant dans le mécanisme de prise et de durcissement du ciment. La poudre de ciment

n'est pas une matière liante, ce n'est que par ses produits hydratation que cette substance le devient. Ses caractéristiques dépendent essentiellement de la nature des composants et de leurs quantités respectives.

D'après la théorie cristalloïde de Henry LE CHATELIER (1887), le liant mis en présence d'eau donnerait naissance à une solution sursaturée. Les composés anhydres se dissoudraient puis les hydrates formés, peu solubles, précipiteraient sous forme de micro-cristaux, ce qui permettrait une nouvelle dissolution d'éléments anhydres. Les réactions se poursuivraient jusqu'à la mise en solution de la totalité du liant. Le durcissement serait dû à la multiplication et à l'adhérence des cristaux formés. Le ciment durcit est une véritable roche artificielle mais qui évolue dans le temps et suivant les conditions extérieures [25].

I.4.1. Hydratation du silicate tricalcique (C₃S) :

Lors de la mise en contact du C₃S avec l'eau, intervient d'abord la protonation des ions SiO₄⁴⁻ sur la surface des particules de silicate [26-27] et la formation des ions solubles H₂SiO₄²⁻ ou H₃SiO₄⁻ suivant le pH [28]. Pourtant l'espèce H₂SiO₄²⁻ est la forme prépondérante dans les conditions d'hydratation d'une pâte de C₃S seul. Après cette première interaction, le C₃S superficiellement hydroxylé se dissout et la solution devient riche en ions silicates, calcium et hydroxydes. $\text{Ca}_3\text{SiO}_5 + 3 \text{H}_2\text{O} \longrightarrow 3\text{Ca}^{2+} + 4 \text{OH}^- + \text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$

I.4.2. Hydratation du silicate bicalcique (C₂S) :

Du fait que la vitesse d'hydratation de C₂S est faible, par comparaison avec celle de C₃S, ce minéral ne joue pas un rôle important dans le développement des propriétés du ciment au cours des stades initiaux.

Sa réaction d'hydratation est comme suit :



➤ **Hydratation de β-C₂S**

Il existe une similitude substantielle entre les mécanismes d'hydratation de C₃S et β-C₂S. Les différentes vitesses d'hydratation passent pour être la conséquence de la différence entre la structure cristalline des deux silicates. En conséquence, l'hydratation de β-C₂S et C₃S peut être discutée dans des termes de mécanismes similaires. Les différences les plus importantes sont l'absence d'une sursaturation marquée en hydroxyde de calcium (CH) et la plus faible vitesse de développement de chaleur. La composition totale et la morphologie de l'hydrosilicate de calcium (CSH), formé à partir de C₂S et de C₃S, semblent être similaires, mais il y a des différences définies dans les détails de microstructure. Il s'avère qu'au cours

de l'hydratation de β -C₂S la vitesse de libération des ions est lente, avec une valeur résultante de sursaturation basse et une croissance lente du produit ionique

➤ **Hydratation de α -, α et γ -C₂S**

La réactivité des variétés à hautes températures, α - et α -C₂S, dépend des impuretés utilisées pour stabiliser leur structure. Elles sont moins réactives que la forme β mais beaucoup plus réactives que la forme inactive γ .

I.4.3. Hydratation de l'aluminate tricalcique (C₃A) :

Le C₃A est le constituant le plus réactif du clinker. Il réagit très rapidement avec l'eau pour donner des hydrates métastables (C₄AH₁₃, C₂AH₈) qui se transforment en un aluminate de calcium hydraté C₃AH₆.

L'aluminate tricalcique contribue à la prise de la pâte de ciment, mais assez peu à la résistance finale. En l'absence de gypse, l'hydratation du C₃A est extrêmement rapide, exothermique et perturbe l'hydratation des silicates. Il s'en suit un phénomène de prise très rapide, empêchant la mise en œuvre du matériau. Pour remédier à cela, les cimentiers incorporent systématiquement du gypse dans la composition de leur ciment. Ainsi, la réaction des aluminates avec le sulfate contenu dans le gypse, forme de l'ettringite (AF_t) (tri sulfoaluminate de calcium hydraté) qui précipite en masse autour du grain de C₃A et inhibe sa dissolution. Celle-ci, une fois le gypse totalement consommé, se décompose pour former du monosulfoaluminate (AFM). La teneur en gypse des ciments étant limitée, il y a donc en général excès de C₃A par rapport au gypse.

I.4.4. Hydratation de l'aluminoferrite tétracalcique (C₄AF) :

L'hydratation de la phase ferrite est assez mal connue. Néanmoins, plusieurs études [29] ont montré la similitude entre les produits d'hydratation du C₄AF (donc des phases C₄A_xF_{1-x} en général) et du C₃A. Certaines phases hydratées, similaires à l'ettringite, sont désignées par « AF_t », les autres similaires au monosulfoaluminate, sont appelées « AF_m ». Elles se forment après la chute de concentration des sulfates en solution.

Plus précisément, on désigne par AF_m (Al₂O₃-Fe₂O₃-mono), les hydrates de formule générale [Ca₂ (Al, Fe) (OH)₆.2H₂O].X.(H₂O)_n (avec n inférieur ou égal à 2 et X est un divalent ou deux anions monovalents). Dans le ciment, X peut être l'ion OH⁻, l'ion SO₄²⁻ ou l'ion CO₃²⁻. Les phases AF_m contiennent donc un seul anion divalent ou deux anions monovalents.

La chaleur dégagée au cours des processus secondaires (trempage, dissolution, cristallisation, etc.) est négligeable. La chaleur d'hydratation s'exprime par la somme des chaleurs d'hydratation des constituants du clinker données dans le Tableau I.1

Tableau I.1. Chaleurs d'hydratation des minéraux du clinker

Minéraux	Chaleur d'hydratation (Cal/g)			
	3jours	7jours	28 jours	90 jours
C ₃ S	97	110	116	124
C ₂ S	15	25	40	47
C ₃ A	141	158	209	222
C ₄ AF	42	60	90	99
Clinker.Portland	74	86	96	103

I.5. Utilisation de la pouzzolane comme ajout dans le ciment :

La méconnaissance, jusqu'à l'heure actuelle, de l'origine du durcissement du ciment permet de prendre comme référence les travaux de Le Chatelier en 1883 et de W. Michaëlis en 1893 [35,36]. La théorie de Le Chatelier suppose que les produits d'hydratation ont une solubilité inférieure à celle des composants initiaux et forment donc un précipité à partir d'une solution sursaturée. Ce précipité est formé de cristaux allongés possédant des propriétés adhésives et de cohésions élevées.

La théorie colloïdale proposée par W. Michaëlis [35] postule que la forme cristalline de l'aluminate, le sulfoaluminate et l'hydroxyde de calcium est à l'origine de la résistance initiale. Les silicates sont ensuite attaqués par l'eau saturée de chaux et forment une masse gélatineuse. Cette masse durcit graduellement par perte d'eau vers l'extérieur et par hydratation des grains de ciment non encore attaqués à l'intérieur du noyau.

En fait les deux théories ne sont pas inconciliables. La chimie des colloïdes a montré récemment que les propriétés de ces corps ne sont pas dues uniquement à l'irrégularité des cristaux qui les composent mais principalement à leur grande surface [37].

Le ciment Portland mélangé à une grande quantité d'eau produit en quelques heures une solution sursaturée en Ca(OH)₂ contenant du silicate de calcium hydraté sous une forme métastable [38]. Cet hydrate précipite rapidement conformément à la théorie de Le Chatelier. Le durcissement qui suit est certainement dû au retrait de l'eau du matériau hydraté tel quel a postulé Michaël.

Des travaux expérimentaux ultérieurs [38,37] ont montré que les silicates de calcium hydratés se retrouvent en fait sous forme de microcristaux enchevêtrés dont le comportement peut être assimilé à un gel. La résistance de ce gel est due probablement à deux types de

liaisons. La première étant une attraction physique entre les surfaces solides assimilables à des forces de Van Der Waals. Le second type est de nature chimique mais seule une faible fraction des particules de gel y participe. L'importance relative de ces deux types de liaison n'est pas encore établie.

I.6. Facteurs influençant sur le développement de l'hydratation :

Le ciment doit être mélangé avec suffisamment d'eau pour pouvoir s'hydrater complètement. La quantité d'eau introduite, définie par le rapport eau/ciment (E/C) affecte la rhéologie de la suspension, la progression de l'hydratation et les propriétés du matériau hydraté.

L'hydratation et sa cinétique sont influencées par de nombreux facteurs, dont les principaux sont [39, 40]. la composition des phases du ciment et la présence d'ions étrangers dans la maille cristalline des phases du clinker.

- ❖ la finesse du ciment, en particulier la distribution de taille des particules qui le compose et sa surface spécifique.
- ❖ le rapport eau/ciment utilisé.
- ❖ la température de traitement.
- ❖ la présence d'additifs chimiques, c'est-à-dire les substances chimiques ajoutées en petites quantités de façon à modifier la vitesse d'hydratation et les propriétés de la pâte de ciment.
- ❖ la présence d'ajouts minéraux, c'est-à-dire les matériaux mélangés au ciment en grandes quantités, tels que les cendres volantes, le laitier ou la fumée de silice.

L'évolution de l'hydratation du ciment peut être suivie par différents moyens tels que :

- ❖ la mesure de l'hydroxyde de calcium Ca(OH)_2 présent dans la pâte ;
- ❖ la chaleur dégagée par les réactions ;
- ❖ la mesure de la variation de la masse volumique ;
- ❖ la mesure de l'eau qui réagit chimiquement ;
- ❖ la mesure du ciment non hydraté par analyse quantitative aux rayons X ;
- ❖ ou indirectement par la variation de la résistivité de la pâte de ciment.

D'autres techniques, telles que la thermogravimétrie (TG) et la diffraction des rayons X (DRX), sont utilisés actuellement pour connaître l'évolution de l'hydratation de la pâte de ciment [41].

A la fin de l'hydratation du ciment, les principaux produits hydratés sont :

- ❖ Les silicates de calcium hydraté ou C-S-H, généralement amorphes dont le rapport Ca/Si varie, ils contiennent 60 à 70% en masse de la pâte de ciment hydraté.
- ❖ L'hydroxyde de calcium ou portlandite $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, représente 5 à 15% en masse de la pâte de ciment hydraté.
- ❖ Les sulfo-aluminates de calcium, l'ettringite et le monosulfate constituent 20 à 30% de la masse totale.

Les proportions citées ci-dessus correspondent aux CPA-CEM I, Dans les autres classes de ciments, elles peuvent être très différentes compte tenu des différents ajouts minéraux (laitier, cendres volantes, fumée de silice, etc.).

I.7. Les recherche d'utilisation de la pouzzolane dans le ciment:

La pouzzolane est un produit naturel d'origine volcanique essentiellement composés de silice, d'alumine et d'oxyde ferrique et susceptibles de se combiner à la chaux en milieu aqueux, en donnant les mêmes silicates, aluminates et ferrites de calcium hydratés.

Dans les cimenteries, il est broyé avec le mélange de clinker et de gypse. Il peut intervenir pour lier la chaux libre existant dans le clinker avec la silice active qu'il contient. Dans le système pouzzolane- C_3A - $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et en présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, l'hydratation initiale de C_3A et la formation de l'ettringite et le monosulfoaluminate hydraté sont accélérées par l'addition de pouzzolane [5, 24]. Alors que dans le système pouzzolane- C_3A , l'hydratation initiale correspondant à la formation de Ca-Al hydraté est retardée par l'addition de pouzzolane. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ agit alors comme retardateur de prise dans ce système [42]. La pouzzolane tend à diminuer le degré d'hydratation à long terme.

La concentration en alcalis dans la phase liquide en présence de pouzzolane augmente avec le temps d'hydratation. Ces alcalis accélèrent la conversion de l'hexagonal C_3A (CaSO_4 , $\text{Ca}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) au cubique C_3AH_6 par la diminution de la stabilité de la solution solide de forme hexagonale [42, 43].

I.8. Conclusion

Le mortier est une substance pâteuse utilisée pour lier des briques ou des blocs ensemble et également pour combler les espaces entre eux. Il est également appliqué pour se transformer en une substance dure semblable à du béton. Le mortier est généralement constitué de sable, de chaux ou de ciment et d'eau. Le présent chapitre donne les types, les constituants et les propriétés essentielles comme matrice cimentaire.

Chapitre II

Argile calcinée

II.1.Introduction :

L'argile est une des matières premières utilisée depuis la plus haute antiquité. En effet, grâce à sa plasticité, elle permettait de fabriquer aussi bien les récipients nécessaires à la vie quotidienne que la statuette du sorcier. Argiles, matériaux argileux, substrat argileux, roches argileux ces mots et expressions sont des synonymes et désignent un matériau naturel qui se trouve sous forme de gisements mais aussi en quantités plus au moins grandes dans les sols et les sédiments [44].

II.2.Définitions :

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec argilos dérivé d'argos qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : argilla. Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique.

L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à 2 micromètre ($<2\mu\text{m}$) qui représente les individus cristallins (phase minérale pure) appelés minéraux argileux responsable de ses propriétés tel que le gonflement, la plasticité et les propriétés d'adsorption. Mais dans les sols, ces particules élémentaires sont en général liées entre elles par des ciments de nature très diverse (carbonates, composés organiques, composés minéraux amorphes ou oxydes et hydroxyde de fer et d'aluminium, quartz feldspaths) au sein d'agrégat de tailles beaucoup plus grandes[45].

II.3.Classification des argiles :

On différencie les argiles par leur type de combinaison d'empilement des feuillets tétraédriques et octaédriques, le cation de la couche octaédrique, la charge de l'argile et le type de matériel interfoliaire. Les minéraux argileux se répartissent en plusieurs grandes familles[46-45]

II.3.1. Groupe Kaolinite [7.1A°] :

Cette argile (Kaolinite) blanche, douce, friable, réfractaire, contient autant d'aluminium que de silice. Riche en silice et peu concentrée en sels minéraux, elle est utilisée pour la fabrication de porcelaine et de céramique.

Le feuillet est formé par la juxtaposition d'une couche tétraédrique et une couche octaédrique. Les cristallites des minéraux de type T-O ont leurs feuillets successifs empilés de telle sorte que le plan des atomes d'oxygène d'un feuillet se trouve en face de celui des

groupements d'hydroxyles du feuillet voisin. Des liaisons hydrogènes interfeuillet stabilisent alors l'empilement. Cet assemblage peut se faire pour différentes positions des deux plans, ce qui entraîne des déplacements relatifs des feuillets et détermine le système cristallin du minéral.

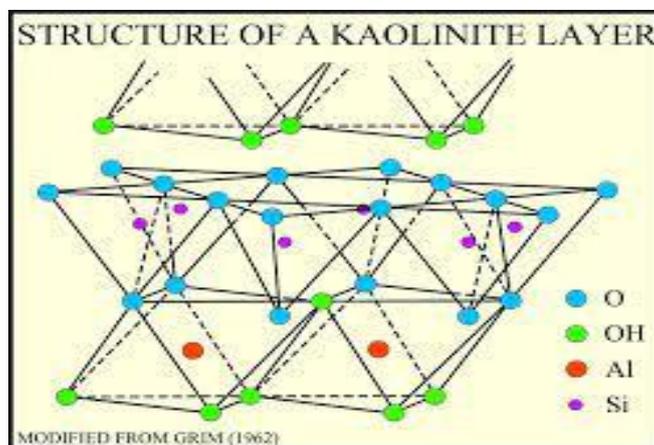


Figure. II.1 : Structure de la kaolinite.

II.3.2. Groupe monmorillonite [9.4 à 15Å°] :

La monmorillonite est l'argile la plus communément récoltée, elle est généralement vendue verte mais peut-être trouvée sous d'autres couleurs : gris, blanc, bleuté. Son nom provient de sa ville d'origine, Montmorillon située dans la Vienne. Elle détient une forte concentration en silice, en minéraux, dont de la potasse, des oxydes de magnésium, de fer, de manganèse, d'aluminium, de la soude,... D'une rare pureté, l'argile Montmorillonite présente des qualités et des attraits supérieurs à n'importe quelle autre argile verte. Ceci explique que c'est l'argile la plus commune à la vente.

