

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ – BOUIRA



Faculté des Sciences et sciences appliquées
Département de Génie Civil

Mémoire

Présenté pour l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie Civil

Option : Matériaux en Génie Civil

THEME

Activation hydraulique des argiles riches en silices

Réalisé Par :

**Azzi Hakima
Tamourt Dalila**

Sujet Proposé et suivi par :

Dr. Aribi Chouaib

Devant le jury composé de :

**HAMI Brahim
LAOUCHDI Dalila
ARIBI Chouaib**

MCB	Président
MCB	Examinatrice
MCA	Encadrant

Universitaire : 2021/2022

Remerciement

Nous remercions tout d'abord, le bon Dieu de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la foi pour pouvoir atteindre nos objectifs et surmonter les moments difficiles.

Nous tenons à adresser notre profonde gratitude à notre promoteur Mr Aribi Chouaib qui nous apporté son aide, et qui nous orientés tout au long de ce travail

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à Monsieur HAMMI Brahim, enseignant à l'Université de Bouira pour avoir accepté de présider le jury de notre soutenance, ainsi que le temps qu'il a consacré à nous conseiller sur notre façon de travailler.

Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à Mme LAOUCHEDI Dalila, enseignante à l'Université de Bouira pour avoir accepté de faire partie du jury de notre soutenance, ainsi que le temps qu'il a consacré à nous conseiller sur notre cheminement vers l'emploi.

Nous remercions toute l'équipe du laboratoire CETIM et en particulier Monsieur BELLAL, Directeur technique au niveau de centre CETIM

Nous remercions également tous les enseignants du département de génie civil et tous les enseignants de l'Université de Bouira qui nous ont enseigné

Enfin Nous remercions toute personne ayant contribué de près ou de loin à ce modeste travail.

Résumé

ملخص

الهدف من هذه الدراسة موجه نحو التنشيط الهيدروليكي للطين الغني بالسيليكا ، تم اختيار أربع عينات ، وهي مصادر جغرافية تحتوي على نسبة عالية من السيليكا ، وتجرى سلسلة من التحليلات للعمليات بنظام التنشيط بالمعالجة الحرارية.

أظهرت النتائج التي تم العثور عليها أن التنشيط الحراري له عواقب مباشرة على السلوك الريولوجي ، كما أن هذا التنشيط يجعل من الممكن تحسين المقاومة الميكانيكية بشكل كبير مقارنةً بالتحكم والملاط غير المعالج.

الكلمات المفتاحية: الطين ، الريولوجيا ، التنشيط ، القوة الميكانيكية

Résumer

L'objectif de cette étude s'oriente vers l'activation hydraulique des argiles riches en silice, quatre échantillons sont sélectionnés, il s'agit des géossources qui contiennent des teneurs élevées en silice, des séries des analyses sont effectuées pour procéder à un régime de traitement thermique d'activation.

Les résultats trouvés montrent que l'activation thermique a des conséquences directes sur le comportement rhéologique, cette activation permet aussi d'améliorer considérablement la résistance mécanique par rapport au témoin et aux coulis à base d'argile non traité

Mot clés : Argile, rhéologique, activation, résistance mécanique

Summary

The objective of this study is oriented towards the hydraulic activation of clays rich in silica, four samples are selected, these are geosources which contain high silica contents, series of analyzes are carried out for processes a regime of activation heat treatment.

The results found show that the thermal activation has direct consequences on the rheological behavior, this activation also makes it possible to considerably improve the mechanical resistance compared to the control and to the untreated clay-based grouts.

Keywords: Clay, rheology, activation, mechanical, strength.

SOMMAIRE

Introduction générale	1
I.1. Définition	3
I.2. Constituants de ciment	4
I.2.1. Constituants principaux	4
a. Clinker Portland (K)	4
b. Laitier granulé de haut fourneau (S)	4
c. Matériaux pouzzolaniques	4
d. Cendres volantes	5
e. Schiste calciné (T)	6
f. Calcaire (L, LL) :	6
g. Fumée de silice (D)	7
I.2.2. Constituants secondaires	7
a. Sulfate de calcium	8
b. Additifs	8
II.1. Fabrication Du Ciment Portland	10
a. Première étape : préparation du mélange appelé cru de cimenterie	10
b. Deuxième étape : « la cuisson » – le clinker	11
II.2. Procédés de fabrication	11
II.3. Broyage – le ciment	12
II.3. Principaux ciments	13
a. CPJ-CEM II/A et B : Ciment Portland composé	13
b. CHF-CEM III/A et B : Ciment de haut fourneau	13
c. CLK-CEM III/C : Ciment de haut fourneau	14
d. CPZ-CEM IV/A et B : Ciment pouzzolanique	14
e. CLC-CEM V/A : Ciment au laitier et aux cendres	14
II.3. Composition minéralogique et chimique de ciment	14
II.4. Propriétés des ciments	15
II.4.1. La consistance normale	15
II.4.2. Surface spécifique de Blaine (SSB)	16
II.4.3. Résistances mécaniques	16
a) Introduction	17
III.1. Matériaux d'étude	17
III.1.1. Cement	17
III.1.2. Adjuvant	17
III.1.3. Argile	18
III.2. Caractérisation des argiles	18
III.2.1. Morphologie	18
III.2.2. Distribution granulométrique	19
III.2.3. Masse volumique	22
III.2.3. Surface spécifique de Blaine	23
III.2.4. Essai de Bleu de méthylène	25
a) Appareillage	25
b) Les résultats de cette l'essai :	26
III.2.5. Composition chimique	27
III.2.6. Composition minéralogique	28
III.3. Comportement rhéologique des coulis	35

a. Choix de la géométrie.....	37
b. Formulation des coulis de ciment.....	37
III.3.1. Mode opératoire	38
III.4. Formulation de colis de ciment.....	41
a. Matériel utilisés	41
b. Mode opératoire	41
Conclusion générale.....	44

LISTE DES FIGURES

Figure 1. Image MEB de clinker	12	
Figure 2. Image MEB des argiles : a. 2- RGC, b. 10-RGC, c. RGC-IMY-Sand	18	
Figure 3. Granulomètre laser Metasizer 2000	19	
Figure 4. Courbe cumulative de l'argile RGC imy sande	20	
Figure 5. Courbe cumulative de l'argile RGC-MAG.....	20	
Figure 6. Courbe cumulative de l'argile 10-RRG imy sande	21	
Figure 7. Courbe cumulative de l'argile 10-RRG imy sande	21	
Figure 8. Mesure de la masse volumique	22	
Figure 9. Principe de mesure de l'SSB	23	
Figure 10. Banc d'essai SSB	24	
Figure 11. Banc d'essai SSB	Figure 12. Essai de bleu de méthylène	26
Figure 13. Diffractogramme d'argile RGC-IMY-GOVERSETH MAG à 0-700-850°C	30	
Figure 14. Diffractogramme d'argile 10-RGC à 0-700-850°C	31	
Figure 15. Diffractogramme d'argile RGC-IMY-SAND à 0-700-850°C	32	
Figure 16. Diffractogramme d'argile 2-RGC-IMY-CYCLONE à 0-700-850°C	33	
Figure 19. Rhéomètre AR2000.....	36	
Figure 17. Différents types d'écoulement de la matière.	36	
Figure 19. Géométrie con-plan	37	
Figure 20. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement- coulis de référence.....	38	
Figure 21. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement des coulis Goverseth et 10-RGC	39	
Figure 22. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement des coulis IMY-SAND et 2-RGC	40	
Figure 23. Malaxage et confection des éprouvettes	42	

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Sources des matières premières entrant dans la fabrication du ciment portland	9
Tableau 2. Composition minéralogique.	14
Tableau 3. Composition chimique de ciment	15
Tableau 4. Composition chimique du ciment	17
Tableau 5. Propriétés granulométriques des argiles.....	22
Tableau 6. Masse volumique des argiles.....	23
Tableau 7. Surface spécifique de Blaine	24
Tableau 8. Valeurs de surface spécifique par Blaine et par laser	24
Tableau 9. Valeurs de bleu de méthylène.....	26
Tableau 10. Composition chimique des argiles avant et après traitement thermique	27
Tableau 11. Composition minéralogique des argiles avant traitement thermique	29
Tableau 11. Variation de la composition minéralogique en fonction de températures	34
Tableau 13. Modèles de comportement rhéologique	36
Tableau 13. Résultats de flexion et compression de témoin.....	42
Tableau 14. Résultats de flexion et compression coulis à base d'argile sans traitement	42
Tableau 15. Résultats de flexion et compression coulis à base d'argile avec traitement	43

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Le ciment joue un rôle important dans les sociétés modernes. Il est essentiel à la production du béton, la matière la plus utilisée dans le monde après l'eau d'après World Business Council for Sustainable Développement (WBCSD) et International Energy Agency (IEA), 2009)

En contrepartie cette industrie est très polluante, lourds et dégage des gaz à effet de sers, une tonne de clinker dégage une tonne de CO₂, en plus cette industrie est consommatrice d'énergie. En effet, pour produire une tonne de clinker, il faut environ 4200 KJ du fait des températures élevées pour la clinkérisation (1450-1500 °C) (Davidovits, 1991).

La partie essentielle du processus de fabrication est la production du clinker qui est produit en broyant du calcaire (CaCO₃) (plus de 75 %), de l'argile (silicates) et éventuellement d'autres composants (sable, minéral de fer) selon la composition désirée, portés à une température de plus de (1450 à 1500) °C dans un four rotatif.

Le processus de fabrication du ciment a donc un impact sur l'environnement comme les émissions de gaz (CO₂, NO_x, SO₂) et surtout les émissions de poussières à tous les niveaux de la production, Les poussières des cimenteries algériennes constituent le polluant principal de l'air et contribuent aux maladies respiratoires des employés et des habitants aux alentours des cimenteries

En plus de ces contraintes, les enjeux politiques et socio-économiques sont accentués et influent directement sur le coût des hydrocarbures, même pour les pays de source comme l'Algérie, les conséquences de cette instabilité sur le coût d'exploitation sont notables, à cet effet, les politiques soulignées dans l'industrie de ciment doivent être révisés, d'ailleurs cette révision est annoncée depuis les accords de Kyoto et de Paris sur le climat.

La tendance actuelle des recherches de diversifier sur plusieurs axes de recherches, parmi lesquelles en s'intéresse au l'inclusion des minéraux d'argiles riche en silice dans l'industrie des ciments comme une source des additions qui peut être activé par traitement thermiques, ou utilisé te qu'il est avec des finesse élevées pour crée certain type d'activation par nucléation hétérogène.

INTRODUCTION GENERALE

C'est dans cette perspective que s'inscrit notre étude qui consiste à formuler des liants à base des argiles riches en silice à moins impact environnementale, en se basant sur la possibilité d'activation par traitement thermique, ou par finesse poussée

La partie expérimentale de ce travail a été réalisée au sein du Centre d'Etude et Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction (CETIM) à Boumerdès, et au niveau de l'Unité de recherche matériaux, procédé et environnement UR-MPE de l'université de Boumerdes, l'analyse granulométrique est réalisée au niveau de l'université de Bebb Ezzouar.

Le manuscrit est divisé en trois parties dans le premier, nous avons présenté des généralités sur les ciments, ces constituants, puis, dans la deuxième partie, en s'intéresse aux processus de fabrication.

La partie pratique commence par des séries de caractérisation des argiles étudiés, le traitement thermique permet de tester les coulis formulés à l'état frais et à l'état durci ; ce qui permet de formuler des conclusions et des recommandations sur la lumière des résultats trouvés.

CHAPITRE 1
GENERALITES SUR LES CIMENTS

I.1. Définition

Les ciments portland sont des liants hydrauliques composés principalement de silicates de calcium hydrauliques qui font prise et durcissent en vertu d'une réaction chimique avec l'eau appelée hydratation. Lorsqu'on ajoute la pâte (ciment, air et eau) aux granulats (sable et gravier, pierre concassée ou autre matériau granulaire), elle agit comme une colle et lie ensemble les granulats pour former une masse semblable à de la pierre, le béton, le matériau le plus polyvalent et le plus répandu qui existe.

D'après la norme « AFNOR », le ciment portland est défini comme étant une matière finement broyée composée d'un pourcentage élevé de clinker portland et d'ajouts (gypse, pouzzolane ...). Le clinker est le produit de cuisson, à une température de 1450° C à 1500° C, d'un mélange de calcaire (~ 80 %), et d'argile (~ 20 %) et parfois d'autres additifs en très faible pourcentage pour ajuster la composition chimique de départ.

Le ciment, ainsi défini, forme en présence d'eau une pâte liant plus au moins fluide susceptible de faire prise et de durcir tant dans l'eau qu'à l'air en forment des composées stables et agglomérant des substances adéquates.

L'hydratation commence dès que le ciment vient en contact avec l'eau. Cette réaction chimique produit des hydrates de ciment (résultat de l'hydratation), qui se forment à la surface de chaque particule de ciment. Ces hydrates croissent et se répandent, jusqu'au moment où ils se lient avec d'autres qui se sont fixés sur des particules de ciment adjacentes ou adhèrent à d'autres substances voisines.

