



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Akli Mohand Oulhadj – Bouira-



Institut de Technologie

Département de technologie chimique industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme
de Licence professionnalisant en :

Génie des procédés

Spécialité : Génie de la Formulation

Thème :

**Préparation et contrôle qualité d'un ciment vert à partir
d'une formule améliorée par l'ajout de pouzzolane et de
laitier**

Réalisé par :

M^{elle} ABDERRAHIM Mallek

M^{elle} GAHAM Dahbia

Encadré par :

M^{me}. BETTAYEB Souhila (Encadreur)

MAA /Institut de technologie

Mr. TOUMI Farid (Tuteur)

Chef service control quality/SCMI

Année Universitaire : 2023/2024



Résumé :

Le ciment vert est une technologie en développement qui vise à réduire les émissions de CO₂ liées à la production de ciment, en utilisant des méthodes plus durables et en recyclant les déchets.

Ce travail consiste en l'addition de laitier et de pouzzolane par différents pourcentages avec la diminution du pourcentage de clinker pour découvrir les différentes propriétés de ce ciment à partir d'un ensemble d'essais physiques tels que la consistance normale, le temps de prise, l'expansion, le refus. Et mécaniques tels que les résistances à la traction par flexion et la compression sur des éprouvettes à différents pourcentages des ajouts et aux âges 2, 7 et 28 jours ainsi que des analyses chimiques comme les analyses de paf, de CaO_L, et de SO₃.

ملخص

الإسمنت الأخضر هو تقنية قيد التطوير تهدف إلى تقليل انبعاثات ثاني أكسيد الكربون المرتبطة بإنتاج الإسمنت، من خلال استخدام طرق أكثر استدامة وإعادة تدوير النفايات.

يتضمن هذا العمل إضافة خبث البراكين والبوزولان بنسب مختلفة مع تقليل نسبة الكلنكر لاكتشاف الخصائص المختلفة لهذا الإسمنت من خلال مجموعة من الاختبارات الفيزيائية مثل اللزوجة الطبيعية، اوقات التماسك، والتمدد. وكذلك الاختبارات الميكانيكية مثل مقاومة الشد بالانحناء والضغط على عينات بنسبة مختلفة من الإضافات وفي أعمار 2، 7 و28 يومًا بالإضافة إلى التحليلات الكيميائية مثل تحاليل الفقدان بالتوهج، الكلس الحر، ثاني أكسيد الكبريت.

ABSTRACT

Green cement is a developing technology that aims to reduce CO₂ emissions associated with cement production by using more sustainable methods and recycling waste.

This work involves the addition of slag and pozzolana in different percentages while reducing the percentage of clinker to discover the various properties of this cement through a series of physical tests such as normal consistency, setting time, expansion, and rejection, as well as mechanical tests such as tensile strength by flexion and compression on specimens with different percentages of additions at the ages of 2, 7, and 28 days, along with chemical analyses such as loss on ignition, CaO_L, and SO₃ analyses.

Sommaire

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION.....1

CHAPITRE I : Présentation de l'entreprise et généralités sur le ciment

I.1. Présentation de la société	2
I.1.1. Présentation de la Société des Ciments de la Mitidja de meftah (SCMI)	2
I.1.2. Situation géographique et accessibilité	2
I.1.3. Organigramme de la société meftah	3
I.2. Généralité sur le ciment.....	3
I.2.1. Définition	3
I.2.1.1. Ciment.....	3
I.2.1.2. Ciment vert.....	4
I.2.2. Compositions du ciment	4
I.2.2.1. Calcaire	4
I.2.2.2. Argiles	4
I.2.2.3. Gypse	5
I.2.2.4. Minerai de fer (Fe_2O_3)	5
I.2.2.5. Pouzzolane naturelle	5
I.2.2.6. Laitier	5
I.2.2.7. Clinker	6
I.2.2.7.A. Alite ou C3S	7
I.2.2.7.B. Bélite ou C2S	7
I.2.2.7.C. Céliste ou C3A et Ferrite ou C4AF	7

I.2.3. Classification du ciment	7
I.2.4. Impact environnemental	10
I.2.5. Différence entre ciment portland et ciment vert	11