Ce type de minéraux résulte de la combinaison d'une couche octaédrique placée entre deux couches tétraédrique. Les minéraux présentant cette structure sont très nombreux, car les substitutions sont fréquentes aussi bien dans la couche tétraédrique que dans la couche octaédrique, ce qui entraîne la présence de différents cations nécessaires à la neutralisation électrique. La nature de ces cations et leur liaison plus ou moins intime avec le feuillet qu'ils relient, multiplient les espèces chimiques et modifient les propriétés physicochimiques des minéraux.

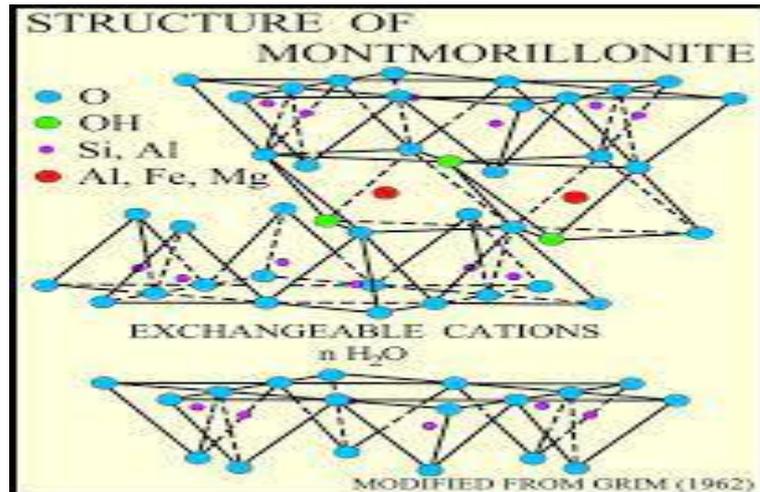


Figure. II.2 : Structure de la monmorillonite.

II.3.3. Groupe de Chlorites [14A°] :

Ce nom leur a été attribué pour leur couleur verdâtre, du grec « chloros ». Des chlorites de couleur jaune, rouge ou blanche sont également retrouvés. De structure similaire aux illites et smectites, l'espace entre leurs feuillets abrite une couche supplémentaire d'hydroxyde de magnésium, de fer ou d'aluminium,...

Ces minéraux sont issus de la combinaison de deux couches octaédriques avec deux couches tétraédriques. La charge du feuillet est compensée par une couche interfoliaire d'octaèdre contenant des atomes d'aluminium et/ou de magnésium.

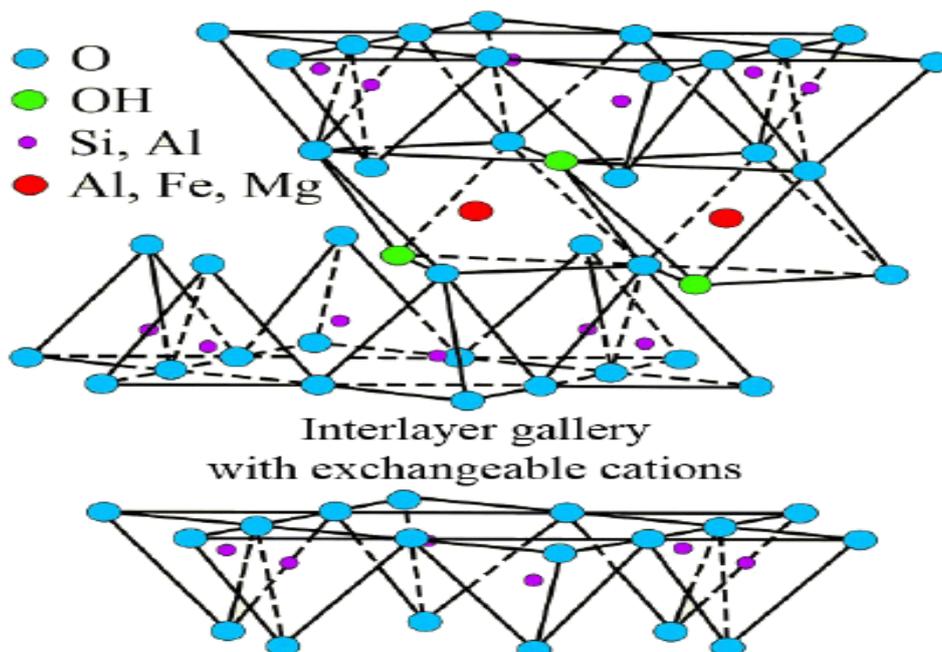


Figure. II.3 : Structure du Chlorites

II.4. La calcination :

La calcination est un traitement thermique effectué en présence d'air sur des corps solides. Elle est utilisée en métallurgie pour transformer les métaux en oxydes ou pour la transformation du calcaire en chaux, pour la fabrication du ciment Portland. On distingue deux types de calcination [47].



Figure. II.4 : Argiles calcinée.

II.4.1. La calcination flash :

La calcination flash est une calcination très rapide d'un solide, généralement sous forme fine en suspension dans un gaz. Les valeurs typiques sont des chauffages et refroidissements et des durées d'exposition de l'ordre de quelques dixièmes de secondes jusqu'à quelques secondes.

Bien que la plupart des transformations chimiques et physiques aient une cinétique rapide à haute température, le temps très court de résidence dans le four mène à des transformations qui peuvent partiellement ne pas être terminées.

Les propriétés des solides préparés sous ces procédés de chauffage flash, sont différentes de celles de matériaux traités dans des conditions de calcination où l'équilibre chimique et physique a pu être atteint. La calcination flash, à 800°C, a pour effet la déshydroxylation totale ou partielle de la kaolinite ; d'où l'apparition de métakaolinite et non de mullite.

La rapide élévation de température à l'intérieur des particules, génère une vapeur d'eau qui ne peut pas s'échapper par diffusion : la déshydroxylation a eu lieu plus vite que la

libération d'eau. Devenant déformables sous l'effet de la chaleur, les particules vont, se modifier pour libérer les bulles de vapeur d'eau sous pression. Le refroidissement rapide bloque alors toute évolution et conserve l'aspect bulleux des particules, ou aspect troué.

II.4.2. La calcination traditionnelle :

Ce type dure en général, plusieurs heures. L'objectif de la calcination est la stabilisation des matériaux par déshydroxylation. Elle apparaît à partir de 550 à 600°C pour la kaolinite chauffée à vitesse normale par exemple.

Dans la calcination lente industrielle, la déshydroxylation est complète après avoir mené lentement l'échantillon à une température suffisamment haute (entre 600°C et 1100°C) pendant une durée suffisamment longue (une voire plusieurs heures).

II-4-2-1-Les fours traditionnels :

a- Les fours à vis :

Les fours à vis sont généralement utilisés pour le traitement de déchets industriels. Les principaux avantages sont un bon mélange interne du déchet ainsi qu'un coefficient d'échange thermique bien meilleur que les fours verticaux. En revanche, les réfractaires présentent un fort taux d'usure, et des fuites aux joints peuvent apparaître. Ce genre d'équipement est utilisé dans le traitement des boues de stations d'épuration des eaux usées à CAPBRETON (FRANCE).

b- Les fours rotatifs :

Le premier four rotatif utilisé dans l'industrie cimentière fût construit et exploité par l'anglais Frederick Ransome. C'est l'installation industrielle couramment utilisée pour les ciments, elle nécessite une première opération de broyage des matériaux. Les fours rotatifs sont également utilisés dans la calcination de matériaux minéraux et dans la pyrolyse des déchets.

La rotation et l'inclinaison font que la matière progresse suivant l'axe. Ces fours génèrent des temps de chauffe de nombreuses heures afin de garantir une calcination satisfaisante des matériaux. D'autre part, le tube est porté à haute température.

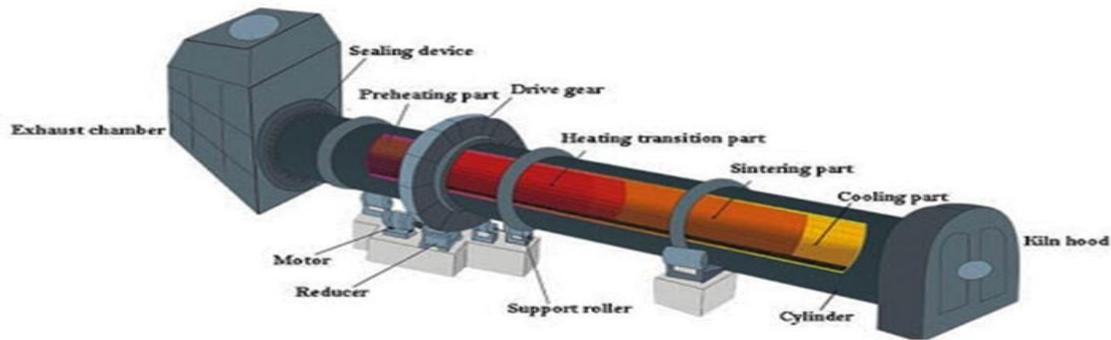


Figure. II.5 : Principe de fonctionnement de four rotatif

c- Les fours à lit fluidisé :

Le lit fluidisé permet, au moyen d'un flux de gaz ascendant, de porter un produit à l'état fluide. Le principal avantage réside dans une bonne homogénéité de la température du lit. Par contre, les inconvénients majeurs sont la nécessité de calibrer les particules ainsi que la création d'un fort taux de poussières dans les affluents gazeux qui nécessite un dépoussiérage intense. Les fours à lit fluidisé sont également utilisés dans la calcination de boues, développant ainsi de bons matériaux pouzzolaniques (DINAMEC-belgium).

d- Les fours à multi-foyers ou fours à étages :

Les fours à étages sont constitués d'une série de plateaux que les matériaux parcourent en descendant. Ces fours travaillent à contre-courant : les matériaux descendent tandis que les gaz montent, il a donc un bon rendement thermique.

C'est une technique assurant une bonne calcination mais qui manque de flexibilité. En effet, elle présente une inertie très grande et exige des temps de séjour assez longs. Ces types de fours (NESA Belgique) ont commencé à se développer avec les techniques d'incinération de boues et de déchets industriels. C'est un procédé qui permet d'obtenir une bonne stabilité des paramètres et un produit calciné très réactif.

II.5.2. Définition des pouzzolanes :

Les pouzzolanes sont des matériaux minéraux composés des mêmes principaux oxydes contenus dans le ciment Portland, mais de proportions et composition minéralogique différentes. Elles ont une teneur élevée en dioxyde de silicium (SiO_2), ou en dioxyde de silicium et oxyde d'aluminium combinés, et elles sont pauvres en oxyde de calcium [53].

Les pouzzolanes sont caractérisées par une réaction dite « pouzzolanique ». Cela signifie qu'elles peuvent réagir fortement ou faiblement en présence d'eau avec l'hydroxyde de calcium en le transformant en silicate de calcium et aluminat de calcium hydratés qui contribuent à l'amélioration de la résistance mécanique et l'étanchéité du matériau cimentaire.

II.5.3. Mécanisme de la réaction pouzzolanique :

L'étude de l'hydratation du mélange ciment Portland – pouzzolane est essentiellement basée sur les réactions d'hydratation des quatre composés principaux du ciment mélangés individuellement avec la pouzzolane. Ogwa et ses collaborateurs [54] ont proposé un mécanisme pour la réaction C_3S -pouzzolane. D'après ces auteurs, la réaction des grains de C_3S avec l'eau est accélérée par la présence de particules pouzzolaniques qui crée des sites de germination pour les produits de réaction. De plus, la dissolution de C_3S est favorisée par la réaction des ions calcium avec la pouzzolane. L'hydratation de C_3S suivrait, de façon générale, la théorie du film protecteur proposée par Double D.D et d'autres [55-56]. Uchikawa et Uchida [57] ont proposé un mécanisme réactionnel du système C_3A -pouzzolane. Ce mécanisme est similaire à celui de la réaction C_3S -pouzzolane, qui est essentiellement un processus topochimique faisant appel au processus de diffusion et de dissolution.

L'effet de pouzzolanes sur l'hydratation de C_4AF a été étudié par Monoski et ses collaborateurs [58]. Selon la composition de la pouzzolane, l'hydratation de C_4AF peut être accélérée ou retardée. Ainsi, les travaux de Garcia Diaz [59] ont permis par de mettre en évidence l'existence de deux régimes cinétiques pour la réaction pouzzolanique du métakaolin obtenu par traitement thermique du kaolin :

- un régime à court terme dont la vitesse d'avancement de la réaction (pourcentage de métakaolin réagissant) est une fonction croissante de la surface externe initiale des particules de métakaolin.
- un régime à long terme dont la vitesse d'avancement de la réaction est une fonction décroissante de l'indice d'agglomération (rapport de la surface intragranulaire sur la surface totale).

II.5.4. Facteurs influençant la réaction pouzzolanique :

Les ajouts pouzzolaniques présentent une activité liante qui varie avec leur quantité, leur finesse, leur composition minéralogique, les inclusions des phases cristallines dans la phase vitreuse, le type de ciment et la teneur en alcalins et en sulfate dans le ciment. En termes pratiques, cette activité liante se traduit par un gain de résistance mécanique.

Il est à noter que la finesse des particules de pouzzolanes favorise leur effet physico-chimique. En effet, la présence d'un grand nombre de particules submicroniques dans la matrice cimentaire autour des grains de ciment multiplie les possibilités de germination des produits hydratés et développe la complexité microstructurale et l'efficacité des liaisons [60]. Ainsi, la fumée de silice représente l'activité la plus importante, parce qu'elle possède la plus faible part cristalline du quartz et la plus grande surface spécifique [61].

II.5.5 Méthodes d'activation pouzzolanique :**II.5.5.1. Traitement mécanique :**

Le traitement mécanique consiste à augmenter la finesse (surface spécifique) d'un matériau par broyage poussée. Le broyage a pour but de réduire les éléments en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante). Le traitement mécanique diminue la cristallisation en augmentant l'amorphisation et la surface spécifique du matériau, ce qui améliore la réactivité chimique de ses minéraux [62]. En effet, la pouzzolane obtenue par traitement mécanique de la kaolinite contenant une forte.

Teneur en quartz a montré de bonnes performances mécaniques au jeune âge par l'effet de l'accélération de l'amorphisation du matériau. Dans une autre étude, les résultats obtenus par A Naceri et M Chikouche Hamina [63] montrent que le temps de broyage varie proportionnellement avec la variation de la quantité de pouzzolane artificielle (déchets de brique) incorporés dans le ciment. Cette tendance pourrait être due à la basse propriété abrasive et à la gravité spécifique des déchets de brique (la pouzzolane artificielle est moins dure que le clinker). Par conséquent, l'incorporation pouzzolanique (déchets de brique) dans le ciment diminue la période du broyage en réduisant la consommation de l'énergie.

II.5.5.2. Traitement thermique :

La réaction pouzzolanique n'est observable que sur des matériaux qui comportent des phases minérales dans lesquelles la silice et l'alumine sont partiellement mobilisables. L'activité pouzzolanique des argiles calcinées ou amorphes et des cendres volantes essentiellement vitreuses est particulièrement liée à cette particularité. Aujourd'hui, il est admis que le même critère s'applique aux pouzzolanes naturelles et que seules la silice et l'alumine des phases vitreuses sont effectivement réactives [64].

Dans le traitement thermique, la température de cuisson à laquelle le produit pouzzolanique se forme est le paramètre le plus important à connaître. Pour mieux expliquer ce point-là, nous avons résumé quelques recherches qui ont étudié l'activation des matériaux contenant de la silice et/ou de l'alumine par traitement thermique dit « calcination ». D'après certains chercheurs [65], la température de cuisson optimale est entre 700 et 800°C pour le kaolin. Pour une température inférieure à 700°C, la déshydratation du kaolin n'est pas totale et pour une température supérieure à 800°C, il y a diminution du degré d'amorphisation car la recristallisation du métakaolin est entamée. Dans d'autres études [64], il s'est avéré que la structure amorphe du kaolin (métakaolin) est observée entre 600 et 800°C.