En raison de ce processus continu d'hydratation, le mélange se raidit, durcit et acquiert sa résistance mécanique. L'hydratation continue tant que les conditions d'humidité et de température sont favorables (cure) et que les produits de l'hydratation disposent de l'espace nécessaire. Sur le béton, ce phénomène se manifeste par une perte de maniabilité qui se produit habituellement dans les trois heures qui suivent le gâchage. Il est fonction de la composition et de la finesse du ciment, des adjuvants, des proportions du mélange et de la température. Ensuite, le béton prend et durcit. L'hydratation et l'acquisition de la résistance ont lieu pour l'essentiel au cours du premier mois d'existence du béton mais continuent, quoique plus lentement, pendant une longue période, si les conditions d'humidité et de température sont adéquates. On a déjà enregistré des accroissements de résistance s'étalant de façon continue sur 30 ans et plus (Washa et Wendt 1975 et Wood 1992). [1]

I.2. Constituants de ciment

I.2.1. Constituants principaux

a. Clinker Portland (K)

Le clinker Portland est obtenu par calcination d'un mélange fixé avec précision de matières premières (farine crue, pâte) contenant des éléments couramment exprimés en oxydes CaO, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ et de petites quantités d'autres matières. La farine crue ou la pâte, qui est finement divisée et intimement mélangée, est donc homogène.

Le clinker Portland est un matériau hydraulique qui doit être constitué d'au moins deux tiers en masse de silicates de calcium (3CaO.SiO₂ et 2CaO.SiO₂), la partie restante étant constituée de phases contenant de l'aluminium et du fer, ainsi que d'autres composants. Le rapport massique (CaO)/ (SiO₂) ne doit pas être inférieur à 2,0. La teneur en oxyde de magnésium (MgO) ne doit pas dépasser 5,0 % en masse. [3]

b. Laitier granulé de haut fourneau (S)

Le laitier granulé de haut fourneau est obtenu par refroidissement rapide du laitier fondu de composition adaptée provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut fourneau ; il contient au moins deux tiers en masse de laitier vitreux et présente des propriétés hydrauliques après avoir subi une activation convenable.

Le laitier granulé de haut fourneau doit être constitué d'au moins deux tiers en masse de la somme de l'oxyde de calcium (CaO), l'oxyde de magnésium (MgO) et du dioxyde de silicium (SiO₂). Le restant contient de l'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) ainsi que de faibles quantités d'autres composants. Le rapport massique (CaO + MgO)/ (SiO₂) doit être supérieur à 1,0. [3]

c. Matériaux pouzzolaniques

Les matériaux pouzzolaniques sont des substances naturelles siliceuses ou silico-alumineuses, ou une combinaison de celles-ci. Bien que les cendres volantes et les fumées de silice aient des propriétés pouzzolaniques, leurs spécifications font l'objet d'articles séparés.

Les matériaux pouzzolaniques ne durcissent pas par eux-mêmes lorsqu'ils sont mélangés avec de l'eau mais, lorsqu'ils sont finement broyés, ils réagissent à température ambiante, en présence d'eau, avec l'hydroxyde de calcium [Ca(OH)₂] dissous, pour former des composés de silicates de calcium et d'aluminates de calcium générateurs de résistances. Ces composés sont comparables à ceux qui sont formés lors du durcissement des matériaux hydrauliques. Les

pouzzolanes sont composées essentiellement de SiO_2 réactif et d' Al_2O_3 . La partie restante contient de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et d'autres oxydes. La proportion de CaO réactif est négligeable vis-à-vis du durcissement. La teneur en SiO_2 réactif doit être au moins égale à 25 % en masse.

Les matériaux pouzzolaniques doivent être convenablement préparés, c'est-à-dire sélectionnés, homogénéisés, séchés ou traités thermiquement et réduits en poudre, en fonction de leur état à la production ou à la livraison. [3]

d. Cendres volantes

Les cendres volantes sont obtenues par précipitation électrostatique ou mécanique de particules pulvérulentes contenues dans les fumées des chaudières alimentées au charbon pulvérisé. Les cendres obtenues par d'autres méthodes ne doivent pas être utilisées dans les ciments conformes à l'EN 197-1.

Les cendres volantes peuvent être de nature siliceuse ou calcique. Les premières ont des propriétés pouzzolaniques ; les dernières peuvent avoir, en plus, des propriétés hydrauliques. La perte au feu des cendres volantes, déterminée conformément à l'EN 196-2, mais avec un temps de calcination de 1 h, ne doit pas excéder 5,0 % en masse.

Il est également possible d'accepter des cendres volantes dont la perte au feu est comprise entre 5,0 % et 7,0 % en masse, à condition que les exigences particulières de durabilité, et notamment en ce qui concerne la résistance au gel, et la compatibilité avec les adjuvants, soient respectées, en application des normes et/ou règlements en vigueur sur le lieu d'utilisation du béton ou du mortier. Dans le cas de cendres volantes dont la perte au feu est comprise entre 5,0 % et 7,0 % en masse, la limite maximale de 7,0 % doit être mentionnée sur l'emballage et/ou sur le bon de livraison du ciment.

NOTE : Si la teneur en sulfate (SO_3) de la cendre volante excède la limite supérieure admissible pour la teneur en sulfate du ciment, cette donnée doit être prise en compte dans la fabrication du ciment en réduisant en conséquence la quantité des constituants contenant des sulfates de calcium. [3]

e. Schiste calciné (T)

Le schiste calciné, et en particulier le schiste bitumineux calciné, est produit dans un four spécial à une température d'environ 800 °C. En raison de la composition des matériaux naturels et du procédé de production, le schiste calciné contient des phases du clinker, principalement du silicate bicalcique et de l'aluminate monocalcique. Il contient également, outre de petites quantités de chaux libre et de sulfate de calcium, des quantités plus importantes d'oxydes réagissant de façon pouzzolanique, notamment SiO₂. En conséquence, le schiste calciné finement broyé présente, outre des propriétés pouzzolaniques, des propriétés fortement hydrauliques, comme le ciment Portland.

Déterminée conformément à l'EN 196-1, la résistance à la compression à 28 jours du schiste calciné convenablement broyé doit être supérieure ou égale à 25,0 MPa. Le mortier doit être préparé à partir de schiste calciné finement broyé seul, au lieu du ciment. Les éprouvettes de mortier doivent être démoulées 48 h après leur préparation et conservées en atmosphère humide d'au moins 90 % d'humidité relative jusqu'à l'essai.

Déterminée conformément à l'EN 196-3, sur un mélange contenant 30 % en masse de schiste calciné broyé et 70 % en masse d'un ciment CEM I conforme à l'EN 197-1, l'expansion (stabilité) du schiste calciné ne doit pas dépasser 10 mm.

NOTE : Si la teneur en sulfate (SO₃) du schiste calciné excède la limite supérieure admissible pour la teneur en sulfate du ciment, cette donnée doit être prise en compte dans la fabrication du ciment en réduisant en conséquence la quantité des constituants contenant des sulfates de calcium. [3]

f. Calcaire (L, LL) :

Le calcaire doit respecter les exigences suivantes :

- a)** La teneur en carbonate de calcium (CaCO₃) calculée à partir de la teneur d'oxyde de calcium (CaO) doit être supérieure ou égale à 75 % en masse.
- b)** La teneur en argile déterminée par l'essai au bleu de méthylène conformément à l'EN 933-9 ne doit pas être supérieure à 1,20 g/100 g. Cet essai implique que le calcaire soit broyé à une finesse d'environ 5 000 cm²/g déterminée en termes d'aire massique, conformément à l'EN 196-6 ;

c) La teneur totale en carbone organique doit, lorsqu'elle est déterminée selon EN 13639 :1999, être conforme à l'un des critères suivants :

- LL : inférieure à 0,20 % en masse.
- L : inférieure à 0,50 % en masse. [3]

g. Fumée de silice (D)

La fumée de silice provient de la réduction de quartz de grande pureté par du charbon dans des fours à arc électrique utilisés pour la production de silicium et d'alliages de ferrosilicium ; elle est formée de particules sphériques contenant au moins 85 % en masse en silice amorphe.

La fumée de silice doit satisfaire aux exigences suivantes :

a) la perte au feu, déterminée conformément à l'EN 196-2, mais avec un temps de calcination de 1 h, doit être inférieure ou égale à 4,0 % en masse.

b) l'aire massique (BET) de la fumée de silice non traitée, déterminée conformément à l'ISO 9277, doit être supérieure ou égale à 15,0 m²/g.

Lorsqu'elle est destinée à être broyée avec du clinker et du sulfate de calcium, la fumée de silice peut être soit dans son état d'origine, soit densifiée, soit granulée (avec de l'eau). [3]

I.2.2. Constituants secondaires

Les constituants secondaires sont spécialement sélectionnés ; ce sont des matériaux minéraux naturels, ou des matériaux minéraux dérivés du processus de fabrication du clinker ou des constituants spécifiés, sauf s'ils sont déjà inclus en tant que constituants principaux du ciment.

Les constituants secondaires améliorent les propriétés physiques des ciments (telles que l'ouvrabilité ou la rétention d'eau), après une préparation adaptée et du fait de leur granulométrie. Ils peuvent être inertes ou présenter des propriétés faiblement hydrauliques, hydrauliques latents ou pouzzolaniques. Aucune exigence vis-à-vis de ces propriétés n'est toutefois établie.

Les constituants secondaires doivent être préparés correctement, c'est-à-dire qu'ils doivent être sélectionnés, homogénéisés, séchés et pulvérisés, en fonction de leur état à la production ou à la livraison. Ils ne doivent pas accroître sensiblement la demande en eau du ciment, ni diminuer

en aucune manière la résistance du béton ou du mortier à la détérioration, ni diminuer la protection des armatures contre la corrosion.

NOTE : Il convient que le fabricant fournisse, sur demande, des renseignements relatifs aux constituants secondaires du ciment. [3]

a. Sulfate de calcium

Le sulfate de calcium est ajouté aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication, pour réguler la prise.

Le sulfate de calcium peut être du gypse (sulfate de calcium dihydraté, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), de l'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$), de l'anhydrite (sulfate de calcium anhydre CaSO_4) ou tout mélange de ceux-ci. Le gypse et l'anhydrite existent à l'état naturel. Le sulfate de calcium existe également sous forme de sous-produit de certains procédés industriels. [3]

b. Additifs

La quantité totale des additifs doit être inférieure ou égale à 1,0 % en masse de ciment (exception faite des pigments). La proportion des additifs organiques, sous forme d'extrait sec, doit être inférieure ou égale à 0,5 % en masse du ciment.

Ces additifs ne doivent pas favoriser la corrosion des armatures ni altérer les propriétés du ciment ou du béton ou du mortier fabriqué avec ce ciment.

Lorsque des adjuvants du béton, mortier ou coulis conformes aux différentes parties de l'EN 934 sont utilisés dans le ciment, la notation normalisée leur correspondant doit figurer sur l'emballage ou le bon de livraison. [3]

Tableau 1. Sources des matières premières entrant dans la fabrication du ciment portland [3]

Chaux	Fer	Silice	Alumine	Sulfate
Aragonite*	Argile*	Argile*	Argile*	Anhydrite
Argile	Minerai de fer*	Basalte	Bauxite	Gypse*
Calcaires*	Poussières de haut	Calcaires	Calcaires	Sulfate de
Calcite*	fourneau	Cendres d'écorce de	Cendres volantes*	calcium
Coquillages	Poussières de	riz	Granodiorite	
Craie	laminoirs*	Cendres volantes	Laitiers	
Déchets alcalins	Pyrite calcinée	Grès	Laitier de cuivre	
Laitiers	Résidus de nettoyage	Laitiers	Minerai	
Marbre	de minerais	Marne*	d'aluminium*	
Marne*	Schistes	Pierre à ciment	Pierre à ciment	
Pierre à ciment		Quartzite	Résidus de nettoyage	
Poussière de four		Résidus de nettoyage	de minerais Schistes*	
à ciment		de minerais	Staurolite	
Schistes*		Sable*	Terre à foulons	
Terre à foulons		Schiste*		
		Silicate de calcium		

Chapitre II
Fabrication Du Ciment Portland

II.1. Fabrication Du Ciment Portland

Par définition, le ciment portland est le produit que l'on obtient en réduisant en poudre un clinker constitué essentiellement de silicates de calcium hydrauliques auxquels on ajoute diverses formes de sulfate de calcium, du calcaire et de l'eau, ainsi que divers produits d'addition, au choix du fabricant.

Les ciments et liants minéraux sont constitués de phases solides anhydres ou partiellement hydratées. Celles-ci sont susceptibles de subir un processus de consolidation appelé durcissement qui correspond :

- Soit à une réaction solide-liquide : il s'agit alors d'une hydratation qui conduit à un solide autre que celui de départ. Les liants hydrauliques ainsi obtenus peuvent agglomérer des matières inertes appelées granulats, comme le sable dans le cas des mortiers, ou comme des graviers, des cailloux et du sable dans le cas des bétons. Dans la catégorie des liants hydrauliques, on trouve le ciment portland artificiel (CPA) et les ciments dérivés, le ciment alumineux et le plâtre.
- Soit à une réaction solide-gaz : il s'agit alors d'un sel qui cristallise. Pour la chaux Ca(OH)_2 , le phénomène de consolidation est dû à l'action du gaz carbonique de l'air qui conduit à la formation d'un sel insoluble le carbonate de calcium CaCO_3 .