CHAPITRE II : Matériel et Méthodes

II.1. Préparation du ciment.....	12
II.1.1. Formule.....	12
II.1.2. Matériels	12
II.1.3. Mode opératoire	13
II.2. Contrôle qualité	13
II.2.1. Méthodes chimiques.....	13
II.2.1.1. Détermination de la chaux libre CaO_L par acidimétrie	13
II.2.1.2. Détermination du pourcentage de SO_3	15
II.2.1.3. Détermination de la perte au feu PAF	17
II.2.1.4. Analyses chimiques par fluorescence XRF.....	18
II.2.2. Méthodes physiques	19
II.2.2.1. Détermination du pourcentage des refus	19
II.2.2.2. Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine (SSB).....	20
II.2.2.3. Détermination de la consistance normale	23
II.2.2.4. Détermination du temps de prise	24
II.2.2.5. Détermination de la stabilité (expansion)	26
II.2.3. Méthode mécanique	27
II.2.3.1. Résistance (compression)	27

CHAPITRE III : Résultats et discussion

III.1. Analyses chimiques	31
III.1.1. Chaux libre	31
III.1.2. Pourcentage de SO_3	31

III.1.3. Perte au feu (PAF)	32
III.2. Analyses physiques	32
III.2.1. Surface spécifique de Blaine (SSB)	32
III.2.2. Refus	33
III.2.3. Consistance normale de ciment E/C	33
III.2.4 Temps de prise	33
III.2.5. Expansion	34
III.3. Analyses mécaniques	34
CONCLUSION.....	35
REFERENCES.....	36
ANNEXES	

Liste des Figures

Figure I.1 : Situation géométrique de la société.....	2
Figure II.1 : Broyeur à boulet.....	12
Figure II.2 : Appareille de VICAT muni de la sonde de consistance.....	24
Figure II.3 : Diagramme de prise de ciment.....	24
Figure II.4 : Appareil de Vicat muni de l'aiguille amovible.....	26
Figure II.5 : Essai de stabilité avec l'appareil de Le Chatelier.....	26

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Classification de ciment à partir de leur composition chimique et la résistance et domaine d'emploi.....	7
Tableaux I.2 : Différence entre ciment vert et ciment portland.....	10
Tableau II.1 : Composition des trois formules du ciment vert « CEM IV(S-P) ».....	12
Tableau II.2 : Temps de broyage pour chaque matière première.....	13
Tableau III.1 : Résultats de chaux libre.....	31
Tableau III.2 : Résultats de pourcentage de SO ₃	31
Tableau III.3 : Résultats de perte au feu.....	32
Tableau III.4 : Résultats de surface spécifique de Blaine (SSB).....	32
Tableau III.5 : Résultats de refus.....	33
Tableau III.6 : Evolution de consistance normale du trois échantillons.....	33
Tableau III.7 : Temps de prise.....	34
Tableau III.8 : Résultats de l'expansion.....	34
Tableau III.9 : Résistances à la compression des trois ciments.....	34

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Comme chaque tonne de ciment produit 1 tonne de CO₂, ce qui est une quantité considérable, étant donné que l'industrie du ciment représente 5 % des émissions de gaz, comment cela peut-il être réalisé ? Comme nous le savons, la fabrication du ciment requiert une matière première, à savoir du clinker. Il est nécessaire de cuire ses éléments constitués d'argile, calcaire, sable, minerai de fer, et la cuisson débute à une température de 550 °C à 1450 °C. Dans le processus de décarbonatation, du gaz CO₂ est généré à des températures allant de 820 °C à 950 °C.

Le taux de clinker dans le ciment conventionnel varie entre 80 % et 75 %, il est possible de réduire ce taux et de le remplacer par des additifs qui ont le même impact sur la résistance du ciment. Ainsi, ce problème environnemental a été résolu ; parmi les matériaux identifiés la pouzzolane et le laitier possèdent ces caractéristiques.

Dans ce contexte, ce rapport de stage a été structuré comme suit :

Un premier chapitre concernant une présentation de l'entreprise et des généralités sur le ciment.

Un deuxième chapitre concernant le Matériel utilisé et les méthodes employées.

Un dernier chapitre montrant les résultats obtenus et les commentaires les plus importants.

Ce document est terminé par une conclusion générale englobant les résultats obtenus et les conclusions les plus intéressantes.