La stabilité du cristal joue un rôle essentiel dans la solubilité. C'est la raison pour laquelle, à l'état métastable, les argiles calcinées sont plus réactives qu'à l'état naturel plus stable. En outre, le refroidissement exerce une grande influence sur la stabilité des minéraux ; pour avoir une meilleure réactivité il faut que le refroidissement soit rapide (trempe) dans le but de figer les minéraux à leurs états métastables acquis à la température maximum de calcination.

Selon les structures cristallines des minéraux de base, les impuretés qu'ils engendrent et leurs défauts structuraux, ainsi que la composition minéralogique des pouzzolanes, il est distingué trois classes de résistances mécaniques (32.5, 42.5 et 52.5) liées à leur réactivité chimique (peu réactives, réactives et très réactives) [64].

Selon Chi et ses collaborateurs [66], la calcination après broyage à 250 µm d'une vase de barrage hydraulique à 750°C pendant 5 heures, a permis d'améliorer la résistance mécanique des pâtes de ciments renfermant 30% de ce matériau. Ils ont remarqué que les résistances à la compression après 60 jours de durcissement du ciment à 30% de vase calcinée sont similaires à celle du témoin sans ajout, et qu'à partir de 120 jours ces résistances sont plus grandes. Ceci est dû à l'effet pouzzolanique de ce matériau qui ne peut apparaître qu'à long terme. Les résistances obtenues à 120 jours dépassent les 45 MPa, par contre celles des

ciments refermant un pourcentage supérieur en vase calcinée sont largement basse et ne dépassent pas 20 MPa.

II.5.5.3. Comparaison entre les traitements mécanique et thermique

La comparaison entre les traitements thermique et mécanique des matériaux pour améliorer leur réactivité pouzzolanique a fait l'objet de certaines recherches [67-68, 69]. En outre, le métakaolin obtenu par traitement thermique du kaolin est comparé avec le kaolin amorphe après broyage fin pour connaître la méthode de traitement la plus efficace et la plus économique dans l'amélioration de la réactivité pouzzolanique du matériau [70].

Le métakaolin est un matériau de haute pouzzolanicité composé d'aluminosilicate amorphe réactif et obtenu par traitement thermique du kaolin ou de la kaolinite [71, 72, 68]. La kaolinite possède une structure à deux feuillets, un feuillet d'aluminium en coordination octaédrique relié à un autre feuillet de silicium en coordination tétraédrique. Le traitement thermique modifie la structure de la kaolinite dont le principal changement étant la rupture des liaisons et l'effondrement de la structure argileuse qui forme le métakaolin à des températures comprises entre 600 et 800°C [73, 74]. La réactivité de la kaolinite est régie principalement par les minéraux spécifiques présents dans la matière première et leurs proportions, ainsi que les conditions de leur transformation [75, 76]. Le traitement thermique du kaolin naturel riche en kaolinite produit des particules de grande finesse contenant un nombre réduit de structure amorphe, ce qui permet d'obtenir une pouzzolane active favorable pour des mortiers résistant mécaniquement. Le kaolin naturel renfermant un pourcentage réduit de kaolinite ne présente aucune amélioration de sa réactivité chimique par traitement thermique.

La kaolinite peut être également convertie en kaolin amorphe par broyage [77]. Le traitement mécanique diminue la cristallisation en augmentant l'amorphisation et la surface spécifique du matériau, ce qui améliore la réactivité chimique de ses minéraux [78]. L'activation mécanique du kaolin a un grand effet sur l'amélioration de la résistance mécanique des différents ciments composés de ce matériau [79]. Le traitement mécanique n'augmente pas seulement la surface spécifique du matériau mais aussi sa réactivité pouzzolanique. Avec l'augmentation du temps de broyage la déshydroxylation de la kaolinite et la réactivité pouzzolanique augmentent. La pouzzolane obtenue par traitement mécanique de la kaolinite contenant une forte teneur en quartz a montré de bonnes performances mécaniques au jeune âge par l'effet de l'accélération de l'amorphisation du matériau. Le

kaolin naturel composé d'un pourcentage réduit de kaolinite, peut aussi donner une pouzzolane active par broyage.

Il est donc possible d'obtenir un kaolin amorphe de la kaolinite par traitement thermique ou mécanique en tenant compte que l'indice de la pouzzolanité du kaolin est une fonction de sa composition minéralogique et de son temps de broyage. L'indice de pouzzolanité et la résistance mécanique obtenus par broyage sont comparables à ceux du traitement thermique. Cependant, les mortiers renfermant des ajouts activés mécaniquement sont plus poreux que ceux traités thermiquement [70].

II.6. Origine de l'amélioration de la résistance mécanique des ciments à cendres activées :

Le développement de la résistance à la compression est dû principalement à la formation du gel de C-S-H, qui confère à la pâte de ciment une bonne adhérence. Plus la quantité de ce gel est grande, plus la résistance mécanique de la pâte est meilleure. Dans les ciments composés de pouzzolane, l'augmentation de la formation du gel C-S-H est liée à la réaction pouzzolanique entre la silice active de la pouzzolane et la portlandite produite par l'hydratation des phases des silicates calciques du ciment. La consommation progressive de la portlandite témoigne donc la vitesse de la réaction pouzzolanique et la formation de plus de C-S-H. Le comportement pouzzolanique des cendres peut être amélioré par l'addition d'activateurs chimiques, ce qui augmente la consommation de la portlandite. Néanmoins, d'autres chercheurs [80,31.81] ont déduit que l'effet de l'activateur sur la résistance mécanique n'est pas exclusivement lié à l'amélioration du comportement pouzzolanique des cendres volantes ; certains mélanges « ciment-cendres » peuvent donner, en présence de CaCl_2 , de grandes résistances mécaniques tout en produisant une forte quantité de portlandite.

Ceci est expliqué par la capacité de l'activateur CaCl_2 à former des hydrates en plus de celles produites par les réactions pouzzolaniques. Ces hydrates sont principalement le chloroaluminate de calcium hydraté ($3\text{CaO} \cdot \text{A}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaCl}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), appelé « sel de Friedel », qui se forme dans les matériaux cimentaires hydratés en présence de chlorures [80-82, 31]. Cependant, selon des analyses par calorimétrie (DSC) effectuées sur des ciments hydratés contenant du CaCl_2 , aucune formation du sel de Friedel n'est constatée après 10 et 21 jours de durcissement (absence du pic caractéristique de ce sel sur le diagramme de DSC qui est exothermique entre $310\text{-}380^\circ\text{C}$) [83-84, 31]. De ce fait, l'étude minéralogique est nécessaire

pour clarifier les mécanismes d'hydratation des ciments mélangés de cendres volantes en présence de CaCl_2 .

Ranganath et ses collaborateurs [85] ont montré que les trois activateurs (KOH , K_2SO_4 et CaCl_2) ont une grande influence sur le développement de la résistance mécanique du matériau. Il a été constaté que KOH et K_2SO_4 produisent des effets similaires à celle du CaCl_2 , qui a une influence positive sur la résistance mécanique aux premiers temps de l'hydratation. Cette résistance augmente avec le temps et peut atteindre des valeurs supérieures à celle du ciment témoin pour un ciment composé de 20% de cendres volantes avec 4% de CaCl_2 . Sur la base de la teneur en portlandite formée, Ranganath et ses collaborateurs ont déduit que l'effet des activateurs testés sur l'évolution du processus d'hydratation est lié partiellement à l'amélioration des propriétés pouzzolaniques des cendres volantes.

II.7. Effet du dosage d'activateur et de la composition de l'ajout sur l'activité pouzzolanique :

Il a été constaté par certains chercheurs [86] que la réactivité pouzzolanique des cendres volantes, et par conséquent la résistance mécanique du ciment composé, augmente avec le pourcentage de l'activateur additionné. La composition chimique des cendres influence également sur cette réactivité.

L'addition de petite quantité de Na_2SO_4 et CaCl_2 peut améliorer la réactivité pouzzolanique des cendres volantes en augmentant la résistance mécanique. Ces activateurs ont une influence prédominante sur la résistance au jeune âge, mais à long terme leur influence change selon leurs pourcentages et la nature des cendres volantes utilisées. En générale, la résistance mécanique augmente avec l'augmentation de la quantité de l'activateur ajouté dans le mélange [86]. Les analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont montré que l'addition de Na_2SO_4 forme d'avantage l'ettringite (AFt), par contre CaCl_2 conduit à la formation d'une solution solide de chloroaluminate calcique hydraté ($\text{C}_4\text{AH}_{13} \cdot \text{C}_3\text{A} \cdot \text{CaCl}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) [86].

L'effet du pourcentage de Na_2SO_4 sur la réactivité des cendres volantes renfermant un taux élevé de chaux est plus important que son effet sur les cendres volantes de faible taux de chaux. Cette différence est due à la forte contribution de la proportion d'aluminates réactifs dans les cendres à haute teneur en chaux. A long terme, l'augmentation de la résistance est importante quel que soit le pourcentage (1-5%) de Na_2SO_4 . Cependant, l'amélioration

significative de la résistance mécanique à long terme d'un ciment composé de cendres faiblement calcique n'est possible qu'avec des pourcentages élevés (plus de 3%) de sulfate de sodium.

Le contraire est remarqué dans le cas de l'addition de CaCl_2 [87], dont son effet apparaît mieux dans le cas des cendres de faible taux de chaux. La résistance du ciment composé de ce type de cendres évolue plus rapidement, quel que soit le pourcentage (1-5%) de CaCl_2 , que celle du ciment de cendres fortement calcique qui nécessite des additions élevées d'activateur (plus de 3% de CaCl_2).

Selon Chi et al. [87,88] ont montré que l'activateur chimique peut jouer le rôle d'accélérateur ou de retardateur de durcissement du ciment composé, ce qui est lié à son pouvoir d'activation pouzzolanique de l'ajout composant le ciment. Ceci dépend de la composition chimique de l'ajout pouzzolanique et de la nature et le pourcentage de l'activateur utilisé.

II.8. Contrôle de la réaction pouzzolanique :

II.8.1. Diffusion cinétique et constante de diffusion K :

Selon certains chercheurs [89, 90, 91, 34], la réaction pouzzolanique des cendres volantes dans le mortier de ciment composé est principalement étudiée en utilisant le coefficient K de la loi de Féret. Cette loi stipule que la résistance est proportionnelle à $[c/(c + w + a)]^2$, où c, w, a sont les volumes de ciment, d'eau et de l'air, respectivement. En conséquence, la réaction pouzzolanique serait principalement contrôlée par la cinétique de diffusion, dont la constante de diffusion augmente avec la teneur en eau dans le mortier. La valeur K est utile pour estimer le degré de la réaction pouzzolanique dans le mortier. La relation entre la valeur K et l'indice d'activité pouzzolanique est déduite du test chimique accéléré. Il a été prouvé que la mesure de l'indice d'activité pouzzolanique (API) est l'une des méthodes utiles et accélérées pour évaluer le degré de l'activité pouzzolanique, du fait de la bonne corrélation entre API et la valeur K.

Yamamoto et Kanazu [92-93, 89], ont proposé également l'utilisation de la méthode API pour évaluer le degré de pouzzolanité de l'ajout qui dépend de la quantité de Ca^{2+} consommée dans la suspension du mélange ciment-cendres volantes. Leur hypothèse est basée sur le fait que les ions Na^+ et K^+ du ciment sont mis préférentiellement en solution,

avant de dissoudre la phase amorphe, suivie par la dissolution de Si et Al qui réagissent avec les ions Ca^{2+} dérivés de la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$).

La proposition d'utiliser l'indice d'activité pouzzolanique résulte de la rapidité de l'évaluation appropriée de la propriété pouzzolanique des cendres volantes, dont deux jours d'hydratation sont suffisants pour mesurer la valeur API, toutefois à 28 et 91 jours de durcissement dans le cas de la détermination du degré de l'activité pouzzolanique par l'essai de résistance mécanique sur mortiers. La bonne corrélation entre la valeur K et la valeur API a renforcé le choix de cette méthode.

D'autre part, Yamamoto et ses collaborateurs [89] ont suggéré que la teneur en eau dans le mortier contrôle la vitesse de la réaction pouzzolanique des cendres volantes et de l'hydratation des grains de ciment, et que la réaction pouzzolanique serait essentiellement contrôlée par la cinétique de diffusion qui s'accélère avec l'accroissement de la teneur en eau dans le mortier.

II.8.2. Essai Frattini, chaux saturée et indice d'activité de résistance :

Un certain nombre de méthodes d'essais a été développé pour mesurer l'activité pouzzolanique, ces méthodes sont soit directes soit indirectes. Les méthodes d'essai direct sont basées sur la consommation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ durant le processus de la réaction pouzzolanique, en utilisant les techniques de diffraction des rayons X (DRX) et de l'analyse thermogravimétrique (ATG), ainsi que le titrage chimique. Les essais chimiques englobent le test de Frattini [94-95], le test de chaux saturée [96-97] et le test Chapelle [98]. Les tests indirects impliquent la mesure des propriétés physiques liées à des réactions pouzzolaniques tels que résistance à la compression [99, 100, 94] conductivité électrique [101, 102, 97] ou dégagement de chaleur par calorimétrie à conduction [103, 104].

II.9. La valorisation des argiles calcinée dans les matériaux cimentaires :

L'introduction de métakaolin (résultat de la calcination du kaolin) semble devenir un avantage. Les réactions chimiques qui se développent lors de la fabrication du ciment, libèrent du dioxyde de carbone (CO_2) contribuant ainsi à l'augmentation de l'effet de serre alors que les transformations minéralogiques régissant la déshydroxylation de kaolin génèrent uniquement de la vapeur d'eau.

De plus, le métakaolin n'entre pas en compétition avec le ciment. Il le complète et l'améliore plus qu'il le remplace. En effet, l'incorporation de métakaolin en substitution d'une

partie du ciment est intéressante car il permet d'améliorer plusieurs propriétés (durabilité, résistance, propriétés de transfert...) des mortiers et bétons. Pour cela, le métakaolin devient un candidat potentiel [106].

II.10. Conclusion :

L'utilisation des additions minérales, comme substitutions au ciment, aussi bien sur les chantiers que dans les bétons prêts à l'emploi est une pratique n'est pas encore bien définie et maîtrisée, c'est pourquoi, il nous a paru important d'étudier et d'évaluer l'influence de ces additions, comme substitutions au ciment, sur les propriétés des mortiers et des bétons durcis. L'addition minérale utilisée est l'argile brute et l'argile calcinée qui se trouve en quantité considérable dans l'Algérie et qui nécessite de trouver des utilisations autres que dans la fabrication du ciment.

Chapitre III :

Caractérisation des matériaux

III.1. Introduction :

Dans ce chapitre on présente les différents matériaux utilisés ; ainsi que leurs Caractéristiques, entrant dans la composition des mortiers à confectionner et cela par des essais au laboratoire, ces matériaux sont purement locaux.

III.2. Les matériaux utilisés :

- ❖ Sable
- ❖ Eau de gâchage (eau de robinet).
- ❖ L'ajout : argile brute et argile calcinée
- ❖ Le ciment al esses (CEM I 42.5 N-LHN SR5)

III.2.1. Le sable :

Le sable utilise est un sable naturel, provenant de la wilaya de Tiaret « Geultta ».

III.2.1.1 Masse volumique :

a. La masse volumique spécifique (absolue) :

C'est la masse d'un corps par unité de volume absolu de matière pleine (volume de matière seule, pores l'intérieur des grains exclus), après passage à l'étuve à 105°C, notée et exprimée en (g/cm^3 , kg/m^3).



Figure III.1. Matériel pour déterminer la masse volumique

➤ **Bute de l'essai :**

Mesurer la masse volumique absolue d'un gravier et d'un sable de carrière et la comparer avec la valeur théorique donnée.