Une cimenterie dispose généralement de deux carrières :

- Une carrière de calcaire ou de marne riche en calcaire,
- Une carrière d'argile ou de marne riche en argile. [4]

a. Première étape : préparation du mélange appelé cru de cimenterie

Les matières premières sont très soigneusement dosées et mélangées, de façon à obtenir une composition parfaitement régulière.

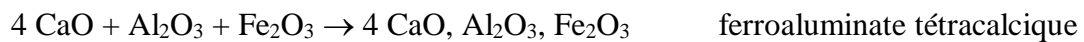
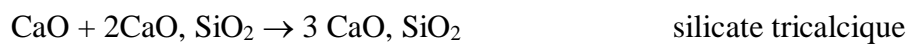
Elles sont ensuite très finement broyées dans des broyeurs rotatifs à boulets pour obtenir un mélange parfaitement homogène des constituants et permettre les réactions ultérieures.

On obtient soit une poudre appelée farine, soit des boulettes agglomérées par addition de 10 à 16 % d'eau, soit une pâte fluide contenant 30 à 45 % d'eau. [5]

b. **Deuxième étape : « la cuisson » – le clinker**

La « cuisson » se fait à une température de 1450 °C.

A cette température, les composants se combinent pour donner des silicates bi et tricalciques, du ferroaluminate tétracalcique et de l'aluminate tricalcique.



La chimie des ciments utilise les abréviations suivantes : CaO : C MgO : M Al₂O₃ : A
Fe₂O₃ : F Na₂O : N K₂O : K H₂O : H

On notera donc C₂S le silicate bicalcique, C₃S le silicate tricalcique, C₄AF le ferroaluminate tétracalcique et C₃A l'aluminate tricalcique.

II.2. Procédés de fabrication

Trois procédés sont utilisés

1. Par voie humide pour la pâte fluide ce qui nécessite l'emploi d'un four rotatif long de 100 à 200 m,
2. Par voie semi-sèche pour les boulettes ce qui nécessite un four à grille mobile suivi d'un four rotatif court,
3. Par voie sèche pour la « farine » ce qui nécessite un four rotatif long de 100 à 200 m avec des échangeurs internes ou des échangeurs à cyclones associés à un four rotatif court de 50 à 80 m

Dans l'ensemble de cuisson, au fur et à mesure de l'élévation de température, les opérations suivantes se déroulent :

- De 0 à 550°C : élimination progressive de l'eau libre et de l'eau de constitution des matières premières
- De 550 à 900 °C : décarbonatation du calcaire donnant CaO (chaux vive) et CO₂ (gaz carbonique)
- De 900 à 1450 °C : formation du clinker, c'est-à-dire des composants recherchés, silicates, aluminates et ferro-aluminates de calcium. [5]

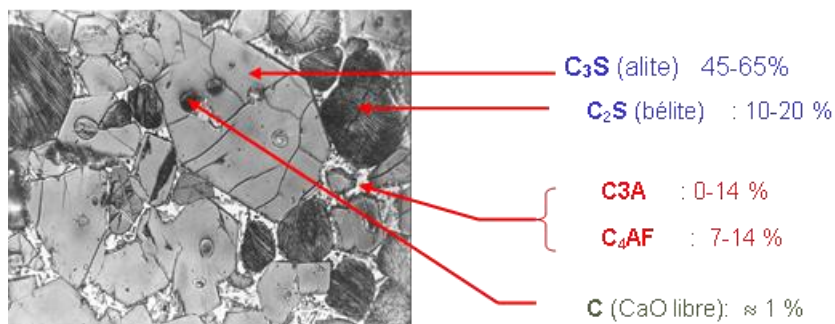


Figure 1. Image MEB de clinker

II.3. Broyage – le ciment

Le clinker doit être finement broyé pour obtenir le ciment qui réagira au contact de l'eau. Les broyeurs à ciment sont des cylindres tournants. Les corps broyants font éclater les grains de clinker et amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns.

Des distributeurs automatiques assurent un dosage défini et constant des éléments qui doivent entrer dans la composition du ciment fini : clinker + gypse (5 à 7 % destiné à assurer la régularité de la prise) + éventuellement des produits d'addition.

A la sortie du broyeur, le ciment est transporté mécaniquement ou pneumatiquement vers les silos où il est stocké en attente d'expédition.

Les ciments les plus fréquents sont les suivants :

- Ciment Portland composé (Flextremo 3R et 4R, qui sont des ciments spéciaux pour BAP)
- Ciment Portland
- Ciment Portland au calcaire
- Ciment Portland au schiste calciné
- Ciment Portland au laitier

Les ciments suivants conviennent mieux à la fabrication de béton répondant à des exigences plus élevées, telles que haute résistance, délai de décoffrage raccourci

II.3. Principaux ciments

➤ CPA-CEM I : Ciment Portland

Il contient au moins 95 % de clinker et éventuellement un constituant secondaire pour compléter à 100 %.

a. CPJ-CEM II/A et B : Ciment Portland composé

Les ciments CPJ-CEM II/A sont constitués d'au moins 80 % de clinker. Les CPJ-CEM II/B sont constitués d'au moins 65 % de clinker. Un ou plusieurs des constituants énumérés à l'article 1 forment les parts restantes.

Ces ciments existent dans la plupart des classes (de 32,5 à 52,5) à l'exception des CPJ-CEM II/B qui ne sont pas produits dans les classes 52,5 et 52,5 R.

b. CHF-CEM III/A et B : Ciment de haut fourneau

Les ciments de haut fourneau contiennent de 35 % à 64 % de clinker pour le CHF-CEM III/A et 20 % à 34 % pour le CHF-CEM III/ B, le reste des constituants étant du laitier avec éventuellement 5 % au maximum de constituants secondaires

c. CLK-CEM III/C : Ciment de haut fourneau

Ce ciment contient de 81 % à 95 % de laitier, le reste des constituants étant du clinker ou des constituants secondaires (5 % au maximum). Il existe en classe 3

d. CPZ-CEM IV/A et B : Ciment pouzzolanique

Les ciments pouzzolaniques contiennent de 65 % à 90 % de clinker pour le CPZ-CEM IV/A et de 45 % à 64 % pour le CPZ-CEM IV/B, le reste des constituants étant de la pouzzolane naturelle, des cendres volantes siliceuses ou de la fumée de silice, avec éventuellement 5 %, au maximum, de constituants secondaires. Ces ciments sont actuellement produits dans la classe 22,5 des ciments à usage tropical (norme NF P 15-302).

e. CLC-CEM V/A : Ciment au laitier et aux cendres

Ce ciment contient de 40 % à 64 % de clinker, de 18 % à 30 % de cendres volantes siliceuses et de 18 % à 30 % de laitier, avec éventuellement 5 % au maximum de constituants secondaires. Le CLC-CEM V/B prévu par la norme n'est actuellement pas produit.

II.3. Composition minéralogique et chimique de ciment

Pendant la cuisson des matières premières dans le four rotatif, les oxydes se lient entre eux pour former les minéraux du clinker qui sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 2. Composition minéralogique.

Notation	Nom	Formule chimique	Teneur en %
C ₃ S	Silicate tricalcique (l'alite)	3CaO. SiO ₂	45 à 65%
C ₂ S	Silicate bi calcique (bélite)	2CaO. SiO ₂	15 à 35%
C ₃ A	Aluminate tricalcique (celite)	3CaO. Al ₂ O ₃	4 à 14%
C ₄ AF	Alumino-ferrite tétracalcique (félite)	4CaO. Al ₂ O ₃ . Fe ₂ O ₃	10 à 18%

Tableau 3. Composition chimique de ciment

Les oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	F ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₃	TiO ₂	Cl	P.F
Minimum (%)	20.0	3.7	1.7	61.0	1.7	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.15	0	0.2
Maximum (%)	24.3	7.1	5.7	68.1	4.0	1.4	0.7	1.3	0.6	1.2	0.4	0.1	1.1

II.4. Propriétés des ciments

II.4.1. La consistance normale

La consistance de la pâte de ciment est sa plus ou moins grande fluidité. C'est une caractéristique qui évolue au cours du temps. Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres, il faut pouvoir partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées. La consistance dite "consistance normalisée" peut être déterminée par l'essai en utilisant un appareil qui s'appelle "Vicat"

La distance (d) caractérise l'aptitude de la consistance de la pâte étudiée.

- Si $d = 6\text{mm} \pm 1\text{mm}$, on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée, (Consistance normalisée).
- Si (d) n'atteint pas cette valeur (c.à.d. $d > 7\text{ mm}$ ou $d < 5\text{mm}$), il convient de refaire l'essai avec une valeur différente du rapport E/C jusqu'à atteindre la valeur recherchée de la consistance.

I.1.5.3. Le temps de prise :

(Norme NF P 18-362): compte tenu de la température ambiante, le coulis ne devra pas faire prise trop tôt (risque d'obturation des gaines), ni trop tard (risque d'exsudation). Les temps de prise sont mesurés à trois températures différentes : 5, 20 et 30 °C.

Par temps chaud, le début de prise déterminé à 30 °C devra être supérieur à 3 h. Par temps froid, la fin de prise déterminée à 5 °C devra être inférieure à 24 h (au-delà, le risque de gel du coulis devient important).

II.4.2. Surface spécifique de Blaine (SSB)

Elle permet de mesurer la finesse de mouture d'un ciment. Elle est caractérisée par la surface spécifique ou surface développée totale de tous les grains contenus dans un gramme de ciment (norme NF EN 196-6). Elle s'exprime en cm^2/g . Suivant le type de ciment, cette valeur est généralement comprise entre 2800 et 3500 cm^2/g . Plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ces résistances mécaniques à un âge jeune sont grandes, par contre plus le ciment est sensible à l'éventuellement et plus le retrait est important.

II.4.3. Résistances mécaniques

Les résistances mécaniques des ciments sont déterminées par les essais sur mortier dit "normal", à 28 jours d'âges en traction et en compression des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{cm}^3$. La résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment. Elle dépend de la classe de ciment et est exprimée en MPa.

Chapitre III
Etude expérimentale

a) Introduction

Quatre échantillons d'argile sont préparés par réaliser cette étude, l'objectif essentiel basé sur la substitution d'une quantité de ciment par ces argiles sans et avec traitement thermique, une série de caractérisation nous a permis de contrôler la composition chimique et minéralogique, ainsi les propriétés physico-mécaniques de mélange argile-ciment.

III.1. Matériaux d'étude

III.1.1. Ciment

Le ciment utilisé est un ciment de type CEM I, composé de 60.92 % de silicate tricalcique (C_3S), 6.06% de silicate bicalcique (C_2S), 8.29 % aluminat tricalcique (C_3A), et 9.25 % d'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) ; la composition chimique selon la norme NF EN 196-4 est présentée dans le tableau suivant

Tableau 4. Composition chimique du ciment

Oxyde	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	SO ₃	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃
Teneurs	0,17	1,58	5,07	19,96	0,11	2,45	0,75	63,39	0,23	0,03	3,04

III.1.2. Adjuvant

L'adjuvant utilisé dans ce travail est un produit employé par Sika, sous le nom **SIKA VISCOCRETE TEMPO 544** : il s'agit d'un superplastifiant haut réducteur d'eau polyvalent de nouvelle génération non chloré à base de polycarboxylates modifiés. Conforme à la norme NF EN 934-2.

La notice technique du produit donne les propriétés suivantes :

- AspectLiquide Marron.
- Densité.....1.07±0.01.
- PH.....5±1.
- Teneur en Na₂OEq≤1%.
- Teneur en ions Cl⁻.....≤0.1%
- Extrait sec32±1.2%

La plage d'utilisation recommandée varie de 0.5 à 3% du poids du liant ou du ciment selon la fluidité et les performances recherchées. La plage d'utilisation usuelle est de 0.6 à 1.5% du poids du ciment ou du liant, dans notre travail nous avons utilisé un dosage de 1% de la masse de liant équivalent

III.1.3. Argile

Dans cette étude, quatre argiles ont été utilisés, ils proviennent de refus industriels de gisement, ces argiles sont différenciées et codées comme suivant : 2 RGC-IMY-Cyclone, 10 RGC-IMY-Cyclone, 5 RGC-IMY-Sand et RGC-IMY Goverseth Mag

III.2. Caractérisation des argiles

III.2.1. Morphologie

La microscopie électronique à balayage est basée sur l'interaction entre un faisceau d'électron et une matrice cristalline ou non. Le faisceau d'électrons secondaires ou celui des électrons rétrodiffusés est utilisé pour obtenir une image de l'échantillon irradié avec une résolution de l'ordre de 0.01 micron. Cette technique donne des informations sur le relief de l'échantillon, la morphologie des grains et leur agencement. Une option supplémentaire basée sur le spectre de dispersion en énergie (EDAX) donne une information semi-quantitative sur le contenu chimique.