CHAPITRE I

***Présentation de l'entreprise
et généralités sur le ciment.***

CHAPITRE I : Présentation de l'entreprise et généralités sur le ciment

I.1. Présentation de la société

I.1.1. Présentation de la Société des Ciments de la Mitidja de meftah (SCMI)

La Société des Ciments de la Mitidja est connue comme l'une des institutions algériennes les plus importantes dans le domaine de la production et de la commercialisation du ciment, car elle est active depuis plus de 45 ans et est considérée comme l'une des branches du Complexe Industriel Cimentier Algérien.

La Société Cimentaire de la Mitidja (SCMI) est une société algérienne qui comprend l'usine Meftah, qui occupe une superficie de 406 123 mètres carrés, soit environ 40 hectares, et une carrière dans la région de Zemmouri, province de Boumerdès. Société par actions dont le capital social est estimé à 1400.000.000.00 DZD. L'activité principale de la société est la production et la commercialisation du Ciment Gris (CPJ-CEM II/A-L 42 ,5).

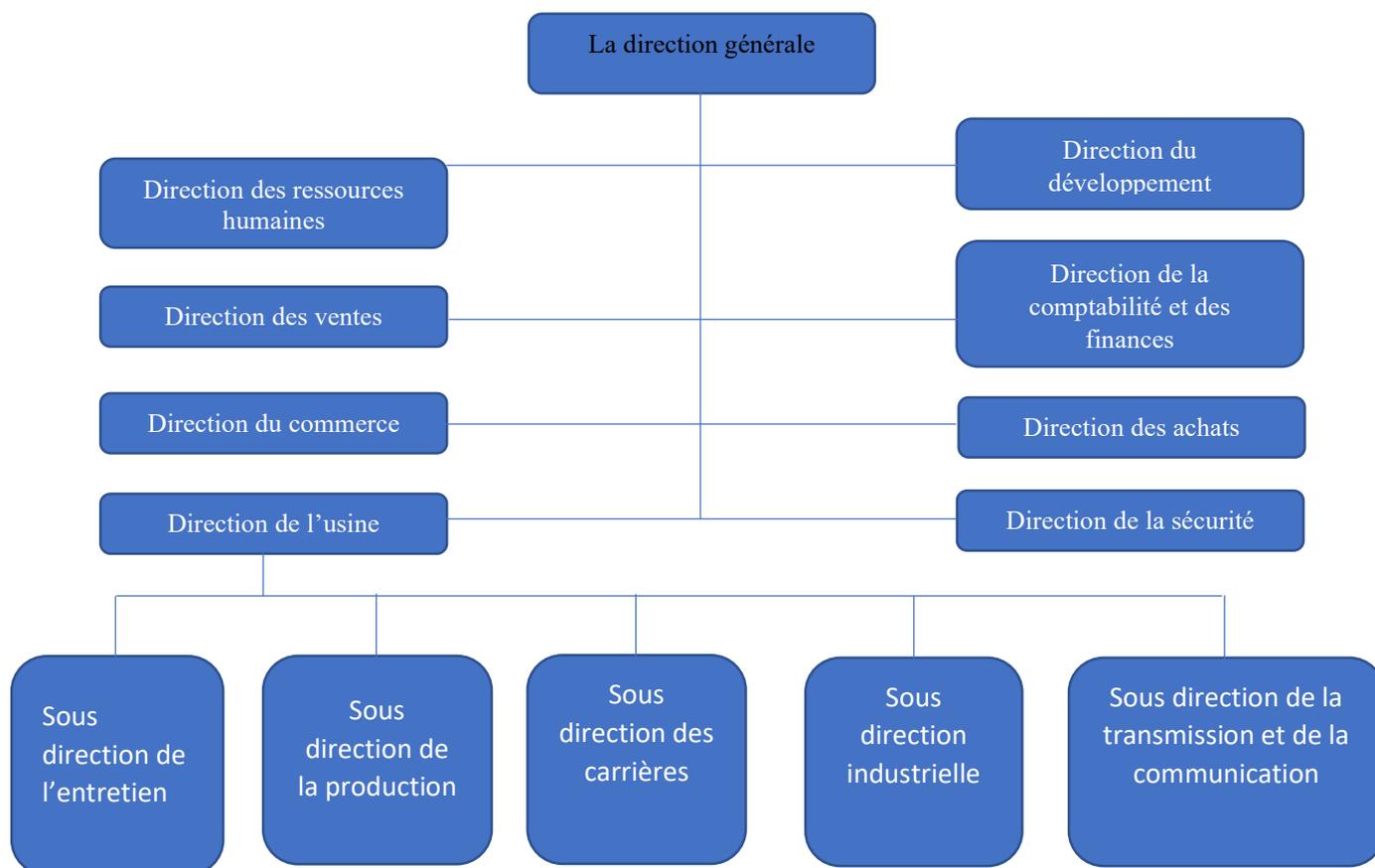
I.1.2. Situation géographique et accessibilité