➤ **Mode opératoire :**

- On remplir une éprouvette graduée avec un volume V_1 d'eau.
- On pèse un échantillon sec m de sable et l'introduire l'éprouvette en prenant soin d'éliminer toutes les bulles d'air. En suit on lit le nouveau volume V_2 .
- Calculer la masse volumique absolue : $=M / V_2 - V_1$.
- Refaire la mesure 2 fois.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau III.1. Résultats de la masse volumique absolue « sable »

Masse volumique	Mesures	Essai 1	Essai 2
Absolue	Volume d'eau V_1 (ml)	500	550
	Masse de l'échantillon M_1 (g)	400	400
	Volume d'échantillon V_2 (ml)	640	700
	Masse volumique absolu M/V_{aps} (kg/cm^3)	2850	2660
		2755	



Figure III.2. La masse volumique absolue

- ❖ **M** : masse de sable.
- ❖ **V1** : volume d'eau.
- ❖ **V2** : volume d'eau+ sable.

b. La masse volumique apparente :(NFP 94-064)

C'est la masse du matériau par unité de volume y compris des vides existant entrées grains.

➤ **But de l'essai:**

Déterminer les masses volumiques apparentes du matériau, c'est - à - dire sa densité à l'état naturel (en présence des pores).

➤ **Mode opératoire:**

- ❖ On pèse le récipient vide **M1**.
- ❖ Remplir le récipient de sable à une distance de 10 à 15 cm.
- ❖ Une fois le récipient est rempli ,on nivelle la surface du sable et on pèse le tout. Soit **M2** ce poids.
- ❖ Volume de récipient **Vr =1000cm³**.

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

$$\rho_{app} = (M2 - M1) / V$$

Les résultats obtenus sont classés dans le tableau suivant:

Tableau.III.2.Masse volumique apparente du sable

N° d'essai	M1 (g)	M2 (g)	ρ_{app} (g/cm ³)	ρ_{app} moy (g/cm ³)
1	455	1824	1.369	1.367
2	455	1820	1.365	



Figure III.3. La masse volumique apparente (labo de génie civil).

III.2.1.2 Equivalent de sable :

➤ **Le but d'essai:**

Ce test vise à isoler les fines particules présentes dans le sol des éléments sableux Rugueux. La procédure standard permet de spécifier un coefficient équivalent de Sable Qui en détermine la propreté.

➤ **Mode opératoire :**

- ❖ Tamise une quantité de sable (masse supérieure à 500g).
- ❖ Prendre un pesé de 120 g.
- ❖ Remplir l'éprouvette de solution la vente jusqu'au premier repère (10cm).

- ❖ A l'aide de l'entonnoir verser la prise d'essai (120g) dans l'éprouvette et la percuter fortement à plusieurs reprises avec la paume de la main afin de chasser toutes les bulles d'air et favoriser le mouillage de l'échantillon.
- ❖ Laisser reposer pendant 10 minutes.
- ❖ Fermer l'éprouvette à l'aide du bouchon en caoutchouc et lui imprimer 90 cycles de 20 cm de courses horizontales en 30 secondes à la main à l'aide d'un agitateur mécanique.
- ❖ Retirer ensuite le bouchon, le rincer avec la solution lavante au-dessus de l'éprouvette, puis rincer ensuite les parois de celle-ci.



Figure III.4. Agitateur mécanique à LTPS (Laboratoire Travaux Publics Tiaret)

- ❖ Faire descendre le tube laveur dans l'éprouvette, le rouler entre le pouce et l'index en faisant tourner lentement le tube, l'éprouvette et en imprimant en même temps au tube un léger piquage. Cette opération a pour but de laver le sable et de faire monter les éléments fins et argileux. Effectuer cette opération jusqu'à ce que la solution lavante atteigne le 2^{ème} repère. Laisser ensuite reposer pendant 20 minutes.



Figure III.5. Repos de 20min pour les éprouvettes

➤ **Equivalent de sable visuel(ESV) :**

- ❖ Après 20 minutes de dépôt de sable, lire la hauteur h_1 du niveau supérieure du flocculant jusqu'au fond de l'éprouvette à l'aide d'une règlette.
- ❖ Mesurer également avec la règle la hauteur h_2 comprise entre le niveau supérieur de la partie sédimentaire et le fond de l'éprouvette.

$$ESV = \frac{h_2}{h_1} \times 100\%$$

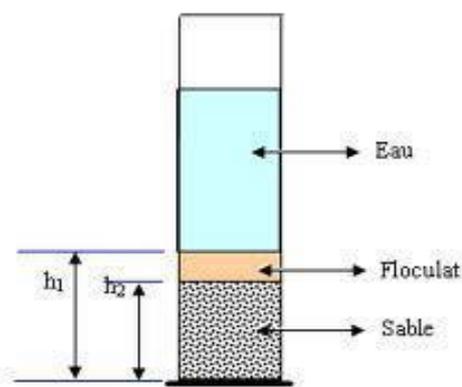


Figure. III.6. Essai d'équivalent de sable

➤ **Equivalent de sable visuel(ESP) :**

- ❖ Introduire le piston dans l'éprouvette et laisser descendre doucement jusqu'à ce qu'il repose sur le sédiment. A cet instant bloquer le manchon du piston et sortir celui-ci de l'éprouvette.

- ❖ Introduire le réglet dans l'encoche du piston jusqu'à ce que le zéro vienne buter contre la face intérieure de la tête du piston .Soit h_2 la hauteur lue et correspondant à la hauteur de la partie sédimentée.

$$ESP = h'2/h1$$



Figure III.7. Equivalent de sable piston (ESP)

Tableau III. 3. Equivalent de sable de Geultat TIARET

	Ech1	Ech2
Mesurer h_1	21	22
Mesurer h_2	6.7	5.3
Mesurer h'_2	10.5	10.5
ES _(PISTON)	Es ₁ = 30.35	Es ₂ = 24.09
ES moyen _(PISTON)		28
ES (VISUEL)	Es ₁ = 50	Es ₂ = 47.72
ES moyen _(VISUEL)		49

Tableau III.4 .Valeur Préconisée pour L'équivalent de Sable.

E.S.V	Nature Et Qualité Du Sable
$E_{sv} < 65$	sable argileux; à rejeter pour des bétons de qualité
$65 \leq E_{sv} < 75$	sable légèrement argileux; admissible pour des bétons de qualité courante
$75 \leq E_{sv} < 85$	sable propre à faible pourcentage de fines argileuses; convenant parfaitement pour des bétons de qualité.
$E_{sv} \geq 85$	sable très propre: absence presque totale de fines argileuses

III.2.1.3.Essai au bleu de méthylène :

L'essai consiste à mesurer par dosage la quantité de bleu de méthylène prouvent être adsorbée par le matériau mis en suspension dans l'eau .c cette quantité est rapportée par proportionnalité direct à la fraction 0/50 mm du sol.la valeur de bleu du sol est directement liée à la surface spécifique des particules constituant le sol ou le matériau rocheux.

Le dosage s'effectue en ajoutant successivement différentes quantités de bleu de méthylène et en contrôlant l'adsorption après chaque ajout. Pour ce faire on prélève une goutte de la suspension que l'on dépose sur un papier filtre ce qui provoque la création d'une tache.

L'adsorption maximale est atteinte lorsqu'une auréole bleu clair persistante apparaît à la périphérie de la tâche.

$$VBS = (v / q) .$$

V : Volume de bleu négatif en ml.

q : La masse qui est passé d'un tamis de 0,08 mm (échantillons de 300 g).

Tableau III.5. Résultats de l'essai au bleu de méthylène

ECH N°	Nature	Masse de refus	W %	q (g)	V(m)	VB
1	Naturelle	284.14	/	15.86	25	1.58

$1.5 \leq VBS < 2.5$ Sol sablo argileux peu plastique



Figure III.8. Essai au bleu de méthylène

III.2.1.4. Essai d'analyse granulométrique :

L'essai consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série des tamis, emboîtées les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis.

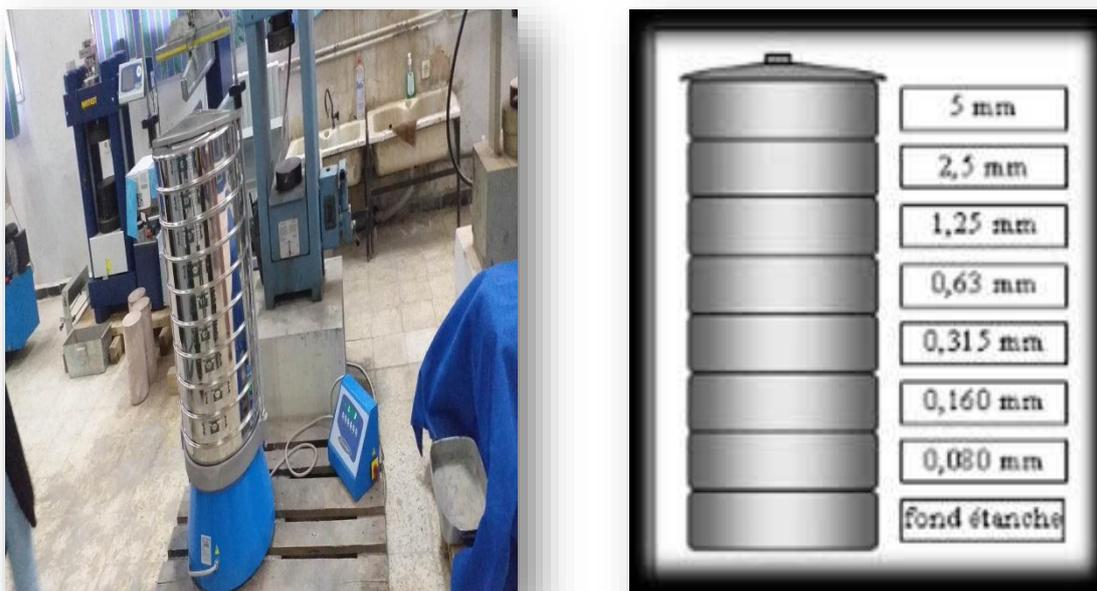


Figure III.9. Matériel d'analyse granulométrique.

Tableau III.6. Résultats de l'analyse granulométrique de « sable »

Ouverture des Tamis	Refus (g)	Refus (g)	Refus cumulés (%)	Tamisât Cumulés (%)
3.15	0	0	0	100
2.5	0	0	0	100
2	0	0	0	100
1.6	1	1	0.033	99.967
1	2	3	0.1	99.9
0.63	5	8	0.27	99.73
0.315	2250	2258	7.52	92.48
0.2	323	2581	86.03	13.97
0.080	364	2945	98.16	1.84
Fond	20	2965	98.83	1.17

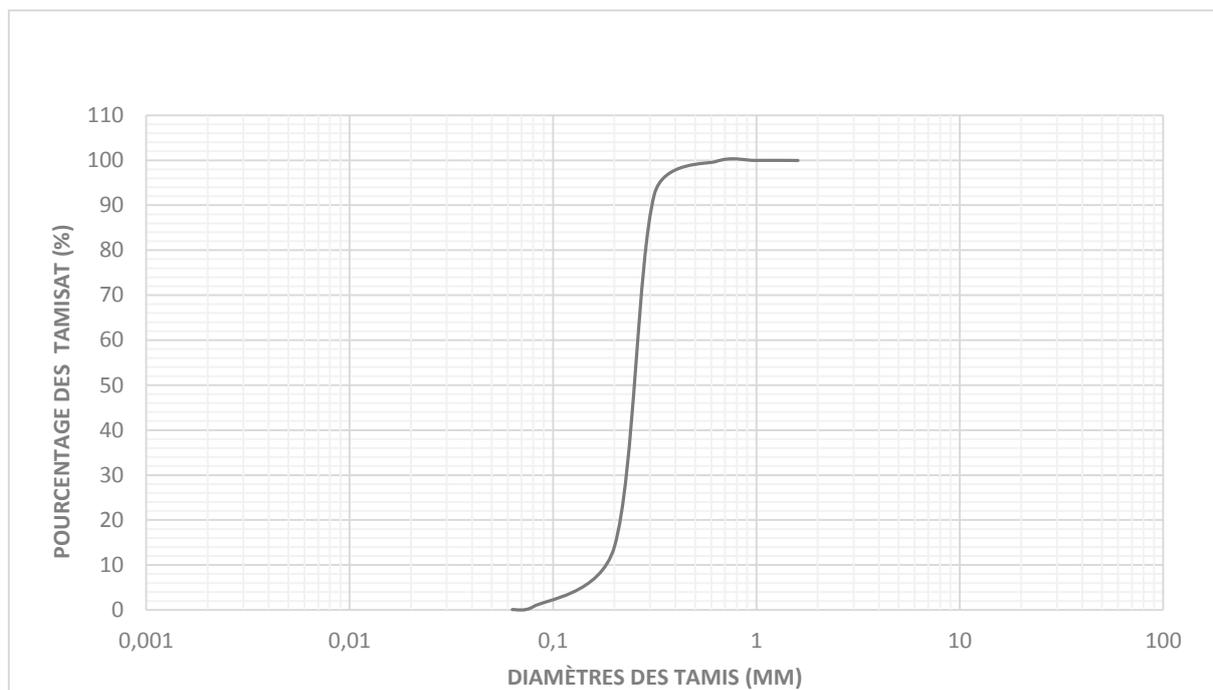


Figure III.10. Analyse granulométrique du sable

III.2.2. Le ciment :

III.2.2.1. Ciment Al esses :

AL ESSES est un ciment classé SR5 (Résistant aux surfaces) tel que défini dans la norme algérienne NA 442 : 2013 ainsi que la norme européenne EN 197-1 : 2012. AL ESSES convient parfaitement pour les ouvrages en contact avec des milieux agressifs (eaux, sol, air...) ainsi que ceux nécessitant une basse chaleur d'hydratation (ouvrages massifs) offrant ainsi une durabilité accrue. Al Esses est un produit 100% algérien fabriqué exclusivement dans l'usine Amouda ciment à El Beydha.



Figure III.11. Le sac de ciment Al esses

III.2.2.2 Composition chimique et minéralogique du ciment CEM I 42,5:

La composition chimique et minéralogique du CEM I 42,5 N-LH SR5 utilisé pour la confection des bétons sont résumés, qui sont élaborés à la base de la fiche technique fournie par le laboratoire de l'usine "AMODA", en Annexe 03.

Tableau III.7. Composition chimique du ciment CEM I 42,5 N-LH SR5 utilisé :

Éléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl	PAF (NA235)	CaOL	Résidus insolubles
Teneur %	21.45	5	5	64	1.25	0.4	0.05	2	<0.5	3.5	0.9	<5

Tableau III.8. Composition minéralogique du ciment CEM I 42,5 N-LH SR5 utilisé :

Éléments	C3S	C2S	C3A	C4AF
%	59	16	4.5	12

III.2.2.3. Essais de Prise du ciment :

L'essai de prise du ciment est un essai en laboratoire qui consiste à déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre in situ des mortiers et des bétons.

La présence de régulateur de prise dans la masse des liants hydrauliques offre à ces derniers, après gâchage, une prise qui commence après une période bien déterminée. Il est donc nécessaire de connaître la phase de début de prise des liants hydrauliques en vue de déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre des mortiers et des bétons dont ils sont confectionnés. Les essais se font à l'aide de l'appareil de Vicat qui donne deux repères pratiques : le début de prise et la fin de prise.



Figure III.12. Appareil de Vicat

➤ Conduite de l'essai

- ❖ Peser 500 g de ciment 125 g d'eau
- ❖ Verser l'eau dans le récipient du malaxeur puis ajouter le ciment en un temps compris entre 5 et 10. La fin du versement du ciment donne le temps 0 ;
- ❖ Ajouter 500 g de ciment à l'eau, en un temps compris entre 5 et 10 s. La fin du versement du ciment donne le temps 0 ;
- ❖ Mettre immédiatement le malaxeur en marche à vitesse lente pendant 90 s ;
- ❖ Arrêter le mouvement, démonter le batteur et récipient, racler les parois du récipient puis remonter le tout en une durée d'environ 15 s ;

- ❖ Remettre le malaxeur en marche pour une durée de 90 s à vitesse lente ;
- ❖ Remplir le moule tronconique de la pâte fabriquée et araser la face supérieure ;
- ❖ Remplir le moule tronconique de la pâte fabriquée et araser la face supérieure ;
- ❖ Placer le moule et son support sur le socle de l'appareil
- ❖ Immobiliser la sonde au contact de la pâte ;
- ❖ Régler l'index des graduations au point 0 Libérer la partie mobile sans vitesse initiale.
- ❖ La sonde s'enfoncera plus ou moins profondément dans la pâte alors dans la pâte.
- ❖ Noter l'indication de l'index sur la graduation après immobilisation de la partie mobile si l'épaisseur mesurer est supérieure à 7 mm ; il n'y a pas assez d'eau si l'épaisseur mesurer est inférieure à 5 mm ; il y a trop d'eau la pâte sera de consistance normalisée si l'épaisseur $d = 6 \text{ mm} \pm 1$, Essais de prise

Tableau III.9. Les résultats d'essais de prise

	Masse de ciment(g)	Masse d'eau (g)	d
1 essai	500	140	27
2 essais	500	135	10
3 essais	500	130	5

➤ **Mesure de la Surface Spécifique de Blaine (SSB) des ciments**

La finesse de mouture de la poudre de ciment est mesurée à l'aide de la Perméabilité mètre de Blaine. Sa description complète et son principe de fonctionnement sont données par la norme EN 196-6.