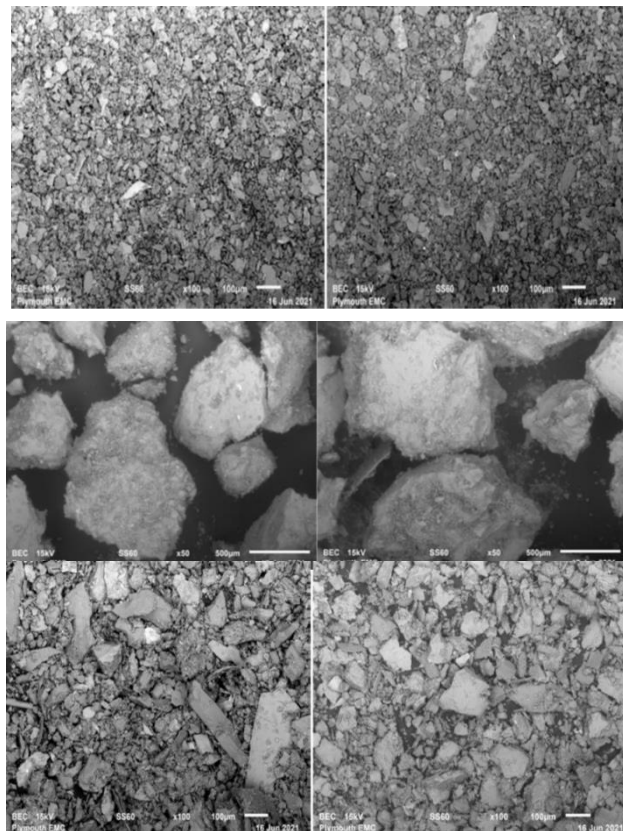


Figure 2. Image MEB des argiles : a. 2- RGC, b. 10-RGC, c. RGC-IMY-Sand

Les résultats ont montré que tous les échantillons de poudre ont des formes non uniformes et irrégulières avec des tailles de particules différentes.

L'observation microscopique a été réalisée par voie environnemental dite ESEM (sans métallisation), dans des conditions de vide réduit à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type Quanta 250 (FEI) doté d'un filament de tungstène comme une source d'électron, l'énergie de faisceau pour générer les électrons est de 15 kV et une résolution de 100 μm

La forme des particules joue un rôle important en termes de degré de réactivité (la surface la plus élevée, la meilleure particule réactive) et a une influence directe sur la maniabilité du mélange, donc sur la résistance du produit final. Dans ce cas, un processus d'activation mécanique sera efficace pour augmenter le degré de réactivité de la poudre lorsqu'elle est utilisée dans les systèmes mélangés.

III.2.2. Distribution granulométrique

Cette analyse est réalisée par granulomètre laser Mastersizer 2000 (mode sèche), mesurant la taille des particules sur une gamme de 0.02 μm à 2 mm. La distribution granulométrique est déduite de l'interaction entre un ensemble de particules et le faisceau laser incident par l'analyse de la tache de diffraction du faisceau, avec son logiciel intuitif et son ergonomie, La gamme Mastersizer permet aux utilisateurs de réaliser ces mesures de granulométrie rapidement et facilement.



Figure 3. Granulomètre laser Metasizer 2000

d(0.1): 2.983 um

d(0.5): 14.550 um

d(0.9): 43.836 um

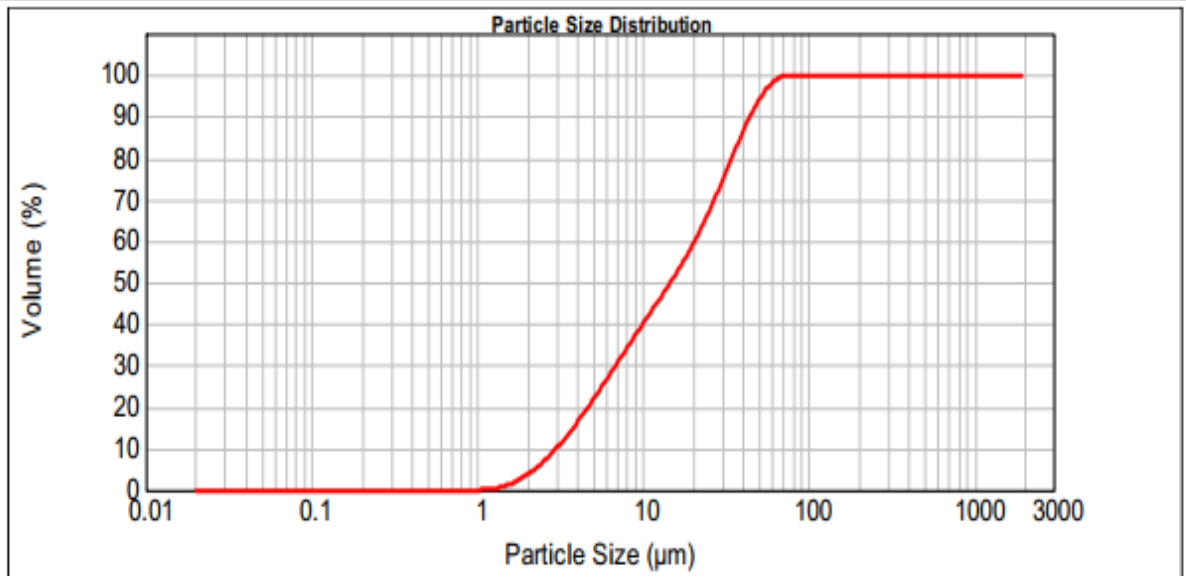


Figure 4. Courbe cumulative de l'argile RGC imy sande

d(0.1): 0.105 um

d(0.5): 2.270 um

d(0.9): 8.307 um

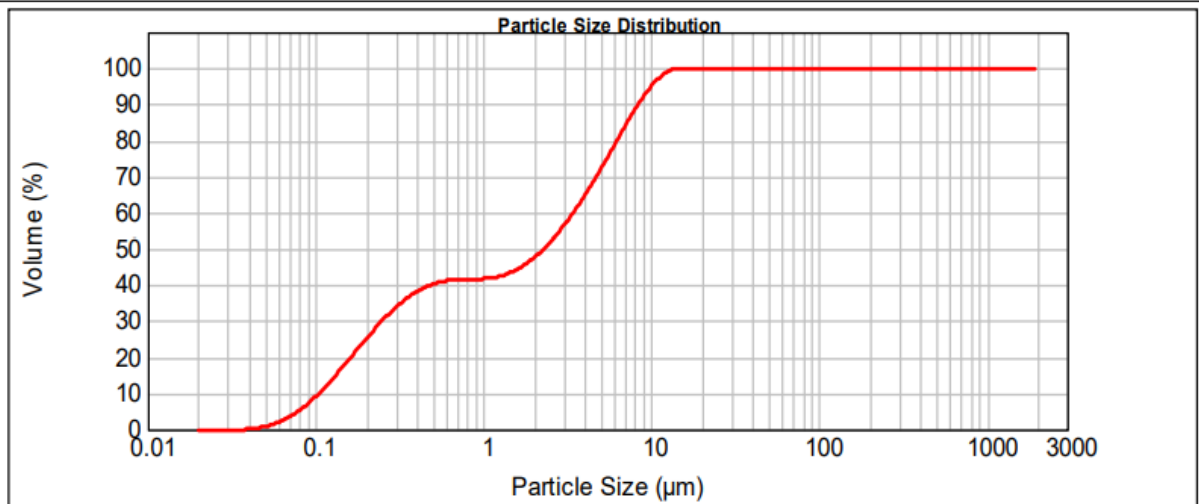


Figure 5. Courbe cumulative de l'argile RGC-MAG

Tableau 5. Propriétés granulométriques des argiles

L'échantillon	d ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	C.U (D ₆₀ /D ₁₀)	Surface spécifique
10 RGC IMY	3,820	19,574	55,234	0,824	0.615 m ² /g
2 RGC IMY	4,278	14,475	33,093	0,611	0.638 m ² /g
RGC IMY GO	0,105	2,270	8,307	1,21	19.300 m ² /g
RGC SAND	2,983	14,550	43,836	0,9	0.792 m ² /g

III.2.3. Masse volumique

La masse volumique est un paramètre physique elle nous permet d'voire des informations sur la masse d'un échantillon ou d'un corps devisé par son volume, la masse volumique est représenter par le symbole (ρ), on utilise aussi. La masse volumique absolue est déterminée en utilisant le densimètre de Le Chatelier pour déterminer la masse volumique absolu de l'échantillon

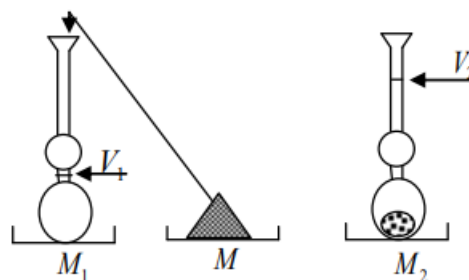


Figure 8. Mesure de la masse volumique

La masse volumique absolue est donnée par :

$$\rho_{\text{abs}} = (M_2 - M_1) / (V_2 - V_1)$$

Où : M₁ : Masse de (cellule + benzène).

M₂ : Masse de (cellule + benzène + ciment).

V₁ : Le volume du benzène initial.

V₂ : Le volume du benzène final (après introduction du ciment).

Tableau 6. Masse volumique des argiles

Nom d'échantillon	La masse volumique ρ (g/cm ³)
RGC-IMY-SAND	2,690
RGC-IMY-GOVERSETH	2,680
2'RGC-IMY-CYCLONE	2,657
10'RGC-IMY-CYCLONE	2,709

III.2.3. Surface spécifique de Blaine

La surface spécifique permet de déterminer la finesse du ciment, argile ; Qui est une caractéristique importante, La finesse d'un ciment est exprimée par sa surface spécifique qui exprime la surface étendue des grains de l'unité de masse du ciment. Elle est généralement exprimée en cm²/g

La méthode utilisée pour mesurer la surface spécifique est la perméabilité à l'air « Méthode de Blaine » selon la modalité de la norme NF EN 196-6. Basée sur la mesure de temps de passage d'un volume d'air connu à travers la poudre à analyser. Plus la surface spécifique de la poudre est importante et plus le temps mis par l'air pour traverser la poudre est long. L'appareil utilisé dans cet essai est appelé Appareil Blaine figure, comme indique la figure XX

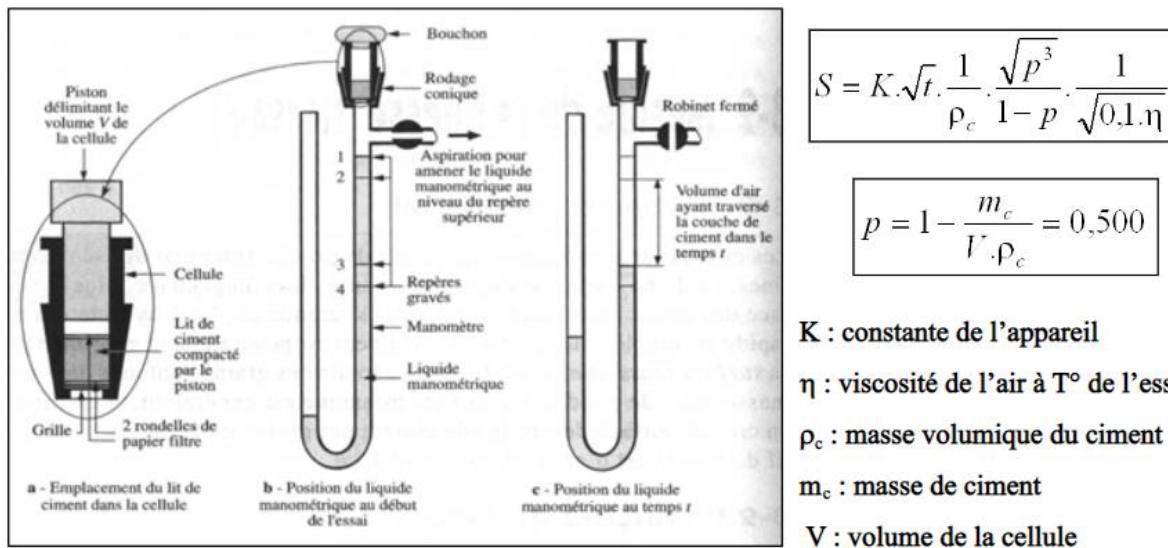


Figure 9. Principe de mesure de l'SSB



Figure 10. Banc d'essai SSB

Tableau 7. Surface spécifique de Blaine

Nom d'échantillon	La masse volumique ρ (g/cm ³)	Surface spécifique du Blaine (cm ² /g)
RGC-IMY-SAND	2,690	3792
RGC-IMY-GOVERSETH	2,680	5602
2'RGC-IMY-CYCLONE	2,657	5339
10'RGC-IMY-CYCLONE	2,709	3186

Comparaissant les résultats de la surface spécifique de Blain avec celle déterminée par granulométrie laser, un écart important est observé, le sens de finesse est généralement le même, par contre, les valeurs ne sont pas en cohérence, notons dans ce sens que l'étalonnage de l'SSB est réaliser par rapport un ciment dite étalon, alors que les poudre testé ne sont pas des ciment, dans ce cadre, la tendance actuelle s'envers vers les résultats de granulométrie laser, car cette technique basée sur l'interaction rayonnement laser-poudre ne nécessite pas des paramètres qui peut être perturbés par plusieurs facteurs tale que l'humidité, la température, facteurs humaines.