La Société des Ciments de Mitidja Meftah est située dans la commune de Meftah, province Blida, le long de la route nationale N°29 reliant la commune de Meftah et la commune de Khemis El Khechna à l'est et la commune d'Arbaa à l'ouest, au pied des montagnes de l'Atlas. Elle est située à plus de 20 km au sud-ouest d'Alger et à 15 km de l'aéroport d'Alger. Au niveau international, tout cela confère à l'entreprise cimentière une position stratégique dans le volet commercial de l'économie nationale.



Figure I.1 : Situation géométrique de la société

I.1.3. Organigramme de la société meftah



I.2. Généralité sur le ciment

I.2.1. Définitions

I.2.1.1. Ciment

Le ciment est une poudre finement broyée, non métallique et inorganique qui, une fois mélangée avec une adjonction d'eau, forme une pâte qui prend et durcit. Ce durcissement hydraulique est principalement dû à la formation d'hydrates de silicates de calcium sous l'effet de la réaction entre l'eau du mélange et les constituants du ciment. Dans le cas des ciments alumineux, le durcissement hydraulique est dû à la formation d'hydrates d'aluminates de calcium [1].

I.2.1.2. Ciment vert

Le ciment vert, également connu sous le nom de ciment bas carbone, est un type de ciment qui vise à réduire significativement les émissions de gaz à effet de serre (GES) liées à sa production.

I.2.2. Compositions du ciment

I.2.2.1. Calcaire

Est un sédiment contenant du carbonate de calcium. Il désigne une formation géologique caractérisée par une composition chimique dans laquelle prédomine le carbonate de calcium (CaCO_3) à raison d'au moins 50 %. Le calcaire est particulièrement sensible aux attaques du dioxyde de soufre et de ses produits d'oxydations. En minéralogie, le calcaire est une roche sédimentaire composée principalement de carbonate de calcium (calcite) ou de carbonate double de calcium et de magnésium (dolomite). Il est généralement composé de minuscules fossiles, de fragments de coquillages et d'autres débris fossilisés. Les principales impuretés rencontrées dans les calcaires sont :

- La silice.
- La magnésie.
- Le fer.
- Les alcalis.

Les calcaires dits « purs » contiennent au moins 95 % de CaCO_3 , et les impuretés mentionnées ci-dessus jouent alors un rôle mineur.

I.2.2.2. Argiles

Les argiles sont constituées essentiellement de silice, d'alumine et de fer et constituent par là même le complément indispensable du calcaire. Elles peuvent être classées de plusieurs manières.

Les argiles utilisées en cimenterie sont des argiles communes qui peuvent être constituées par des mélanges des groupes énumérés. De plus les argiles résiduelles contiennent souvent des fragments des roches qui leur ont donné naissance et qui risquent de les rendre impropres à la fabrication du ciment (silex, quartz, sous forme de nodules, de sable...etc.). Là encore les impuretés telles que magnésie, soufre, soude, potasse, doivent être en quantité très limitée.

D'une manière générale, le coût de la préparation des matières premières croît avec le nombre de constituants à mélange.

I.2.2.3. Gypse

Minéral essentiellement constitué de sulfate de calcium à l'état cristallin ($\text{CaSO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Le Synon est une Pierre à plâtre, plâtre cru, sélénète ou pierre de lune (vx). Gypse naturel, filamenteux, feuilleté, calcarifère, saccharoïde, porphyroïde ; gypse en fer de lance, en queue d'hirondelle ; gypses parisiens ; cristaux, feuilletés, macles, marnes de gypse.

I.2.2.4. Minerai de fer (Fe_2O_3)

Le minerai de fer est une roche contenant du fer, généralement sous la forme d'oxydes, comme la bauxite. Les minerais de fer ont une teneur en fer variable selon le minéral ferrifère, sachant également que l'isomorphisme, presque toujours présent dans les minéraux naturels, réduit la teneur théorique.