Figure III.13. Appareil de Blaine (SSB)

❖ **Résultat :**

$t = 66,72$

$T = 22,2^{\circ}\text{C}$

$S_m(\text{ciment}) = 2164 \text{ cm}^2/\text{g} = 0,2164 \text{ m}^2/\text{g}$ (SM est la surface spécifique des grains solide du ciment)

❖ **Résultat :**

$t = 18,45$

$T = 22,0^{\circ}\text{C}$

$S_m(\text{argile}) = 2164 \text{ cm}^2/\text{g} = 0,2164 \text{ m}^2/\text{g}$ (SM est la surface spécifique des grains solide du ciment)

III.2.3. L'eau de gâchage :

Nous avons utilisés pour le gâchage de nos différents types de bétons, l'eau du robinet disponible au niveau du laboratoire pédagogique de génie civil.

III.2.4. Les ajouts

III.2.4.1. Argile brut

Ces argiles proviennent de la briqueterie de Frenda (Briqueterie Sarl Boumerdés à Tiaret). Ils ont été concassés manuellement au niveau du laboratoire de génie civil Université de Tiaret, puis broyés jusqu'à la fraction granulaire inférieure à $80\mu\text{m}$.

➤ **La composition chimique**

La composition chimique des argiles a été étudiée sur 10 échantillons.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant :

Tableau III.10. La composition chimique des argiles

Ech	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	PAF
T1.1	59.05	17.69	0.29	2.38	0.67	5.56	4.01	0.07	0.96	9.24
T1.2	52.80	16.39	0.51	2.14	0.62	11.65	3.91	0.10	0.86	10.12
T2.1	57.75	18.14	0.24	2.37	0.57	6.01	4.20	0.07	0.93	9.18
T2.2	56.16	18.34	0.25	2.60	0.56	6.60	4.32	0.07	0.96	9.73
T3.1	56.68	18.25	0.35	2.74	0.60	6.45	4.41	0.08	0.96	9.73
T3.2	51.25	16.03	0.36	2.42	0.56	14.37	3.95	0.12	0.87	10.37
T4.1	58.59	18.12	0.33	2.28	0.60	5.99	4.29	0.04	0.96	7.88
T4.2	61.72	17.21	0.28	2.32	0.55	5.75	4.26	0.05	0.94	6.92
T5.1	61.04	17.20	0.24	2.02	0.42	5.25	4.45	0.05	0.96	8.23
T5.2	59.94	18.23	0.32	2.19	0.49	5.58	4.54	0.07	0.97	6.96



Figure III.14. Argile brut

III.2.4.2. Argile calcinée :

Nous avons traité 1000g d'argile à 800° C à l'aide d'un four à l'Université de « Tissemsilt » pour obtenir une argile calcinée.



Figure III.15. Argile calcinée

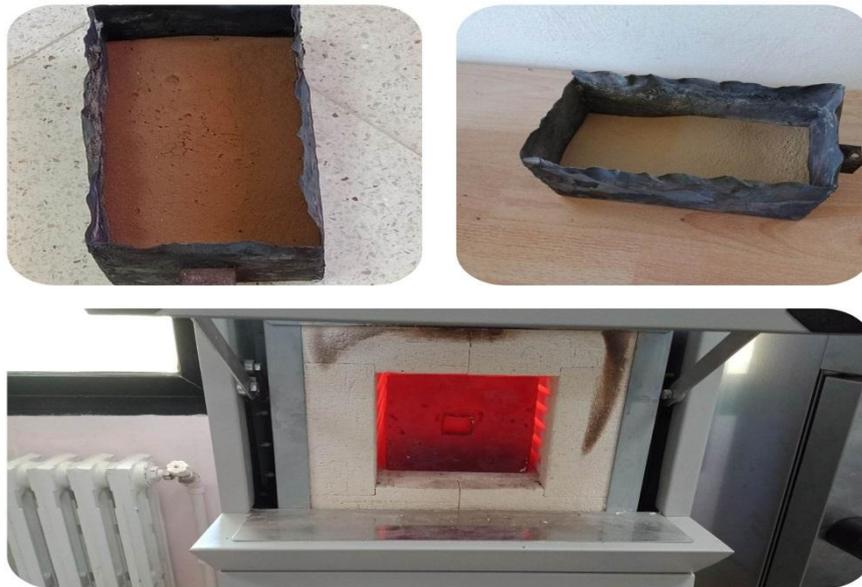


Figure III.16. La calcination de l'argile

III.2.4.3 L'analyse minéralogique DRX :

La diffraction des rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux. Cette méthode permet également de réaliser des analyses quantitatives ou semi-quantitatives.

L'analyse des échantillons a été réalisée au laboratoire de synthèse et catalyse TIARET. L'appareil utilisé est un diffractomètre RIGAKU équipé d'une anticathode au cobalt et d'un monochromateur arrière et couplé à un système informatique qui permet l'exploitation automatique des résultats.

Les analyses minéralogiques ont été menées sur poudres (passant à 80 μm). Pour chaque échantillon, l'analyse était menée sur la face externe, qui était ensuite abrasée sur une épaisseur de quelques dizaines de micromètres. La surface ainsi découverte était alors soumise à l'analyse.



Figure III.17. Le Diffractomètre (Laboratoire de synthèse et catalyse TIARET)

❖ Résultat

La composition du matériau brute ainsi que celui traité thermiquement à 800°C a été obtenue par analyse par diffraction des rayons X (XRD) (Figure III.18). Les matériaux sont composés de quartz comme phase cristalline majeure et de quelques traces d'illite, d'halloysite, de kaolinite, d'anatase, rutile et de zincite comme impuretés.

Les pics dans le diffractogramme de l'échantillon calciné sont relativement plus nets et plus intenses en raison de la forte cristallisation de la silice. Le quartz étant de la silice cristalline est structurellement stable après le processus de calcination. Des travaux antérieurs ont montré que la silice cristalline est inerte au traitement de calcination même à 1050°C.

(Edomwonyi-Otu, L, et al. 2013 Influence of Thermal Treatment on Kankara Kaolinite. Opticon 1826 15: 5, pp. 1-5, DOI: <http://dx.doi.org/10.5334/opt.bc>).

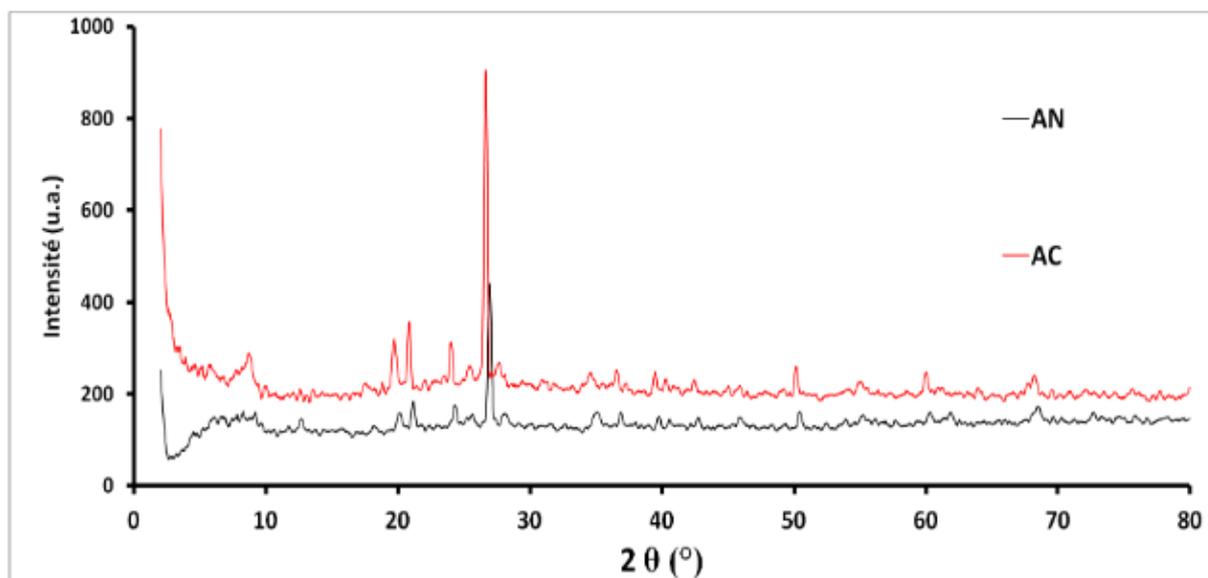


Figure III.18. Le diffractogramme de l'échantillon calciné et brute

III.3. Composition du mortier :

III.3.1 Caractérisation des différents mortiers à l'état frais :

III. 3.1.1. Mortiers ordinaires témoins :

Nous avons confectionné un mortier de référence (sans additions) dont la composition est inspirée de celle du mortier normal défini par la norme EN 196-1.

Tableau III.11. Les compositions retenues sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Mortiers	Ciment (g)	Sable (g)	E/C	Eau (ml)
MTC	450	1350	/	330

III.3.1.2 Mortiers à base d'argile brute :

La deuxième étape, consiste à remplacer ou bien de substituer une quantité de ciment par une quantité d'argile selon les pourcentages suivants (5%, 10%,15% et 20%). Les mortiers fabriqués dans cette étape seront nommés par : M .5%, M.10%, M.15% et M.20%

Les compositions massiques retenues sont résumées dans les tableaux III.12.ci-dessous :

Tableau III.12. Compositions massiques des mortiers à divers pourcentages d'argile.

Mortiers	Ciment (g)	Sable (g)	Argile (g)	E/C	Eau (ml)
M.5%	427.5	1350	5% =22.5	/	330
M.10%	405	1350	10% =45	/	330
M.15%	382.5	1350	15% =67.5	/	330
M.20%	360	1350	20% =90	/	330

III.3.1.3 Mortiers à base d'argile calcinée (800C°) :

La troisième étape consiste à remplacer une masse de ciment par un mélange d'argile calcinée avec des masses égales. Les pourcentages retenus sont les suivants (5%, 10%,15% et 20%) en utilisant le ciment (CEM I 42,5 N-LH SR5). Les mortiers fabriqués dans cette étape seront nommés par : MC.5%, MC.10%, MC.15% et MC.20%.

Les compositions massiques retenues sont résumées dans les tableaux ci-dessous : La lettre M désigne le mortier et la lettre C désigne la calcinée.

Tableau III.13. Compositions massiques des mortiers à divers pourcentages d'argile calcinée

Mortiers	Ciment	Sable	Argile calcinée (g)	E/C	Eau
Mc5%,	427.5	1350	5%=22.5	/	330
MC10%,	405	1350	10%=45	/	330
MC15%	382.5	1350	15%=67.5	/	330
MC20%	360	1350	20%=90	/	330

III.4. Préparation du mortier :

➤ Préparation du mortier :

Ce mortier est réalisé conformément à la norme (EN196-1).

- ❖ Les proportions en masse doivent être les suivantes : une partie de ciment ; trois parties de sable Préparé et une demi partie d'eau (rapport eau/ciment=0.50).
- ❖ Un gâchage pour trois éprouvettes doit être constituée de (450 ± 2) g de ciment. (1350 ± 5) g de sable et (330 ± 1) g d'eau.

a. Malaxage du mortier

- ❖ On Pesse le ciment et l'eau au moyen de la balance. Lorsque l'eau est mesurée en volume. Elle doit être introduite avec une précision de ± 1 ml.
- ❖ On malaxe chaque gâchage de mortier mécaniquement au moyen du malaxeur.
- ❖ Le chronométrage des déférentes étapes du malaxage s'inscrit entre les moments de lamies en marche et de l'arrêt du malaxeur et il doit être respecté à ± 2 s.
- ❖ Le mode opératoire de malaxage doit être le suivant :
 1. introduire l'eau et le ciment dans le récipient. En prenant soin d'éviter toute perte d'eau ou de ciment.
 2. dès que l'eau et le ciment entre en contact. On mettre immédiatement le malaxeur en marche à petite vitesse tout en lance le chronométrage des étapes du malaxage de plus.

Enregistrer le temps de démarrage a la minute près. Comme étant le temps zéro ; après 30s de malaxage, introduire régulièrement tout le sable pendant les 30seconde suivant.

Dans le cas de la préparation des trois éprouvettes 4 x 4 x 16, les quantités sont respectivement les suivantes :



Figure III.19. Matériels utilisé de malaxage

b. Préparation d'éprouvette

Les éprouvettes doivent être de forme prismatique et mesurer (40x40x160) mm.



Fig. III.20. Préparation d'éprouvette (Labo de génie civil TIARET)

c. Moulage des éprouvettes :

Nous avons moulé l'éprouvette immédiatement après la préparation du mortier. Le moule et la hausse étant solidement sur la table à chocs.

- ❖ Préparer les moules des dimensions 40x40x160mm convenables, avec la quantité du mortier.
- ❖ Huiler les moules et vérifier leurs serrages.
- ❖ Placer les moules sur une table vibrante.
- ❖ Remplir les moules par le mortier, l'exécuter en deux couches.
- ❖ Compacter le mortier à l'aide d'une table chocs. Il faut qu'elle soit bien arasée à l'aide d'une règle métallique et placée lentement sur la face du moule.
- ❖ Conserver les moules dans l'humidité jusqu'au démoulage.
- ❖ Démouler les moules après 48 heures de leur confection Conservation des éprouvettes.



Figure III.21. Malaxage et préparation des moules.

d. Conservation des éprouvettes :

Après 24 h de la confection des éprouvettes et après le décoffrage on les conserve dans l'eau. Le temps de conservation dans l'eau 14 jours et 28 jours.

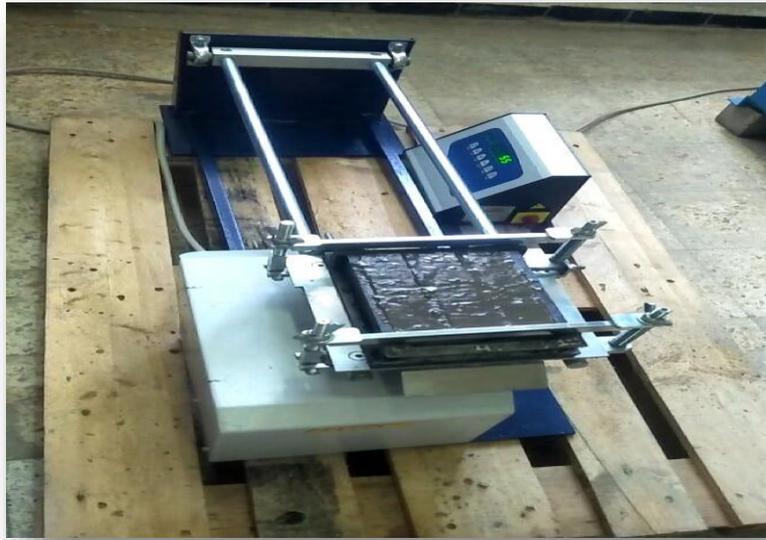


Figure III.22. Agitateur d'éprouvettes (table à choc). (Labo de génie civil TIARET)

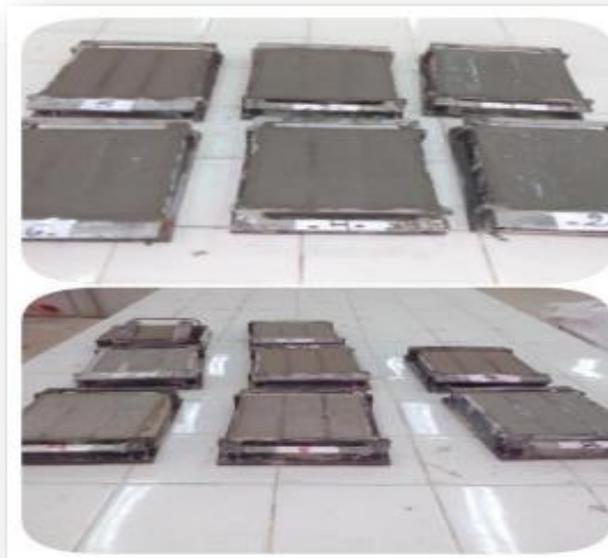


Figure III.23. Éprouvettes après le moulage (4*4*16) cm³



Figure III.24. Démoulage et conservation des éprouvettes dans l'eau.