Tableau 8. Valeurs de surface spécifique par Blaine et par laser

Nom d'échantillon	Surface spécifique du Blaine (cm ² /g)	Surface spécifique par granulométrie laze (cm ² /g)
RGC-IMY-SAND	3792	7920
RGC-IMY-GOVERSETH	5602	193000
2'RGC-IMY-CYCLONE	5339	6380
10'RGC-IMY-CYCLONE	3186	6150

III.2.4. Essai de Bleu de méthylène

L'essai bleu de méthylène également appelé essai au bleu il est utilisé pour déterminer la propriété d'un sable, d'un granulat d'une sole généralement, cet essai permet de mesurer la capacité d'adsorption du bleu de méthylène de la fraction argileuse d'un échantillon. Le bleu de méthylène est préférentiellement absorbé par les argiles gonflantes du type montmorillonites et les matières organiques, par contre les autres comme kaolinite, illite sont peu sensibles au bleu.

Le dosage s'effectue en ajoutant successivement des quantités de solution de "bleu" et en contrôlant l'adsorption au fur et à mesure. Une goutte de suspension est prélevée et est déposée sur un filtre. L'essai consiste à déterminer l'adsorption maximale obtenue lorsque la tâche est entourée d'une auréole bleu-clair persistante.

a) Appareillage

L'appareillage à utiliser est le suivant :

Une burette, papier-filtre, une tige de verre, un agitateur à ailettes, capable de vitesses de rotation contrôlées variables peuvent atteindre 600tr/min avec 3 ou 4 ailettes de 75mm de diamètre, une balance, un chronomètre, une spatule, un bécher d'une capacité d'environ 1 à 2l, une fiole d'une capacité de 1l.



Figure 11. Banc d'essai de BM



Figure 12. Essai de bleu de méthylène

b) Les résultats de cette l'essai :

Le calcul de la valeur de bleu de méthylène (MBF) en grammes de colorant par kg de fraction 0/0.125mm suivant :

$$M_{bf} = V/M * 10$$

M : la masse de la prise d'essai, en grammes

V : le volume total de solution colorée ajoutée, en millilitres.

Tableau 9. Valeurs de bleu de méthylène

Noms des échantillons	M _{BF} (g /kg)
RGC-IMY-SAND	3.3
RGC IMY-GOVERSETH	15
2'RGC-IMY-CYCLONE	3,3
10 RGC-IMY-CYCLONE	6,67

Excepté l'échantillon RGC IMY-GOVERSETH, les autres échantillons présentent des valeurs inférieures à 10 g/kg, ce qui montre que ces produits sont propres et ne contiennent pas des argiles gonflantes et des produits néfastes pour le ciment.

Concernant l'échantillon RGC IMY-GOVERSETH, la valeur élevée de bleu montre qu'il existe des argiles non stables vis-à-vis l'action de l'eau, ce qui nécessite un traitement thermique pour neutraliser ce problème.

III.2.5. Composition chimique

La composition chimique des argiles fait l'objet d'étude est déterminée par analyse spectrophotométrie de fluorescence X (FRX) , cette méthode d'émission atomique consiste à générer d'irradiation par un faisceau de rayons X primaire depuis un tube à rayons X, ce qui provoque l'émission de rayons X fluorescents dotés d'énergies discrètes caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon cette énergie se manifeste sous forme des longueurs d'ondes et d'intensité différentes de la lumière des rayons X émise par les atomes énergisés de l'échantillon. L'énergie associée à cette relaxation est unique pour chaque atome si bien que la mesurer permet d'identifier l'atome émetteur.

Tableau 10. Composition chimique des argiles avant et après traitement thermique

Sans traitement thermique												
Taux (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	P. F	Somme
10 RGC-IMY-CYCLONE	56,98	27,53	1,93	0,18	0,37	0,01	6,42	0,58	0,16	0,26	5,57	100
2RGC-IMY-CYCLONE	52,50	31,62	1,98	0,05	0,39	0,01	5,35	0,32	0,05	0,16	7,57	100
RGC-IMY-GOVERSETH MAG	45,54	36,90	1,87	0,09	0,45	0,01	3,09	0,13	0,29	0,12	11,51	100
RGC-IMY-SAND	74,05	15,24	2,12	0,26	0,37	0,01	4,91	0,39	0,08	0,30	2,27	100
Traitement thermique à 700°C												
10 RGC-IMY-CYCLONE	<i>61,86</i>	<i>26,79</i>	<i>2,02</i>	<i>0,23</i>	<i>0,24</i>	<i>0,01</i>	<i>6,61</i>	<i>0,66</i>	<i>0,30</i>	<i>0,32</i>	<i>0,96</i>	100
2RGC-IMY-CYCLONE	<i>57,69</i>	<i>32,21</i>	<i>2,03</i>	<i>0,070</i>	<i>0,25</i>	<i>0,01</i>	<i>5,56</i>	<i>0,37</i>	<i>0,07</i>	<i>0,20</i>	<i>1,53</i>	100
RGC-IMY-GOVERSETH MAG	<i>53,01</i>	<i>39,44</i>	<i>1,99</i>	<i>0,16</i>	<i>0,30</i>	<i>0,01</i>	<i>3,34</i>	<i>0,19</i>	<i>0,57</i>	<i>0,16</i>	<i>0,83</i>	100
RGC-IMY-SAND	<i>73,19</i>	<i>17,05</i>	<i>2,30</i>	<i>0,37</i>	<i>0,27</i>	<i>0,01</i>	<i>5,27</i>	<i>0,42</i>	<i>0,12</i>	<i>0,39</i>	<i>0,62</i>	100
Traitement thermique à 850°C												
10 RGC-IMY-CYCLONE	<i>*61,14</i>	<i>27,59</i>	1,94	0,21	<i>0,24</i>	<i>0,01</i>	6,502	0,60	0,28	<i>0,30</i>	<i>1,18</i>	100
2RGC-IMY-CYCLONE	<i>*56,74</i>	<i>*31,76</i>	2,02	0,07	<i>0,25</i>	<i>0,01</i>	5,55	0,35	0,07	<i>0,18</i>	<i>2,99</i>	100
RGC-IMY-GOVERSETH MAG	<i>*52,50</i>	<i>*39,09</i>	1,98	0,14	<i>0,30</i>	<i>0,01</i>	3,34	0,18	0,57	<i>0,16</i>	<i>1,72</i>	100
RGC-IMY-SAND	<i>*75,81</i>	<i>14,88</i>	<i>2,09</i>	0,30	0,24	<i>0,01</i>	4,82	0,41	0,12	<i>0,34</i>	<i>0,99</i>	100

D'après le tableau, nous constatons que les échantillons analysés sont pauvres de calcaire, riche en silice, puis en alumine, ces composants principales nous informent que l'activation possible est une activation pouzzolanique, l'existence d'alumine doit être pris en considération pour vérifier le gonflement et la formation de minéraux transitoires lors et après d'hydratation.

Le traitement thermique modifier les teneurs des différentes oxydes, excepté de MgO dans le cas de 700°C, l'augmentation observée est explicable par l'effet des pertes au faux (P.F) sur la composition (règle de trois), exceptionnellement MgO pour les quatre échantillons, et Al₂O₃ pour l'échantillon 10 RGC.

Un traitement de 850°C montre qu'il y a une possibilité de transformation polymorphique pour les échantillons RGC-IMY-SAND et MAG

III.2.6. Composition minéralogique

Les composants minéralogiques sont déterminés par diffraction des Rayons X (DRX), cette technique de caractérisation est utilisée pour des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs, sous forme de poudre ou de dépôts. Très souvent appliquée aux matériaux inorganiques : minéraux, métaux, alliages, céramiques.

Le principe consiste à appliquer une différence de potentiel à travers le tube générateur des Rayons X, les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est un indice de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intracristallins). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg.

La diffraction des rayons X permet de distinguer les phénomènes de polymorphisme, liés aux des produits ayant la même composition chimique mais dont les arrangements atomiques diffèrent. Par exemple, les carbonates de calcium comme la calcite et l'aragonite, de même formule chimique (CaCO₃), les silicate SiO₂ (quartz α , quartz β , tridymite et cristobalite) ont des diagrammes de diffraction différents.

En outre, les isomorphismes, c.-à-d. phases de nature chimique différente mais dont les atomes sont organisés selon le même arrangement présentent des pics de diffraction localisés aux mêmes positions angulaires.

L'identification des poudres se fait en deux étapes, la première étape consiste à comparer les pics obtenus avec ceux contenus dans une base de données qui comprend plusieurs centaines de milliers de fiches. Cette étape est suivie par une étape de validation (match) par l'utilisateur qui doit avoir une bonne connaissance de l'échantillon, afin de lever les ambiguïtés et les confusions.

La diffraction des rayons X repose sur l'enregistrement d'un diffractogramme et sur l'analyse des pics de ce diagramme qui permet de caractériser les cristallites présentes dans l'échantillon à partir des éléments suivants :

- ✓ Position des pics : analyse qualitative, identification de phases cristallines présentes
- ✓ Largeur des pics : taille et forme des cristallites, contraintes internes
- ✓ Intensité des pics : estimation de composition chimique, analyse quantitative, orientation préférentielle

La composition minéralogique avant traitement thermique est donnée dans le tableau suivante

Tableau 11. Composition minéralogique des argiles avant traitement thermique

Minéraux	2RGC-IMY-CYCLONE	10 RGC-IMY-CYCLONE	RGC-IMY-GOVERSETH MAG	RGC-IMY-SAND
Quartz	13	08	02	46
Kaolinite	38	38	65	11
Muscovite	41	30	26	24
Orthoclase	03	17	00	12
Albite	03	05	00	03
Montmorillonite	00	00	05	00
M. ferrugineux	02	02	02	02
Autres	00	00	00	02

Nous constatons ici que l'existence de kaolinite donne une possibilité de voir une activation pouzzolanique par traitement thermique, deux programmes de traitement sont programmés, le premier programme consiste à appliquer une température de 700°C durant 1 heures, le deuxième programme consiste à appliquer une température de 800°C.

Les diagrammes sont présentés sans et avec traitement à 700 et 850°C

a. RGC-IMY-GOVERSETH MAG

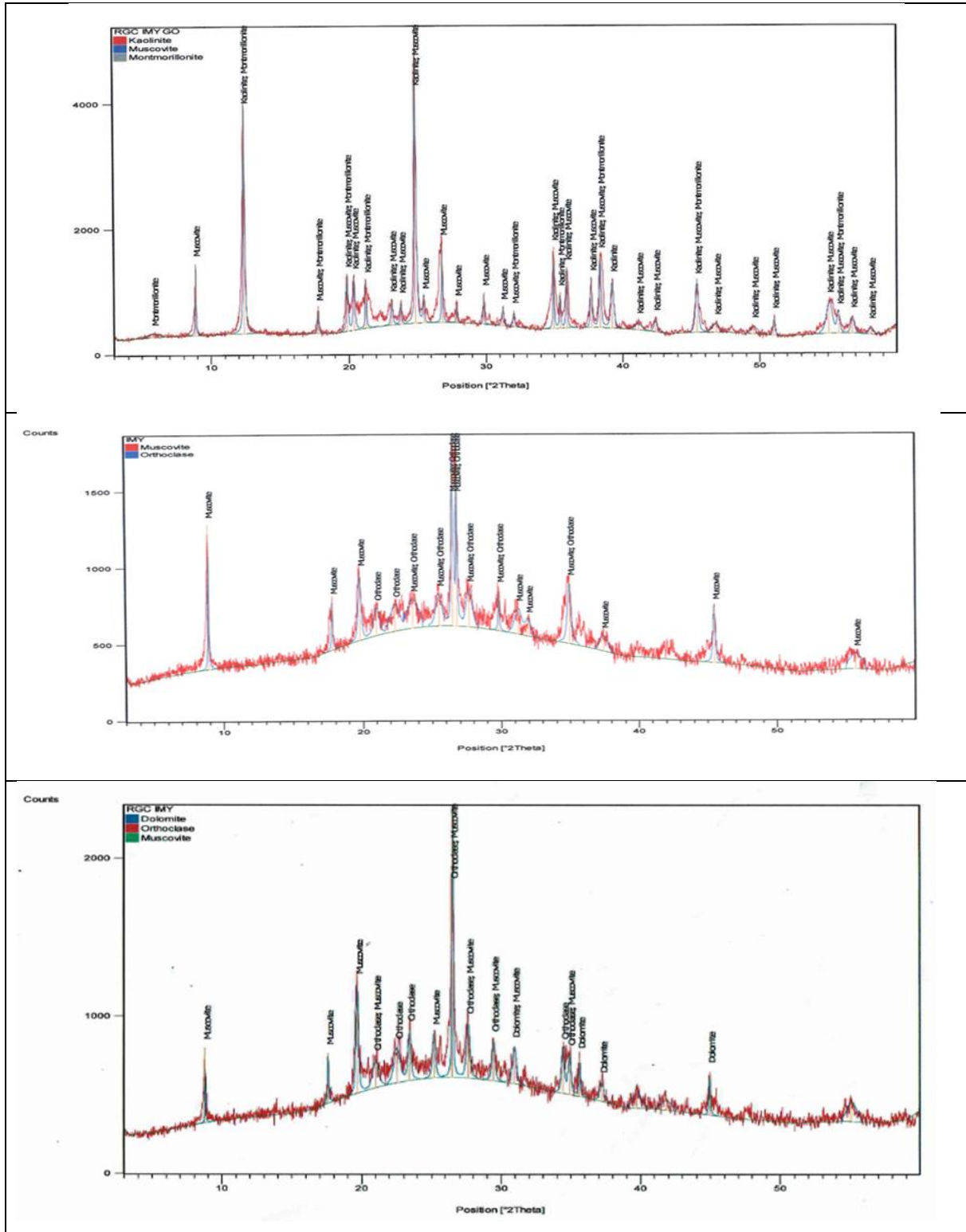


Figure 13. Diffractogramme d'argile RGC-IMY-GOVERSETH MAG à 0-700-850°C

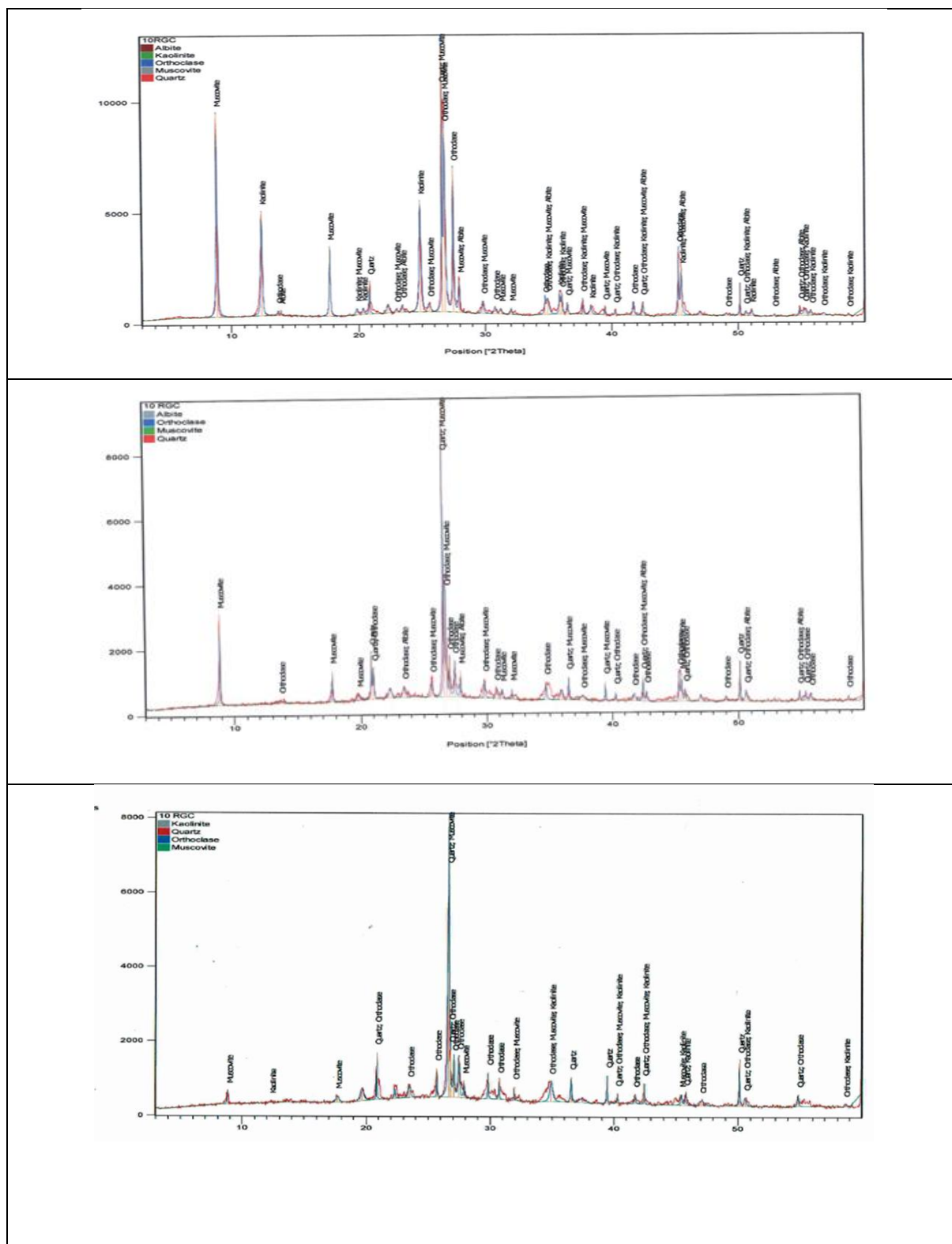


Figure 14. Diffractogramme d'argile 10-RGC à 0-700-850°C

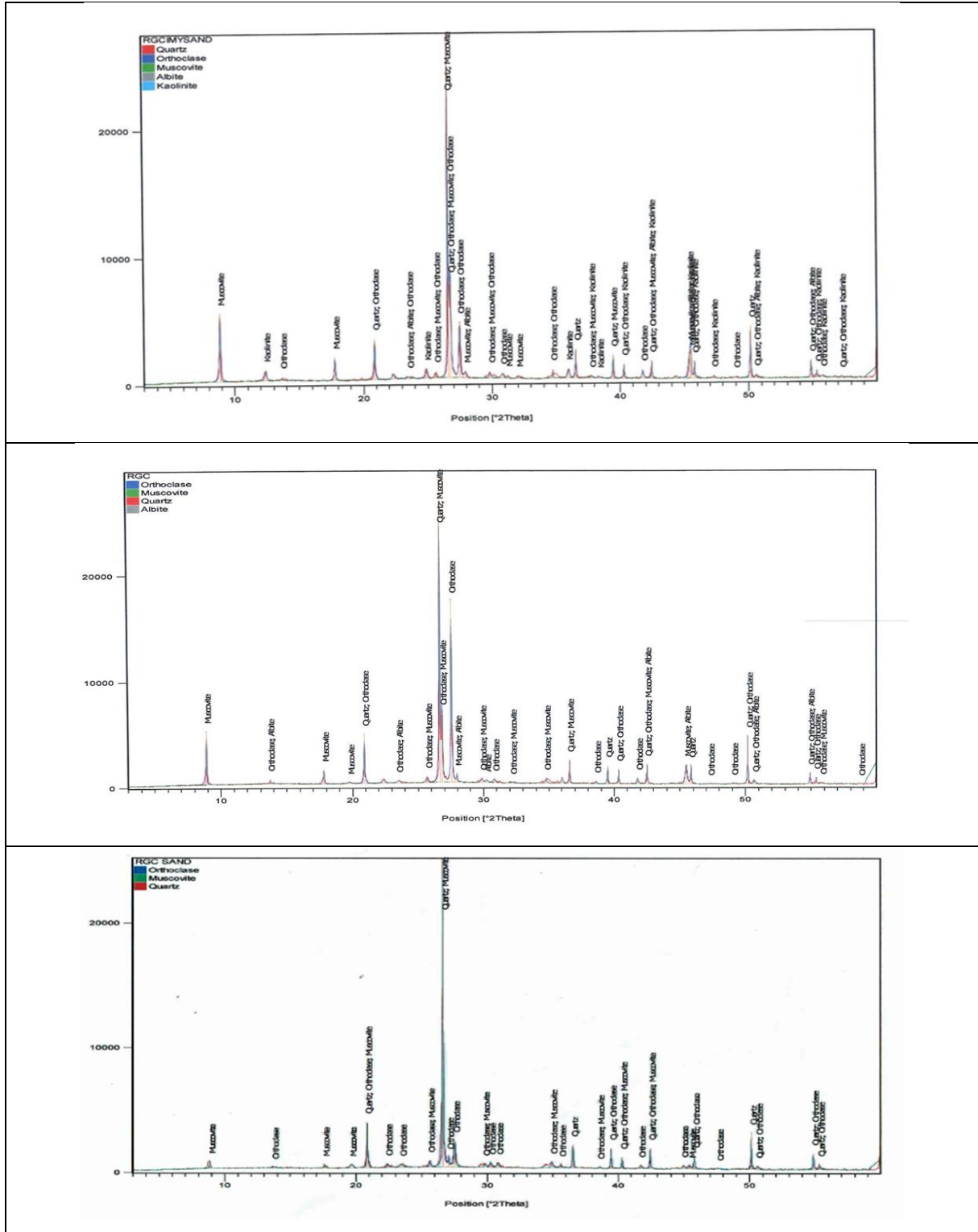


Figure 15. Diffractogramme d'argile RGC-IMY-SAND à 0-700-850°C

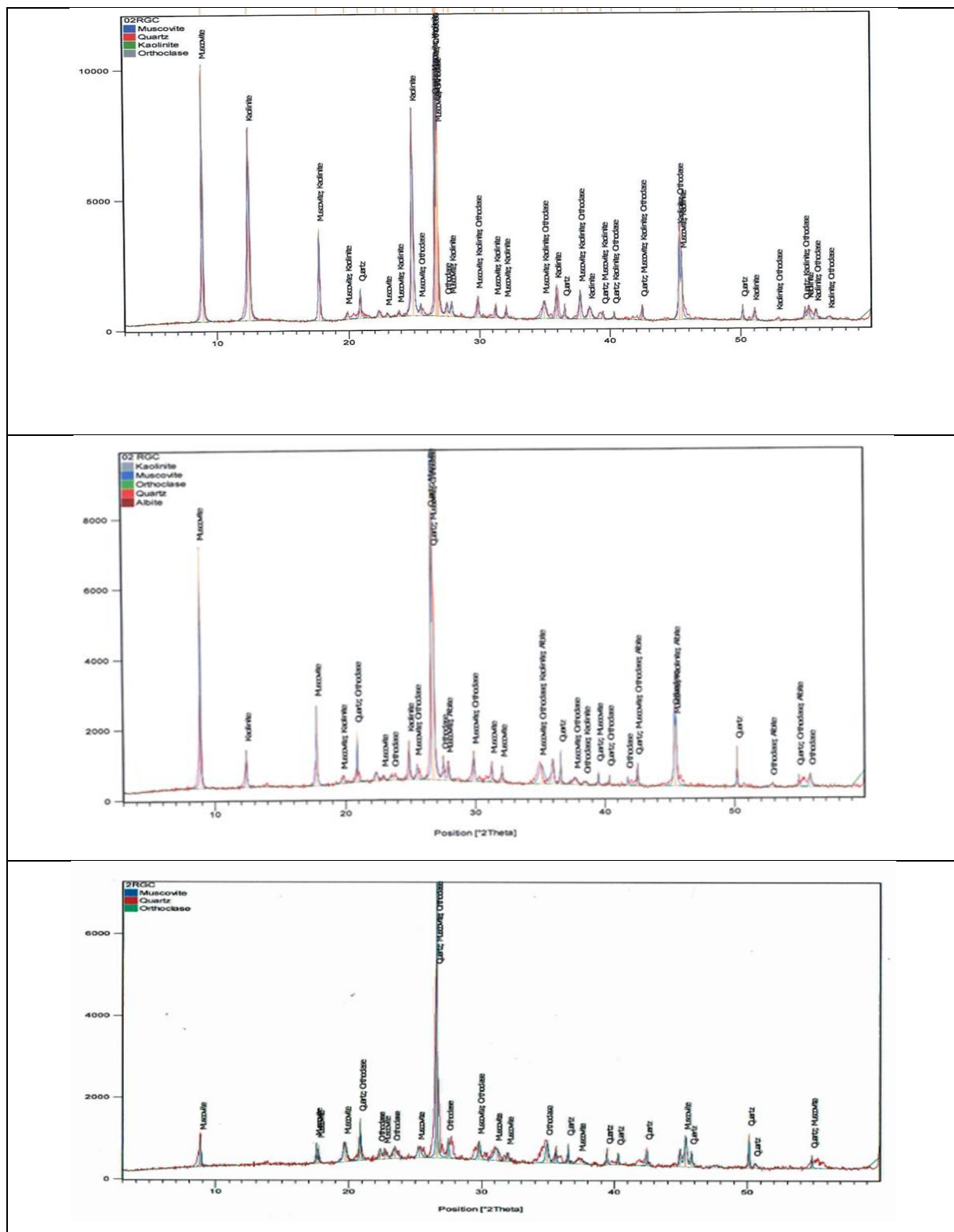


Figure 16. Diffractogramme d'argile 2-RGC-IMY-CYCLONE à 0-700-850°C

L'identification des pics montre qu'il existe des transformations polymorphiques, la composition qualitative avant et après traitement thermique est présenté dans le tableau suivant :

Tableau 12. Variation de la composition minéralogique en fonction de températures

Minéraux	2RGC-IMY-CYCLONE			10 RGC-IMY-CYCLONE			RGC-IMY-GOVERSETH MAG			RGC-IMY-SAND		
	0°C	700	850	0	700	850	0	700	850	0	700	850°C
Quartz	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	X	X	✓	✓	✓
Kaolinite	✓	✓	X	✓	X	✓	✓	✓	X	✓	✓	X
Muscovite	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Orthoclase	✓	✓	✓	✓	✓	✓	00	✓	✓	✓	✓	✓
Dolomite	X					X			✓	X		
Albite	✓	✓	X	✓	✓	X	00	X		✓	✓	X
Montmorillonite							X	X		00	X	
M. ferrugineux				✓			✓	X		✓	X	
Autres							00			✓	X	

Le traitement thermique influe sur le morphisme de la structure des argiles étudié, des transformation polymorphisme se manifeste par la disparition des minéraux comme le cas Kaolinite, quartz et Albite, et l'apparition dans d'autre cas comme l'Orthoclase dans RGC - COVERSETH à 700 et 850°C .