III.5. Caractéristiques mécaniques des éprouvettes :

Pour la détermination de la résistance à la flexion, on utilise la méthode de la charge concentrée à mi portée au moyen du dispositif de flexion normalisé. Les demi-prismes obtenus dans l'essai de flexion doivent être soumis à une force de compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40 mm x 40 mm.

III.5.1. Résistance à la traction par flexion :

La machine utilisée est la machine de flexion trois points (deux appuis et un une force concentrée au milieu).

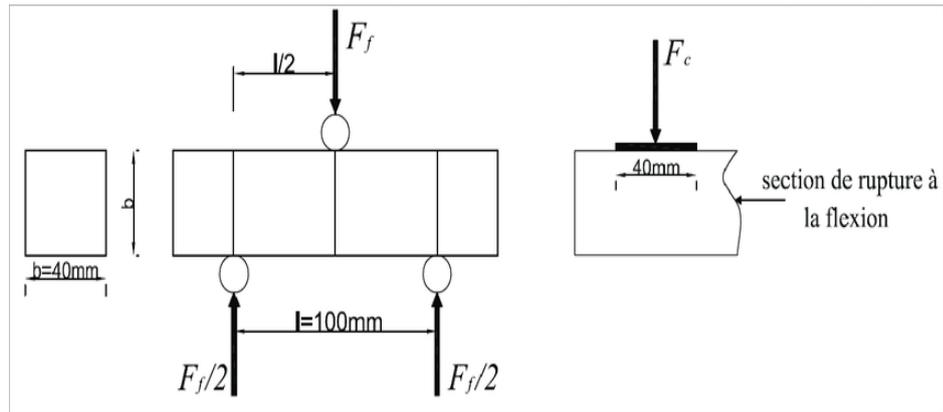


Figure III.25. Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion.

- ❖ Si P est la charge de rupture de l'éprouvette en flexion, le moment de rupture vaut $P l / 4$ et la contrainte de traction correspondante sur la face inférieure de l'éprouvette.

R_f (en N/mm^2) est calculée au moyen de la formule :

$$R_f = 1.5 * P * l / b^3$$

D'où : R_f : est la résistance en flexion, en newtons par millimètre carré ou en MPa.

b : est le côté de la section carrée du prisme, en millimètres.

P : est la charge appliquée au milieu du prisme à la rupture, en newtons.

L : est la distance entre les appuis, en millimètres La machine utilisée est la machine de flexion trois points (deux appuis et un une force concentrée au milieu).



Figure III.26. Machine de flexion

III.5.2. Résistance à la compression :

Les éprouvettes récupérées après essai de flexion sont sujets encore fois à un autre essai de compression. Centrer chaque demi-prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine à ± 0.5 mm en utilisant le dispositif comportant la surface d'application de $4 \times 4 \text{ cm}^2$ puis la charge sera appliqué en augmentation avec une vitesse providence jusqu'à la rupture.

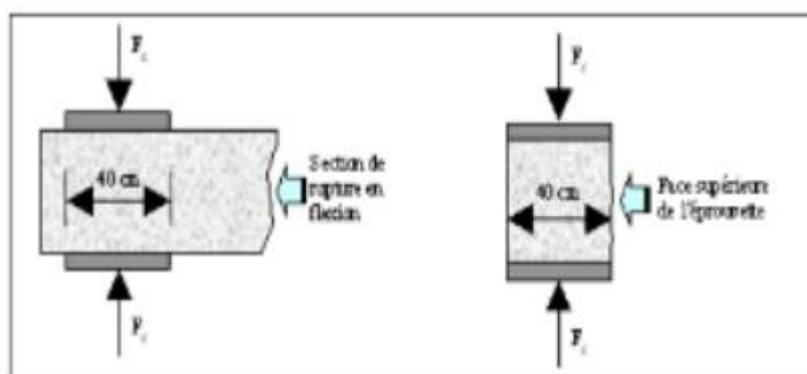


Figure III.27. Schéma type de l'essai de compression

- ❖ La machine utilisée est la machine de compression, conforme à la norme EN 12390-4 avec un dispositif de surface $4 \times 4 \text{ cm}^2$.



Figure III.28. Essai de compression.

La résistance en compression RC (en N/mm^2) est calculée au moyen de la formule :

$$RC = Fc / b^2$$

Avec :

RC : Résistance à la compression en (MPa).

FC : Charge de rupture en (N).

b : Côte de l'éprouvette est égale à 40mm

III.6. Conclusion :

Les essais d'identification présentés ci-dessus nous a permis de juger la qualité des matériaux choisis pour la réalisation de ce mémoire. La connaissance de différentes caractéristiques principales des matériaux nous facilite le choix des dosages pour pouvoir fabriquer un mortier de qualité et nous aident par la suite et d'une façon significative de commenter et d'argumenter les résultats des essais mécaniques.

Chapitre IV :

Interprétation des résultats

IV.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude, l'analyse et l'interprétation des résultats expérimentaux obtenus durant le programme expérimental. Les résultats obtenus nous permettront de savoir et de juger le comportement des mortiers composés de différents pourcentages d'argile brute et d'argile calcinée. Pour donner une meilleure lisibilité aux résultats, ces derniers seront présentés dans des tableaux et par des histogrammes. Une conclusion sera exploitée à la fin de ce chapitre.

IV.2 Résultats

Après une conservation des éprouvettes sous l'eau pendant de 7 et 28 jours (figure IV.1), nous avons procédé à faire des essais de traction par flexion et des essais de compression.



Figure IV. 1. Éprouvettes conservées pendant 28 jours.

IV.2.1. Mortier ordinaire et Mortier à base d'argile brute après 7 et 28 jours :

Les résultats des essais de flexion et de compression sur les mortiers ordinaire et les mortiers à base d'argile brut calcinée après 7 et 28 jours Les mortiers fabriqués dans cette étape seront nommés par :

- M.O : Mortiers Ordinaire.
- M.A : Mortiers à base d'Argile brut.
- M.C : Mortiers à base d'argile Calcinée.

Les tableaux IV.1. et IV.2. représente les résultats de l'essai de résistance de traction par flexion de trois point a 7 jours de mortier avec argile brut et calciné réaliser au niveau de laboratoire de génie civil (MDC).

Tableau IV.1. Résistance de traction du mortier (argile brut) par flexion (7j)

	M.O		M .A (5%)		M .A (10%)		M .A (15%)		M .A (20%)	
	F _(KN)	R _(MPa)								
1	1.2	0.75	0.900	0.55	0.850	0.525	1.10	0.70	0.550	0.431
2	1.2	0.75	0.750	0.485	0.850	0.525	1.250	0.775	0.800	0.50
3	1.15	0.725	0.850	0.525	0.850	0.525	1.150	0.725	0.825	0.512
Moy		0.74		0.52		0.53		0.73		0.48

Tableau IV.2. Résistance de traction du mortier (argile calciné) par flexion calciné (7j)

	M .C (5%)		M .C (10%)		M .C (15%)		M .C (20%)	
	F _(N)	R _(MPa)						
1	1100	0.70	1150	.0725	1200	.075	1250	.0725
2	1200	0.75	1350	.085	1350	.085	1075	.068
3	1050	.065	1200	.075	1200	.075	1025	.0625
Moy		0.7		0.78		0.78		0.68

-La Figure V.2 et illustre les résistances de traction par flexion a trois points en Mpa à 7 jours, des mortiers de ciments composés de (0% ,5%, 10%, 15%, 20%) de l'argile brut et calciné.

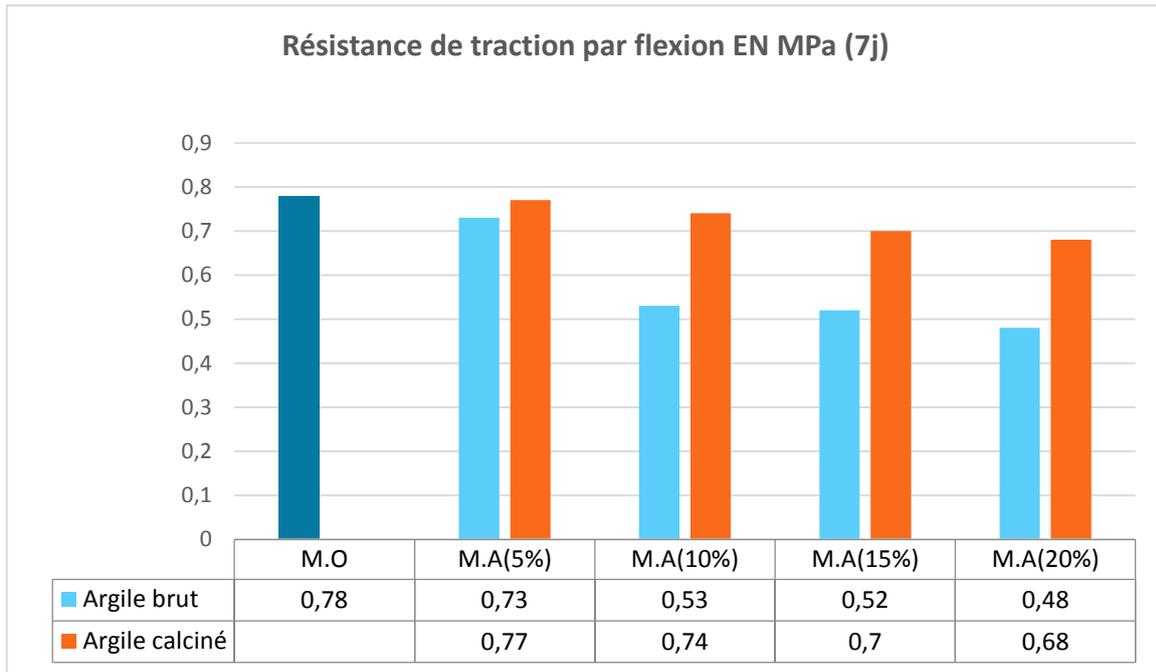


Figure IV. 2. Effet de l’argile brut et calciné sur la résistance à la traction

Selon les résultats présentés dans la figure IV.2. Il est constaté que l’addition de l’argile à l’état brut conduit à une diminution de la résistance mécanique du mortier, par comparaison au témoin.

La calcination de l’argile permet d’améliorer la résistance à la traction du mortier qu’il renferme, notamment à 7 jours dont la valeur enregistrée est similaire à celle des ciments témoins.

La calcination à 800°C de cette argile a donné un effet sur le développement de son activité pouzzolanique.

-Les tableaux IV.3. et IV.4. Représentent les résultats de l’essai de résistance de compression à 7 jours de mortier avec argile brut et calciné réalisés au niveau de laboratoire de génie civil (MDC).

Tableau IV.3. Résistance de compression du mortier avec argile brute (7j)

	M.O		M.A (5%)		M.A (10%)		M.A (15%)		M.A (20%)	
	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)
1	14.653	23.445	9.471	15.154	13.581	21.730	16.753	26.805	12.554	20.086
	11.928	19.085	11.079	17.727	11.749	18.799	16.351	26.162	11.883	19.014
2	16.574	26.519	10.811	17.298	12.464	19.943	12.554	20.086	10.588	16.941
	14.162	22.659	10.320	16.512	11.437	18.299	15.904	25.447	10.320	16.512
3	13.581	21.730	12.286	19.657	12.777	20.443	17.200	27.520	12.732	20.372
	16.776	27.162	11.124	17.798	13.313	21.301	11.600	18.662	12.464	19.943
Moy	14.61		10.85		12.55		15.06		11.75	

Tableau IV.4. Résistance de compression avec argile calcinée (7j)

	M.C (5%)		M.C (10%)		M.C (15%)		M.C (20%)	
	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)
1	10.454	16.726	12.062	19.299	13.268	21.229	13.134	21.015
	11.303	18.084	14.609	23.374	12.598	20.157	12.598	20.157
2	14.028	22.445	15.994	25.590	12.107	19.371	12.107	19.371
	15.055	24.089	13.939	22.302	14.832	23.731	13.715	21.944
3	13.492	21.587	12.196	19.514	12.688	20.300	13.313	21.301
	11.660	18.656	17.423	27.877	13.090	20.944	13.313	21.301
Moy	12.67		14.37		13.10		13.03	

-La Figures IV.3. Illustre les résistances à la compression en Mpa à 7 jours, des mortiers de ciments composés de (0% ,5%, 10%, 15%, 20%) de l'argile brut et calcinée.

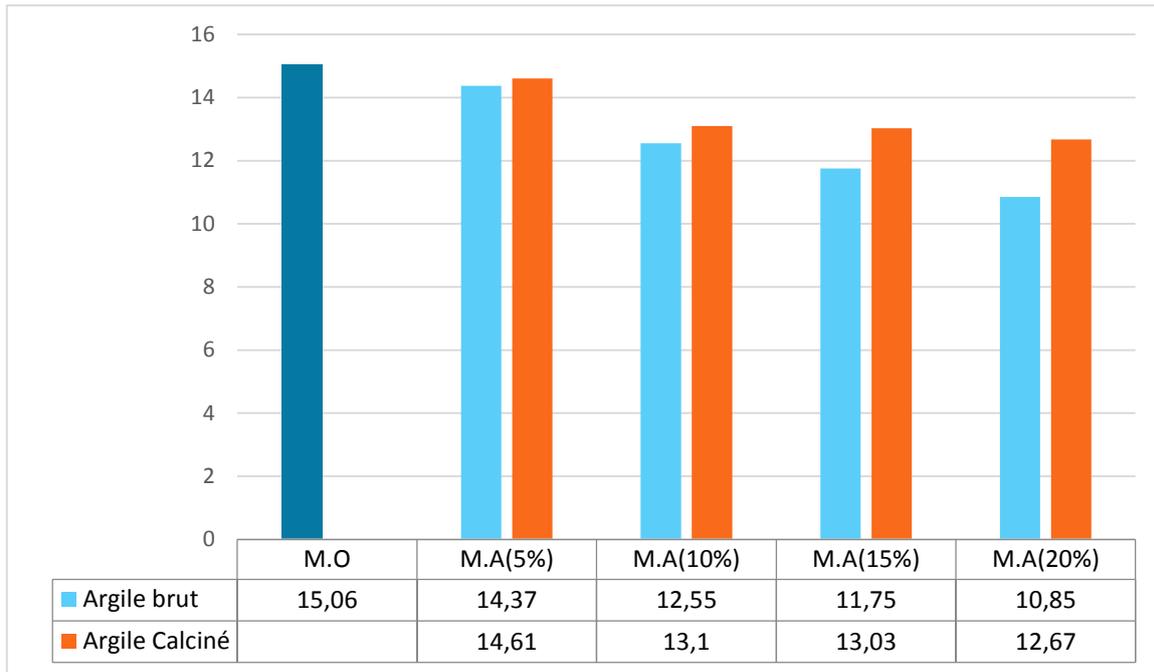


Figure IV. 3. Effet de l’argile brut et calciné sur la résistance à la compression

Nous remarquons que le mortier du ciment à de l’argile calciné sous une température de 800C° présentent une résistance en compression à 7 jours, qui proche de celles des témoins.

-Les tableaux IV.5. et IV.6. représente les résultats de l’essai de résistance de traction par flexion a trois point a 28 jours de mortier avec argile brut et calciné réaliser au niveau de laboratoire de génie civil (MDC).