III.3. Comportement rhéologique des coulis

Le comportement le plus simple est le comportement Newtonien qui a une relation linéaire entre contrainte de cisaillement et taux de cisaillement. La contrainte de cisaillement de ce fluide (par exemple eau).

L'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation est correctement décrite par le modèle de Bingham., seulement un seul point est exigé pour déterminer ce comportement du fluide. Cependant, la plupart des fluides sont des fluides non-newtoniens qui signifient de plus qu'un point est exigé de décrire leur comportement d'écoulement. La pâte de ciment, mortier et béton peuvent être décrits comme des suspensions viscoplastiques. Cela veut dire qu'au-dessous d'une valeur de la contrainte critique. (Le seuil de cisaillement) la matière se comporte comme un solide mais s'écoule comme un liquide visqueux quand cette contrainte est dépassée

($\tau > \tau_0$). Le type le plus simple de ce comportement est le comportement linéaire de fluide Bingham.

Le comportement le plus simple est le comportement Newtonien qui a une relation linéaire entre contrainte de cisaillement et taux de cisaillement. La contrainte de cisaillement de ce fluide (par exemple eau) peut être décrite par (1)

$$\tau = \eta \dot{\gamma}'$$

La viscosité plastique est l'inclinaison de la ligne linéaire d'un fluide Bingham.

Dans beaucoup de cas le comportement de l'écoulement de pâte de ciment, mortier ou béton peut être exprimé par cette formule. Le seuil de cisaillement est une mesure de la force nécessaire à commencer un mouvement du béton (résistance d'écoulement), alors que la viscosité plastique est une mesure de la résistance du béton contre une vitesse augmentée de mouvement.

Cependant, les fluides n'exposent pas toujours de comportement de l'écoulement linéaire. Dans les tels cas les modèles non-linéaires comme le modèle de Herschel-Buckley peuvent être appliqués.

Afin de mettre en évidence l'influence de ces argiles sur le comportement rhéologique des coulis de ciment différentes formulations sont confectionnées pour caractériser les propriétés rhéologiques des pâtes considérées, nous avons utilisé un rhéomètre AR2000 d'un système géométrie SV-DIN à vitesse imposée.

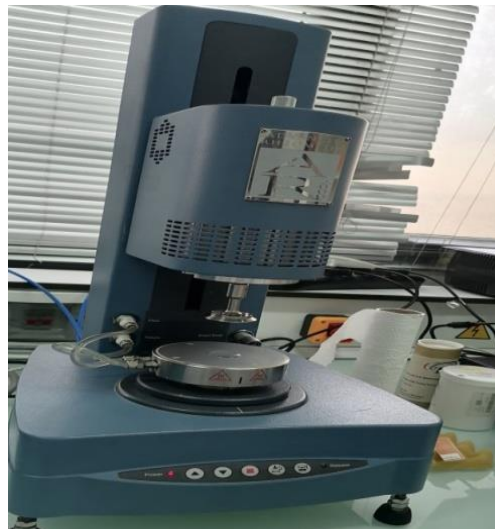


Figure 17. Rhéomètre AR2000

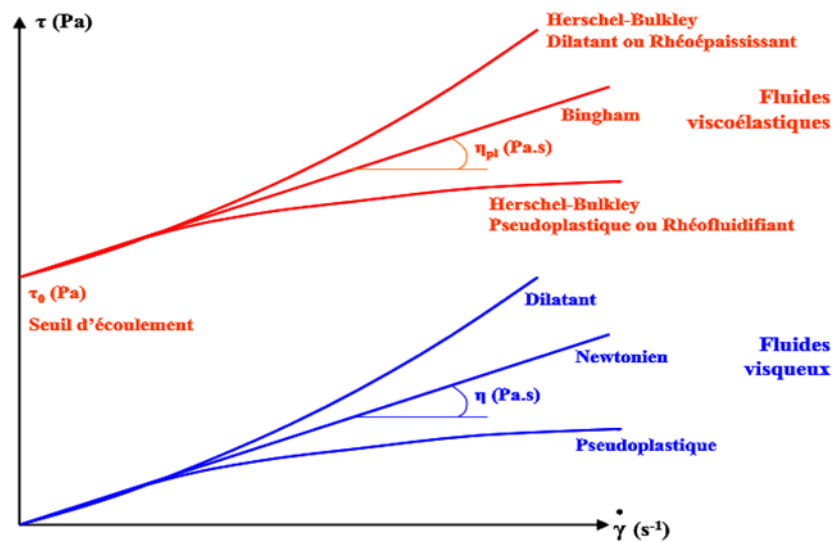


Figure 18. Différents types d'écoulement de la matière.

Tableau 13. Modèles de comportement rhéologique

<i>Différents modèles rhéologiques</i>	<i>Équation caractéristique</i>
Modèle de Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta \dot{\gamma}$
Modèle de Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n$
Modèle d'Eyring	$\tau = a \sinh^{-1}(b\dot{\gamma})$

a. Choix de la géométrie

Le choix de la géométrie de mesure dépend du rapport entre la dimension moyenne de l'entrefer et le diamètre des plus grosses particules. En pratique l'entrefer doit être supérieur à, au moins, dix fois la taille des plus grosses particules en suspension.

Toutefois, cette condition peut ne pas être suffisante et la nature du matériau à étudier doit être prise en compte

La géométrie choisie pour les essais sur les superplastifiants est très souvent de type cône – plan comme indique la figure, dans ce cas, lorsque l'angle α de l'entrefer est petit ($< 4^\circ$), les relations entre la vitesse angulaire de rotation « Ω » et le gradient de vitesse « $\dot{\gamma}$ » d'une part, entre le couple M et la contrainte « τ » d'autre part sont données par :

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{\alpha} \Omega$$

$$\tau = \frac{3}{2\pi R^3} M$$

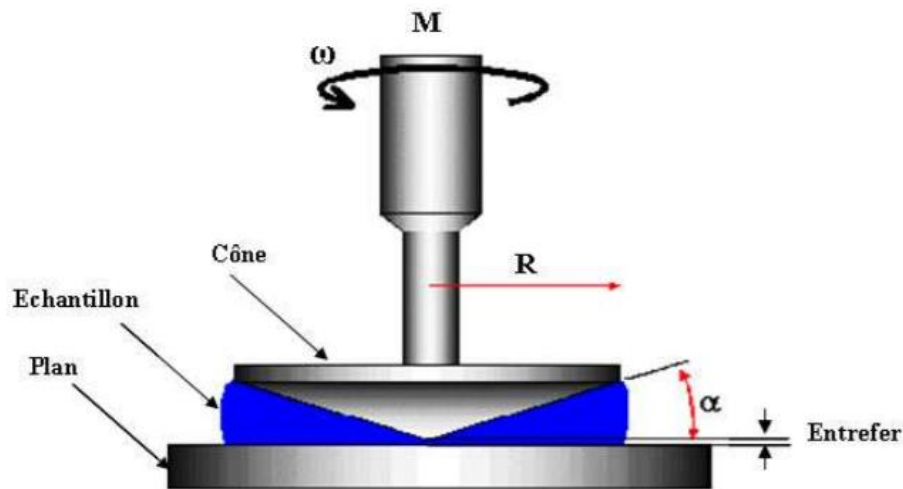


Figure 19. Géométrie con-plan

b. Formulation des coulis de ciment

Un coulis de ciment comme témoins a été préparé à partir de 100g de CEM I et un dosage en eau de 50%, les autres formulations sont obtenues par addition de 10, 20 et 30 g de différents types d'argile traités à 850°C, d'autre formulation de 30 g d'argile sans traitement avec 100g de CEM I est aussi testés pour voir l'effet thermique

III.3.1. Mode opératoire

- Peser 100g du ciment ;
- Peser les différentes quantités d'argile traité (10, 20 et 30g)
- Peser 30g d'argile non traité
- Préparer une quantité d'eau équivalentes à un rapport E/l=0.5) ;
- Mélanger les différentes formulations avec l'eau et l'adjuvant pendant au moins 5 minutes
- Mettre une certaine quantité de ce mélange dans le cylindre de rhéomètre ;
- Lancer le programme de mesure avec l'interface de logicielle Trios. Ensuite en applique une plage contrainte imposé qui traduit par une contrainte de cisaillement allant jusqu'à 500 S^{-1} , on obtient comme résultats d'output la contrainte, cette opération est répétée en augmentant la température à 20°C , puis à 30°C , les résultats sont présentés graphiquement comme indique la figure ci-après :

Une goutte de super plastifiant été placée dans l'appareil avant de démarrer les mesures, la température est réglée à 10°C . Ensuite en applique une plage contrainte imposé qui traduit par une contrainte de cisaillement allant jusqu'à 700 S^{-1} , on obtient comme résultats d'output la viscosité et la contrainte, les résultats sont présentés graphiquement comme indique la figure ci-après :

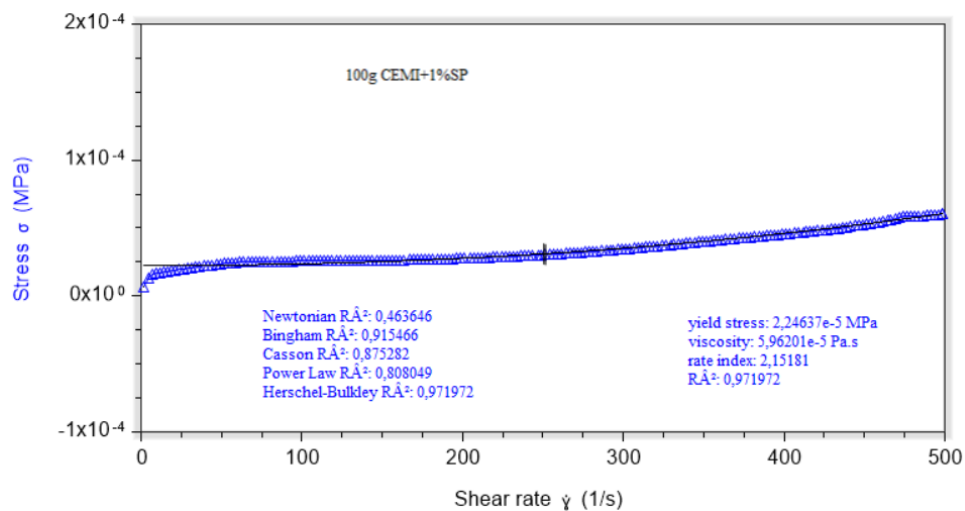


Figure 20. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement- coulis de référence

CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE

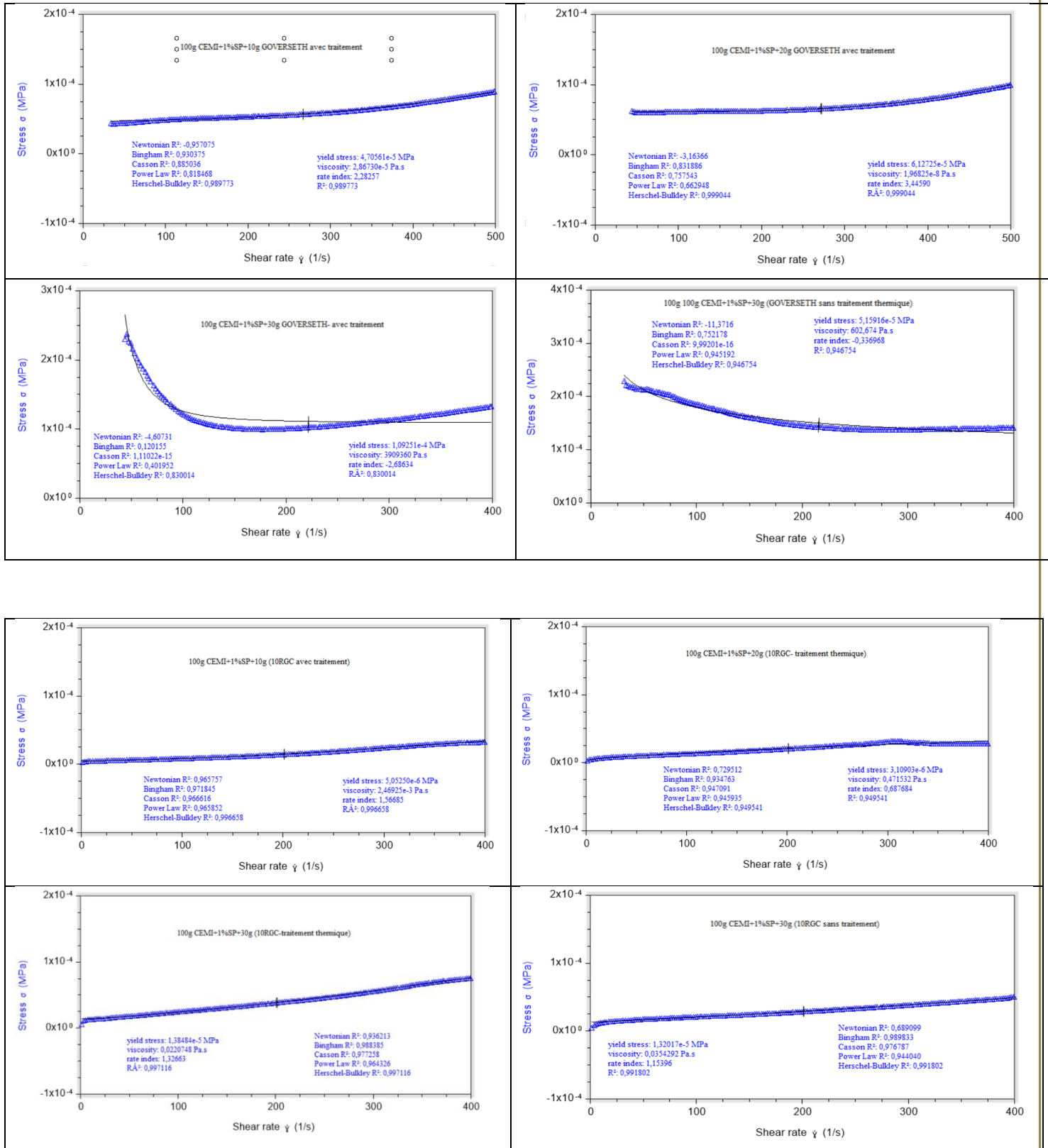


Figure 21. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement des coulis Goverseth et 10-RGC

CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE

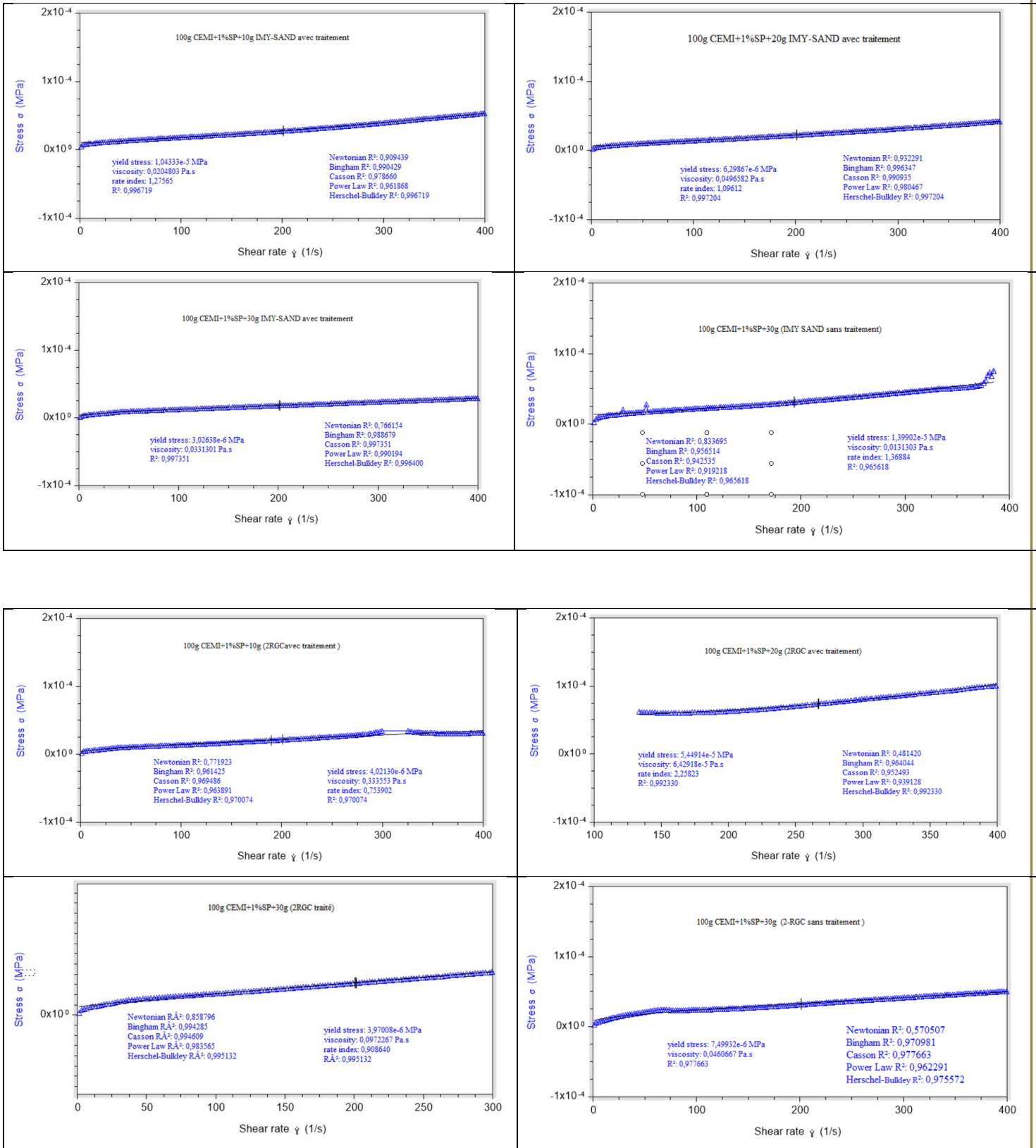


Figure 22. Rhéogramme de contrainte en fonction de vitesse de cisaillement des coulis IMY-SAND et 2-RGC

L'étude de modélisation de comportement rhéologique s'effectue entre une plage de 20 à 400 (1/S), pour rapprocher les conditions réelles de malaxage et de mis en œuvre, les différentes

formulations sont testées dans les mêmes conditions afin de discuter l'influence de taux d'incorporation sur les paramètres de modèle de comportement rhéologique, sachant que le dosage de superplastifiant est fixé à 1% de la masse du ciment

Le modèle d'hechel-bulkly est généralement adopté pour décrire l'équation phénomologique de l'évolution de la contrainte en fonction de vitesse de cisaillement dans le cas des pâtes cimentaires, le tableau ci-après, présente l'influence de taux de superplastifiant sur les indices de modèle.

D'après les résultats obtenus, nous constatons que :

- ✓ L'argile RGC-IMY-GOVERSETH MAG traité thermiquement n'influe pas sur le modèle de comportement, par contre un dosage de 30% sans traitement thermique permet de changer la tendance vers un coulis rhéofluidifiant ;
- ✓ L'argile 10-RGC-IMY-GOVERSETH MAG rendre le coulis rhéofluidifiant pour 20%, au-delà, le comportement est rhéoépaississant :
- ✓ Un dosage de 30% de 2-RGC sans et avec traitement thermique permet de fournir un comportement rhéofluidifiant

III.4. Formulation de colis de ciment

Le colis de ciment Qu 'on a préparé Est un mélange du ciment, d'eau et 30 % des charges qui sont les quatre argiles (2'' RGC-IMY-Cyclone, 10'' RGC-IMY-Cyclone, 5'' RGC-IMY-Sand, RGC-IMY Goverseth Mag) Avant et après le traitement thermique, avec le rapport E/C égale à 0,5 et 1% de superplastifiant.

a. Matériel utilisés

- Un malaxeur a deux Vitesse : Lente et rapide
- une balance précise au gramme
- Des moules pour éprouvettes de 4*4*16

b. Mode opératoire

Au début on a préparé un témoin avec 400 g de ciment et 200 g d'eau plus 1g de superplastifiant. Par la suit on a préparé des colis de ciment avec un pourcentage des quatre charge (30 %) ou 120 g de chaque charge traitée et non traité, ce mélange est malaxé pendant 4minutes conformément aux prescriptions de la norme

Introduire l'eau (260 ml) avec 1g de superplastifiant en premier dans la cuve du malaxeur ; y verser ensuite le ciment ; aussitôt après, mettre le malaxeur en marche à vitesse lente. Après 30

s de malaxage introduire régulièrement la charge les 30s suivantes. Mettre alors le malaxeur à sa vitesse rapide et continuer le malaxage pendant 30s supplémentaires. Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s. Pendant les 15 premières secondes enlever au moyen d'une raclette tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci. Reprendre ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60 s.



Figure 23. Malaxage et confection des éprouvettes

Tableau 14. Résultats de flexion et compression de témoin

	Flexion		Compression					
	Force (KN)	Contrainte (MPa)	Force	Contrainte	Force	Contrainte	Force moyenne (KN)	Contrainte moyenne (MPa)
Ciment témoin	1.5	3.4	58.1	36.3	53.2	33.3	55.65	34.8

Tableau 15. Résultats de flexion et compression coulis à base d'argile sans traitement

Charges	Flexion		Compression					
	Force (KN)	Contrainte (MPa)	Force (KN)			Contrainte (MPa)		
			1	2	Moy	1	2	Moy.
IMY SAND	1,5	3,5	84,8	53,5	69,15	53	33,4	43,2
10 RGC CYCLONE	1,7	4	46,5	53	49,75	29	33,1	31,05
2 RGC	2	4,7	49,7	52	50,85	31,1	32,5	31,1
GOVER SETH	2,4	5,6	49,1	35,9	42,5	30,7	22,4	26,55

Tableau 16. Résultats de flexion et compression coulis à base d'argile avec traitement

Charges	Flexion		Compression					
	Force (KN)	Contrainte (MPa)	Force			Contrainte		
			1	2	Moy	1	2	Moy.
IMY SAND	0,6	1,4	59,3	68,3	63,8	37,1	42,7	39,9
10 RGC CYCLONE	2,3	5,4	56,5	67,7	62,1	35,3	42,3	38,8
2 RGC	1,6	3,9	79,1	89,8	84,45	49,4	56,1	52,75
GOVER SETH	0,6	1,4	62,9	58,7	60,8	39,3	36,7	38

D'après ces résultats, nous constatons que les argiles sans traitement diminuent la résistance à la compression, une finesse élevée d'argile (GOVER SETH) donne des résistances faibles, les écarts entre des deux parties de compression est important. Par contre, le traitement thermique donne des améliorations remarquables en termes de résistance à la compression

CONCLUSION GENERALE
ET RECOMMANDATIONS

Conclusion générale

Cette étude est réalisée au sein du Centre d'Etude et Services Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction (CETIM) à Boumerdès, et au niveau de l'Unité de recherche matériaux, procédé et environnement UR-MPE de l'université de Boumerdes, dans le cadre de valorisation des ressources naturelle pour produire des liants minéraux à faible impact environnemental. Dans ce cadre, différentes analyses ont été réalisés sur quatre échantillons d'argile, les résultats trouvés permet de tirer les conclusions suivantes

- Le traitement thermique permet de remédier le problème des constituants instables vis-à-vis de l'eau
- Sans traitement thermique, les argiles qu'ont un bleu de méthylène élevé provoque un comportement rhéofluidifiant, le traitement thermique permet de changer ce comportement.
- Les résultats de rhéologie montre qu'il y a des amélioration (diminution de l'indice d'écoulement « n » par rapport celui de ciment
- Les contraintes de seuil limité montre qu'il y a possibilité d'utiliser ces argiles comme fines dans la formulation des BAP
- Les résultats de confection des éprouvettes pour essai de traction montre qu'il y a une possibilité d'aller vers un dosage de plus de 30% en masse de ciment

Recommandations

Le programme souligner au départ pour cette étude n'est pas respecté, des contraintes énormes sont rencontrés, plusieurs essais n'ont pas autorisé au niveau de CETIM, même pour les essais rhéologiques, le nombre des échantillons est limité par les responsables de l'unité de recherche UR-MPE.

Les résultats trouvés sont prometteurs en terme rhéologique et en termes de résistances, pour cela, nous recommandons de continue cette étude et de réaliser les essais suivants :

- Chaleurs d'hydratation sur les différents coulis ;
- Continuité de l'étude rhéologique ;
- Continuité de l'études de l'états durci (essai de compression) ;
- Etude de la microstructure des coulis après durcissement.