Tableau IV.5. Résistance de traction par flexion du mortier avec argile brut (28j)

	M-Ordinaire		M .A (5%)		M .A (10%)		M .A (15%)		M .A (20%)	
	F(N)	RR(MPa)	F(N)	RR(MPa)	F(N)	RR(MPa)	F(N)	RR(MPa)	F(N)	RR(MPa)
1	1500	.0925	1300	.08125	1250	.0775	1250	.0775	1320	.0825
2	1400	.0875	1350	.085	1350	.085	1300	.08125	1225	.077
3	1350	.085	1400	.0875	Perdu	Perdu	1440	.090	1275	.080
Moy		.088		.085		0.81		.083		.080

Tableau IV.6. Résistance de traction par flexion du mortier avec argile calciné (28j)

	M.C (5%)		M.C (10%)		M.C (15%)		M.C (20%)	
	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)
1	1550	0.975	1200	0.75	1450	0.905	1225	0.7625
2	1550	0.975	1600	1.005	1560	0.975	1000	0.625
3	1375	0.8625	1400	0.875	1620	1.0125	1310	0.825
Moy		0.94		0.88		0.96		0.74

-La Figures IV.4.et illustre les résistances de traction par flexion a trois points en Mpa à 28 jours, des mortiers de ciments composés de (0% ,5%, 10%, 15%, 20%) de l'argile brut et calciné

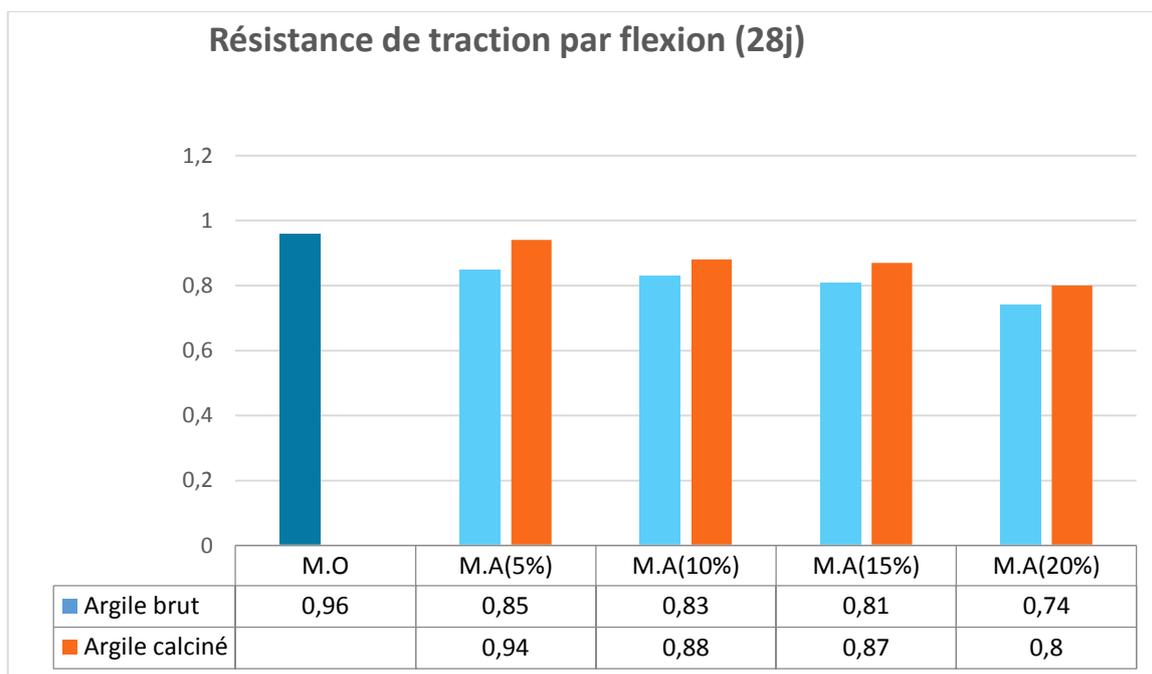


Figure IV. 4. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la traction

Nous remarquons que le mortier du ciment à base de l'argile calciné (M.A 5%) montre une résistance à peu près similaire au témoin à 28 jours.

Les tableaux IV.7. et IV.8. Représente les résultats de l'essai de résistance de compression à 28 jours de mortier avec argile brut et calciné réaliser au niveau de laboratoire de génie civil (MDC).

Tableau IV.7. Résistance de compression du mortier avec argile brut (28j)

	MO		M.A (5%)		M.A (10%)		M.A (15%)		M.A (20%)	
	R(MPa)	F(N)								
1	18.495	29.593	18.361	29.378	14.966	23.951	15.777	28.443	15.189	24.303
	19.749	31.594	16.217	25.947	15.431	24.660	14.722	28.306	15.323	24.518
2	19.523	31.237	14.341	22.945	14.475	23.159	17.691	28.306	14.073	22.516
	16.306	26.100	19.746	31.594	16.306	26.100	15.413	24.660	15.323	24.518
3	17.468	27.949	16.932	27.091	Perdu	Perdu	15.770	25.230	15.323	24.518
	17.468	27.949	18.942	30.307			16.664	26.662	15.145	24.232
Moy	18.17		17.42		15.29		16.00		15.06	

Tableau IV.8. Résistance de compression avec argile calciné (28j)

	M.C (5%)		M.C (10%)		M.C (15%)		M.C (20%)	
	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)	R(MPa)	F(N)
1	14.162	22.659	14.966	23.951	17.289	27.663	16.038	25.661
	17.378	27.806	15.431	24.660	16.217	25.947	12.330	19.728
2	17.468	27.949	14.475	25.590	23.159	17.110	10.633	17.012
	16.485	26.376	16.306	22.302	26.100	15.368	13.581	21.730
3	18.049	28.878	16.217	25.927	17.066	27.305	12.643	20.229
	19.612	31.380	15.726	25.161	15.368	24.589	15.323	24.518
Moy	17.19		15.52		16.40		13.42	

-La Figures IV.5. et illustre les résistances à la compression 28 jours, des mortiers de ciments composés de (0% ,5%, 10%, 15%, 20%) de l'argile brut et calciné

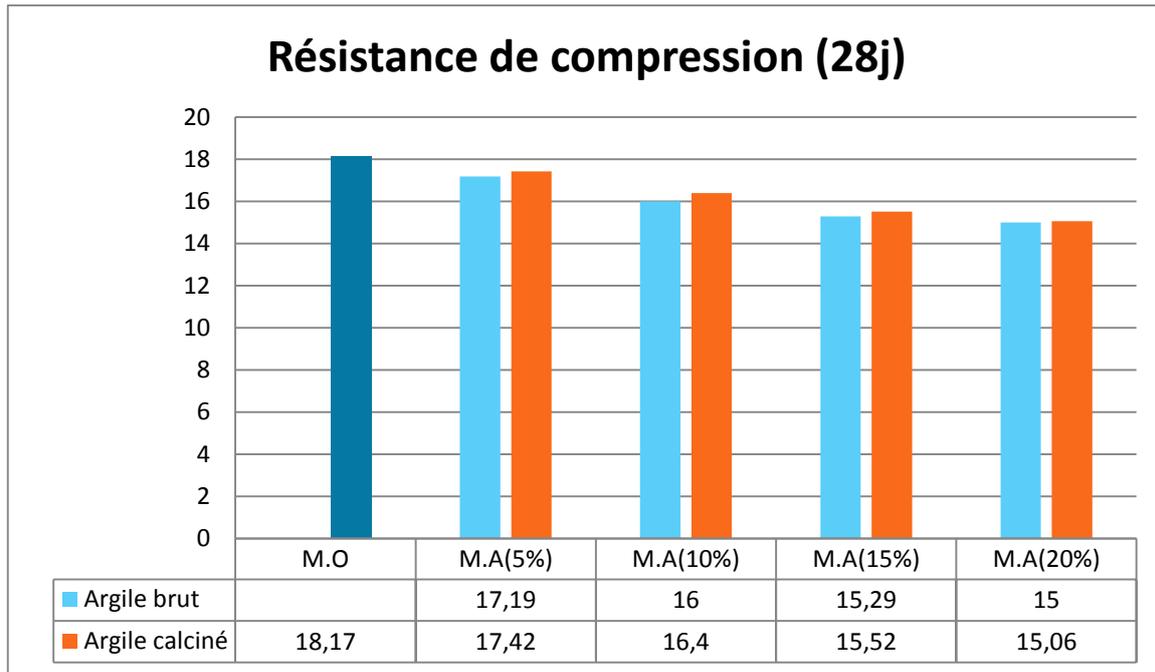


Figure IV. 5. Effet de l'argile brut et calciné sur la résistance à la compression

Quelques auteurs avaient montré que les mortiers avec additions améliorent la résistance à la compression du ciment, ce comportement a été expliqué par la formation d'aluminates et de carbo-aluminates dans les premiers jours de durcissement des pâtes de ciments. Cet effet, de nature chimique, est dû à l'activité pouzzolanique de certaines additions. Les résistances des mortiers avec argile calciné sont légèrement inférieures à celle des témoins.

Dans les travaux de recherche BOUHMID il a conclu que la calcination de l'argile améliore son activité pouzzolanique qui atteint son maximum par calcination à 700°C, mais au-delà de 800°C cette activité diminue.

Conclusion :

Les avantages obtenus par l'ajout d'un ajout cimentaire à la formulation d'un mortier varient en fonction du matériau utilisé. Toutefois, ils possèdent tous un point commun. Ils améliorent la résistance tout en produisant un matériau plus durable.

La résistance mécanique à la compression reste le facteur le plus déterminant sur la pouzzolanité des argiles. L'évolution de la résistance peut fournir une indication sur la

capacité de l'argile de fixer la Portlandite et de reproduire des nouveau CSH permettant l'augmentation de résistance.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Le travail principal de cette étude est de trouver la possibilité de remplacer un matériau industriel ciment par un matériau naturel, car l'industrie du ciment provoque l'émission d'énormes quantités de dioxyde de carbone (CO_2), ce qui a un effet multiplicateur.

Le matériau de remplacement doit donner un comportement répondant à certaines exigences de construction et doit être un matériau plus économique.

Afin de répondre aux objectifs visés pour ce mémoire et évaluer d'une manière plus précise l'effet que peut engendrer l'argile sur les propriétés des mortiers de ciment, nous avons adopté une méthodologie basée sur la substitution massique du ciment par l'argile calciné sous une température de 800C° dans des mortiers, tout en fixant le volume absolu de l'ensemble des constituants solides et la consistance des mélanges étudiés.

La quantité d'eau dans les mélanges cimentaires a été maintenue constante pour toutes les formulations afin de permettre le maintien de la compacité du squelette granulaire à l'état frais.

L'évaluation de la réactivité pouzzolanique de l'argile s'appuie sur les essais de résistance mécanique en compression et de traction.

Les principaux résultats obtenus dans cette étude sont cités dans les points suivants :

-Lors de la calcination, un changement de la couleur de nos matériaux, a été observé ce qui traduit un changement d'états de constitution, car l'évaporation d'eau et le changement de certains minéraux détériorent les mailles de ces minéraux

-La substitution d'un ciment par une argile brute et calciné n'a pas amélioré la résistance des mortiers.

Cette dernière est moins par rapport à la résistance d'un mortier ordinaire (100% ciment), néanmoins, les avantages suivants sont retenus :

- Les résistances obtenues sont acceptables a bonne.

- Les meilleures résistances ont été obtenues avec le pourcentage de substitution de 5% de l'argile calciné par rapport la masse du ciment.

- la calcination de l'argile améliore les résistances mécaniques, en comparant avec le matériau brut.

Enfin, on peut dire que les résultats sont satisfaisants mais cette étude manque beaucoup des essais chimique, physique, minéralogique et mécanique afin de voir l'effets de ce nouveau matériau sur les propriétés mécanique des matrices cimentaire.

En perspectives de ce travail de recherche, il pourrait être intéressant d'entamer une étude plus détaillée sur l'évolution et la microstructure des différents hydratés des ciments avec cette ajout (argile calciné). Comme il sera intéressant d'entamer une étude approfondie sur l'effet de la composition chimique de l'argile sur le comportement physico-chimique, microstructural et mécanique des pâtes et des mortiers à base de ces ajouts. Il est souhaité d'étudier le comportement de ce matériau vis-à-vis les conditions d'isolation thermiques ainsi que sa durabilité.

Bibliographie

Bibliographie

- [1] BOUALI Khaled. (2014). « Elaboration et caractérisation thermomécanique des mortiers à base d'ajouts de déchets de briques réfractaires ». Mémoire de magister université m'Hamed Bougara-Boumerdes
- [2] Ali BOUACIDA Loucif. «Effet de la qualité de ciment sur les propriétés mécaniques du béton». Mémoire de magister, Centre Universitaire de Tébessa.
- [3] NEVILLE A., « Propriétés des bétons » édition Eyrolles, 2000.
- [4] AFN 196-NF EN 196-1, « Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques », AFNOR Avril 2006.
- [5] Scrivener K.L and Capmas. A, (1998). Calcium aluminate cements, Lea's chemistry of cement and concrete, 4th Edition, Arnold, London.
- [6] Glasser F.P., (1998) The burning of portland cement and concrete, Lea's chemistry of cement and concrete, 4th Edition, Arnold, London.
- [7] Hand R.J., (1997) Calcium sulphate hydrates, British Ceramic Transactions 96 (3) pp-116-120.
- [8] Eysel W and Breuer K.H., (1983) Crystal chemistry of compounds M_3O [TO4] II, Structural relationships, Zeit. Krist. pp. 163 1-17
- [9] Nishi F and Takéushi Y, (1985) 24- layer structure of Ca_3GeO_5 , Acta Cryst. B41 pp-390-395.
- [10] Muan P, (1959) Journal of American Ceramic Society 42 413.
- [11] Defosse C., Chimie du ciment, valorisation des déchets en cimenterie, Université libre de Bruxelles, site "CHIM 315 Partie 32004.
- [12] Chromy S., (1974) High-temperature microphotometry and microdilatomety, Silikaty 18 pp-105-123.
- [13] Maki I, Chromy S., (1978) Characterization of the alite phase in Portland clinker by microscopy, Il Cemento 75 pp-247-252.

- [14] Chatterjee A.K., (1996) Future technological options: Part II. Cement and Concrete Research, 26[8], 1227–1237.
- [15] Dowty E., (1998) Atoms for windows and Macintosh, Shape software, Kingsport, Vol. 4, 1, pp.
- [16] Paradakis M., Venuant M., (1970) Industrie de la chaux du ciment et du plâtre. Dunod-Paris.
- [17] Newkirk T.F. and Twaite R.D., (1958) Journal Res. Nat. Bur. Stand 61 233.
- [18] Thung Q., Chmaissem O., Caponi J.J., Chaillout C., Marezi M., Tholence J.L. and Santoro A.,(1994) Neutron powder diffraction study of the crystal structure of $\text{HgBa}_2\text{Ca}_4\text{Ca}_5\text{O}_2$ at room temperature and at 10°K , Physics C227 pp. 1-9.
- [19] Chain Pluchery O., Pannetier J., Bouillot J. and Niepce J.C., (1987) Structural prereactional transformations in $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Journal of Solid State Chemistry 67 pp. 225-234.
- [20] Emanuelson A., Solberg C., Evju C. and Hansen S., (2001) Crystal structures of cementious compounds, Zement-Kalk-Gips International, Process Know How 54 (12) pp. 53-61.
- [21] Dr. A. MERDAS. Cours de MDC U.F.A. de Sétif.
- [22]. R. DUPAIN, R. LANCHON, J-C. SAINT-ARROMAN «Granulat, sols, ciment et béton» Edition
- [23] BOUALI Khaled. (2014). « Elaboration et caractérisation thermomécanique des mortiers à base d'ajouts de déchets de briques réfractaires ».Mémoire de magister universitém'Hamed Bougara-Boumerdes.
- [24] Elbaremostapha-zelit Mohamed « comportement sur les bétons à l'état frais et durci en présence l'adjuvant » Mémoire d'ingénieur d'état, école nationale travaux public.
- [25] Paradakis M., Venuant M., (1970) Industrie de la chaux du ciment et du plâtre. Dunod-Paris.

- [26] Barret P., Menetrier D., Bertrandie D., (1983) Mechanism of C3S dissolution and problem of the congruency in the very initial period and later on”, Cement and Concrete Research, ,13, 725-738.
- [27] Barret P., Bertrandie D., (1986) Fundamental hydration kinetic features of the major cement constituents: Ca_3SiO_5 and Ca_2SiO_4 ”, Journal de Chimie Physique, p.83, 765- 775.
- [28] Greenberg S.A., (1958) The nature of silicate species in sodium silicates solutions“, Journal of American Chemical Society, 80, 6508-6511.
- [29] Andreeva E. and Sanzhaasuren R., (1977) Investigation of the process of chemical interaction on aqueous suspensions of tetra calcium aluminoferrite in the presence of gypsum dehydrate, Colloid Journal USSR pp-197-202
- [30] Fukuharam C., Gotos N., Asage K., Daimon M. and Kondor S., (1977) Mechanism and kinetics of C4AF hydratation, Cement and Concrete Research 11, pp. 407-414.
- [31] Taylor H.F.W., (1997) Cement Chemistry, second ed., Thomas Telford Publisher, London
- [32] Crivener K.L. and Wieker W., (1992) Advances in hydratation at low, ambient and elevated temperatures, The9th International Congress on the Chemistry of Cement, New Dehli, India, Vol.1, pp. 449-482
- [33] Kim J.K., Han S.H. and Park S.K., (2002) Effect of temperature and aging on the mechanical properties of concrete, Part II. Prediction model, Cement and Concrete Research 32, pp. 1095-1100
- [34] Kim J.K., Han S.H. and Song Y.C., (2002) Effect of temperature and aging on the mechanical properties of concrete, Part I. Experimental results, Cement and Concrete Research 32, pp.1087-1094.
- [35] Michaelis W., (1893) Also Erdmenger L. Journal fir Praktische Chemie Chemiker-Zeitung, 17: 982-6 (referring to the colloidal theory of Michaëlis W.)
- [36] Le Chatelier H., (1883) Application des phénomènes de sursaturation à la théorie du durcissement de quelques ciments et mastics. Comptes rendus hebdomadaires des Séances de VAcademic des Sciences, Paris; 96: 1056-9.

- [37] Léa F.M., (1974) The Chemistry of Cement and Concrete, 3d Ed., Edward Arnold, Glasgow, UK.
- [38] Bogue R.H., Lerch W. (1934) Hydration of Portland cement compounds. Industrial and Engineering Chemistry N°8 pp. 837-47 Easton, Pa.
- [39] Ramachandran V.S., Malhotra, V.M., Jolicoeur, C., Spiratos, N., (1998) Superplasticizers: Properties and Applications in Concrete, Ed. CANMET, Ottawa, Canada
- [40] Older I., (1998) Hydration, Setting and Hardening of Portland cement, in: Lea's Chemistry of Cement and Concrete, (Hewlett P.C., Ed.), Fourth Edition, Ed: Arnold, London, Great Britain
- [41] Seligman P., Greening N.R., (1964) Studies of early hydration reactions of Portland cement by X-ray diffraction. Highway Research Record N°62 - p.80-105. Washington D.C
- [42] Uchikawa H., Uchida S. and Mihara Y., (1980) Influence of pozzolana on the hydration of C₃A, Onoda Cement Co., Ltd, Tokyo, Vol. 4, pp. 24-29
- [43] Spierings G.A.C.M. and Stein H.N., (1976) The influence of Na₂O on the hydration of C₃A, Cement and Concrete Research pp. 265-272
- [44] BOUNA Lahcen, « Fonctionnalisation Des Minéraux Argileux D'origine Marocaine Par Tio₂ En Vue De L'élimination Par Photocatalyse De Micropolluants Organiques Des Milieux Aqueux », thèse de doctorat, université de Toulouse, 2012, P 32.
- [45] CHOUSA Nassima, « Epuration des eaux usées: l' élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux », MEMOIRE DE MAGISTER, Université Mohammed Chérif Messaadia Souk Ahras, 2013, P 03.
- [46] HERNOT François, « L' ARGILE, SON UTILISATION A L'OFFICINE », thèse de doctorat, université Angers, 2016, P41-44.
- [47] BICH Ch., « Contribution À L'étude De L'activation Thermique Du Kaolin : Évolution De La Structure Cristallographique Et Activité Pouzzolanique », Thèse de doctorat, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005, P 41-51.
- [48] BOUAZIZ Amel, « Confection D'un Béton ordinaire avec l'introduction d'une vase traité », Mémoire Présenté pour l'obtention Du diplôme de Master Académique

- [49] Cabrera J., Rojas M.F., (2000) Mechanism of hydration of métakaolin-lime-water system CCR (31- 4) pp177-182.
- [50] Rojas M.F., Cabrera J., (2001) Influence of MK on the reaction kinetics in MK/lime and water-blended cement systems at 20°C » CCR (31-4) pp519-527.
- [51] Sabir B.B., Wild S., Bai J., (2001) Métakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review » CCC (23-6), pp441-454.
- [52] Amine N., (1998) Incidence de l'adjonction de la pouzzolane sur les propriétés des bétons de haut résistance », Mémoire d'ingénieur, Boumerdés
- [53] Byfors K., (1987) Influence of silica fume and fly ash on chloride diffusion and PH values in cement paste, Cement and Concrete Research, 17, 1,pp-115-130.
- [54] Abdelrazig B., Main Sd. & Nowell Dv., (1992) "Hydration studies of modified OPC pastes by differential scanning calorimetry", Journal of Thermal Analysis, Vol. 38, pp. 495-504.
- [55] Steinour H.H., (1952) The reactions of thermo-chemistry of cement hydrati at ordinary temperature. Proc.3rd Int. Symp. on the chemistry of cement. London. pp. 261-89.
- [56] Bogue R.H., Lerch W. (1934) Hydration of Portland cement compounds. Industrial and Engineering Chemistry N°8 pp. 837-47 Easton, Pa.
- [57] Nouri L., (2001) Etude corrélative des fluctuations des mesures de contrôle du ciment portland artificiel ordinaire, Centre universitaire Mohamed Boudiaf M'Sila.
- [58] Benia M., Influence de la surface spécifique des ciments aux ajouts minéraux sur le comportement mécanique du mortier et du béton à base de matériaux locaux, Université Mohamed Boudiaf de M'Sila,
- [59] Xu Z., Hland V., (1996) Observation of mesostructure in calcium hydrate Gels of Portland cement, physical review letta 77 952
- [60] Bessa A., Jean-Philippe Bigas, Jean-Louis Gallias, (2004) Evaluation de la contribution des additions minérales à la porosité, à la résistance à la compression et la durabilité des mortiers.

- [61] Société Suisse des ingénieurs et architectes, Norme SIA 215, « liant minéraux », Zurich 1978.
- [62] Aglietti E.F., Porto Lopez J.M., Pereira E., (1986) Mechanochemical effects in kaolinite grinding I. Textural and physicochemical aspects. *International Journal of Mineral Processing* 16, pp-125–133.
- [63] Nacéri A., Chikouche Hamina M., (2009) Use of waste brick as a partial replacement of cement in mortar. Geomaterials Laboratory, Civil Engineering Department, M[°]sila University, P.O. Box 166, Ichbilia, M[°]sila 28000, Algeri
- [64] Semcha A., (2006) Valorisation des sédiments de dragage : Applications dans le BTP, cas du barrage de Fergoug, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- [65] Murat M., (1982) Activation thermique des argiles en réaction solaire, étude des ciments métakaolins, rapport final de recherche PIRDES-CNRS, Paris Janvier 1982.
- [66] Shi C., Day R.L., (1996) Factors affecting early hydration characteristics of alkali–slag cements. *Cement and Concrete Research* 26 3, pp. 439–448.
- [67] Vizcayno R., Castello, R., Ranz, I., Calvo, B., (2005) Some physico-chemical alterations caused by mechanochemical treatments in kaolinites of different structural order. *Thermochimica Acta* 428, pp-173–183.
- [68] Kristof E., Juhasz, Z.A., Vassanyi, I., (1993) The effect of mechanical treatment on the crystal structure and thermal behavior of kaolinite. *Clays and Clay Minerals* 41, pp-608–612.
- [69] McCaffrey R., (2002) Climate change and the cement industry, *Global Cement and Lime Magazine*, Environmental Special Issue
- [70] Shi C., Wu Y, Riefler C, Wang H. (2005) Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders. *Cement and Concrete Research*; 35 pp. 987–93.
- [71] Moya J.S., (1998) Últimos avances sobre el tratamiento térmico del caolín: Formación o no de puzolanas artificiales. *Puzolanas Naturales, Cenizas Volantes y Similares en la Construcción, Cemento y Hormigón*, pp. 71–75.

- [72] Sanz J., Madani, A., Serratosa, J.M., (1988) Aluminium 27 and silicon 29 magic-angle spinning nuclear magnetic resonance study of the kaolinite–mullite transformation. *Communications of the American Ceramic Society* 71, C418–C421
- [73] Torres J., Mejía de Gutiérrez, R., Puertas, F., (2007) Effect of kaolin treatment temperature on mortar chloride permeability. *Materiales de Construcción* 57, pp-35–43.
- [74] Shi C., (1993) Activation of natural pozzolans, fly ash and slag, Ph.D. Thesis, The University of Calgary, Calgary, Canada.
- [75] Kakali G., Perraki, T., Tsivilis, S., Badogiannis, E., (2001) Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. *Applied Clay Science* 20, pp-73–80.
- [76] Badogiannis E., Kakali, G., Tsivilis, S., (2005) Metakaolin as supplementary cementitious material. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 81, pp-457–462.
- [77] Miyazaki M., Kamitani, M., Nagai, T., Kano, J., Saito, F., (2000) Amorphization of kaolinite and media motion in grinding by a double rotating cylinders mill a comparison with a tumbling ball mill. *Advanced Powder Technology* 11, pp-235–244.
- [78] Aglietti E.F, Porto Lopez, J.M., Pereira, E., (1986) Mechanochemical effects in kaolinite grinding I. Textural and physicochemical aspects. *International Journal of Mineral Processing* 16, pp-125–133.
- [79] Sekulic Z., Petrov, M., Zivanovic, D., (2004) Mechanical activation of various cements. *International Journal of Mineral Processing* 74S, S355–S363
- [80] Hewlett P., (2004) *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, fourth ed., Elsevier Butterworth–Heinemann Publisher.
- [81] Poletini A., Pomi R., (2003) The influence of accelerated ageing on leaching behaviour of incinerator bottom ash, in: G. Ortiz de Urbina, J.J.J.M. Goumans (Eds.), *Proceedings of the WASCON 2003, Progress on the Road to Sustainability, Fifth International Conference of the Environmental and Technical Implications of Construction with Alternative Materials*, San Sebastián (E), June 4–6, pp. 615–624.
- [82] Suryavanshi A.K., Scantlebury J.D., Lyon S.B., (1995) The binding of chloride ions by sulphate resistant Portland cement, *Cement Concrete Res.* Vol. 25 pp. 581–592.

- [83] Giergiczny Z., (2004) Effect of some additives on the reactions in fly ash-Ca(OH)₂ system, *J. Therm. Anal. Cal.* 76 pp. 747–754
- [84] Suryavanshi A.K., Scantlebury J.D., Lyon S.B., (1996) Mechanisms of Friedel's salt formation in cements rich in tri-calcium aluminate, *Cement Concrete Res.* Vol. 26 pp. 717–727.
- [85] Ranganath R.V., Sharmw RC, Krishnamoorthy S. (1995) Influence of fineness and soluble silica content of fly ash on their strength development with respect to age. In: Malhotra VM, editor. *Proceedings of the fifth international conference on fly ash, silica fume, slag, and natural pozzolans in concrete* pp-355–66.
- [86] Shi C., Day R.L., (1995) A calorimetric study of early hydration of alkali–slag cements. *Cement and Concrete Research.* 25 6 pp. 1333–1346
- [87] Shi C., Day R.L., (1995) Acceleration of the reactivity of fly ash by chemical activation. The University of Calgary Calgary, Alberta, Canada T2N 1 N4, *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, No. 1. pp. 15-21
- [88] Perlot C., (2005) Influence de la décalcification de matériaux cimentaires sur les propriétés de transfert : application au stockage profond de déchets radioactifs.
- [89] Yamamoto T., Tsutomu Kanazu, Masateru Nambu and Takao Tanosak, Pozzolanic reactivity of fly ash – API method and K- value.
- [90] Uzal B., Turanlı L., Yücel H., Göncüoğlu M.C., Çulfaz A., (2010) Pozzolanic activity of clinoptilolite: A comparative study with silica fume, fly ash and a non-zeolitic natural pozzolan, *Cement and Concrete Research* 40 pp. 398–404.
- [91] Mehta P.K., (1985) Influence of fly ash characteristics on the strength of Portland-fly ash mixtures, *Cement and Concrete Research* vol. 15, pp. 669–674
- [92] Yamamoto T., Kanazu T., (2004) Investigation on the pozzolanic reaction of fly ash. Central research institute of electric power industry report, No. N04008 [in Japanese].
- [93] Yamamoto T., Kanazu T. (1999) Accelerated chemical assessing method for pozzolanic activity of fly ash. CRIEPI Abiko Research Laboratory Rep. No. U98047, [in Japanese].

- [94] Wild S., Gallius A. , Hansen H., Pederson L., and Swabowski J, (1997) pozzolanic properties of a variety of European clay bricks. *Building Research and Information*, vol. 25, N°3, pp. 170- 175.
- [95] Paya J., Monzo J, Borrachero MV. (2001) Physical, chemical and mechanical properties of fluid catalytic cracking catalyst residue (FC3R) blended cements. *Cement and Concrete Research*; vol. 31 pp. 57-61.
- [96] Garcia R., Vigil de la Villa R, Vegas I, Frias M, Sanchez de Rojas MI. (2008) The pozzolanic properties of paper sludge waste. *Construction and Building Materials*; 22(7): pp. 1484-1490.
- [97] Frias M., Villar-Cocina E., Sanchez de Rojas MI, Valencia-Morales E. (2005) The effect that different pozzolanic activity methods has on the kinetic constants of the pozzolanic reaction in sugar cane straw-ash/lime systems: application of a kinetic-diffusive model. *Cement and Concrete Research*; vol. 35 pp. 2137-2142.
- [98] Cordeiro GC., Toledo-Filho RD, Tavares LM, Fairbairn EMR. (2008) Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars. *Cement and Concrete Composite*; 30 pp. 410–8.
- [99] Lin KL., Chang WC, Lin DF., (2008) Pozzolanic characteristics of pulverised incinerator bottom ash slag. *Construct Build Mater*; 22(3): pp. 324–9.
- [100] Shi C., Day R.L., (2000) Pozzolanic reactions in the presence of chemical activators: Part I. Reaction kinetics. *Cement and Concrete Research* Vol. 30, pp. 51–58.
- [101] McCarter WJ., Tran D. (1996) Monitoring pozzolanic activity by direct activation with calcium hydroxide. *Construct Build Mater*; vol. 10 pp. 179–84.
- [102] Payá J., Borrachero M.V., Monzó J., Peris-Mora E., Amahjour F., (2001) Enhanced conductivity measurement techniques for evaluation of fly ash pozzolanic activity, *Cement and Concrete Research* 31 pp. 1–49.
- [103] Mostafa NY., El-Hemaly SAS., Al-Wakeef EI., El-Korashy SA., Brown PW., (2001) Characterisation and evaluation of the pozzolanic activity of Egyptian industrial by-products. I: Silica fume and dealuminated kaolin. *Cement and Concrete Research*; 31: pp. 467-474.

[104] Mostafa NY., Brown PW., (2005) Heat of hydration of high reactive pozzolans in blended cements: isothermal conduction calorimetry. *Thermochim Acta*; 435: pp. 162 167.

[105] SEMCHA Abd., « Valorisation De La Vase De Barrage Dans La Production D'une Brique », SÉMINAIRE, université d'Adrar, 2015.

[106] (SELINE Mohamed Recherche Bibliographique Sur LaValorisation De Métakaolin DansLes Matériaux De Construction (2015 :2016).