I.2.2.5. Pouzzolane naturelle

La pouzzolane naturelle comme son nom l'indique est une roche naturelle issue généralement des projections volcaniques scoriacées, ou de roches sédimentaires, de couleur rouge (ou noire) selon le degré d'oxydation du fer présent sous forme d'hématite (ou magnétite). Sa composition est basaltique dans laquelle on retrouve essentiellement de la silice réactive (SiO_2) dans des proportions supérieures à 25 %, de l'alumine (Al_2O_3) et de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et possède des propriétés pouzzolaniques. Par propriété pouzzolanique, on entend des propriétés hydrauliques acquises grâce à la fixation de la chaux libre issue des réactions d'hydratation du clinker avec formation de fines particules de C-S-H. Cette réaction est lente par rapport aux réactions d'hydratation du ciment Portland. Une fois les propriétés hydrauliques acquises, la pouzzolane naturelle contribue à l'amélioration de la durabilité du béton. La réaction pouzzolanique conduit à une réduction de la chaux libre dans la pâte de ciment et permet donc de réduire le risque d'attaque par les sulfates.

I.2.2.6. Laitier

Les laitiers sont des silico-aluminates de calcium et de magnésium, ils sont constitués essentiellement par quatre oxydes ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaO}/\text{MgO}$) et contenant en petite quantité les oxydes ($\text{TiO}_2/\text{MnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$). Le laitier granulé est obtenu par refroidissement rapide de scorie

fondue provenant de la fusion du minéral de fer dans un haut fourneau. Il doit présenter des propriétés hydrauliques latentes (c'est-à-dire qui se manifestent lorsqu'il a subi une activation convenable) pour convenir à son emploi comme constituant du ciment. Le laitier peut être mélangé avec du ciment après avoir été séparé ou après avoir été corroyé avec le clinker. Le laitier retient moins bien l'eau de gâchage que le ciment Portland et craint donc d'avantage la dessiccation. Par contre il résiste normalement mieux à l'action destructrice des sulfates, à la dissolution de chaux par les eaux pures ainsi que par celles contenant du gaz carbonique. La réactivité du laitier peut être augmentée de trois façons :

- Broyage poussé.
- Chaleur (étuvage, autoclavage).
- Produits chimiques (la chaux, la soude (Na OH) ou des sels de soude.

1.2.2.7. Clinker [2]

Résultant de la cuisson d'un mélange composé d'environ 80 % de calcaire et de 20 % d'argiles (clinkérisation), le clinker prend la forme de granules durs avant d'être finement broyé pour entrer dans la composition d'un ciment. Le clinker possède des propriétés hydrauliques : il réagit avec l'eau pour former des hydrates stables et insolubles.

Le clinker est principalement composé de quatre types d'oxydes – CaO (C), SiO₂ (S), Al₂O₃ (A) et Fe₂O₃ (F) – qui se combinent pour former quatre phases cristallisées principales :

- l'alite C₃S, silicate tricalcique Ca₃SiO₅ (35-65 % en masse) ;
- la bélite C₂S, silicate dicalcique β-Ca₂SiO₅ (10-40 %) ;
- la célite C₃A : aluminat tricalcique Ca₃Al₂O₆ (0-15 %) ;
- l'alumino-ferrite tétracalcique C₄AF : Ca₄Al₂Fe₂O₁₀ (5-15 %).

Des oxydes mineurs comme MgO, TiO₂, MnO, K₂O, Na₂O et P₂O₅, conditionnent en partie les propriétés physicochimiques et mécaniques du ciment. Ils jouent un rôle notable dans le processus de cuisson du clinker, les ions métalliques de ces oxydes s'insèrent dans le réseau des silicates, aluminates et alumino-ferrites, soit en remplacement des quatre oxydes principaux, soit en sites interstitiels, soit dans les lacunes du réseau.

I.2.2.7.A. Alite ou C3S

L'alite, ou hatrurite pour son équivalent naturel, est le principal constituant du clinker avec une proportion dépassant généralement les 60 – 65 %.

I.2.2.7.B. Bélite ou C2S

Ce silicate dicalcique (Ca_2SiO_4) est la deuxième phase en importance dans les clinkers. Comme l'alite, il possède un polymorphisme très compliqué et encore mal connu.

I.2.2.7.C. Célite ou C3A et Ferrite ou C4AF

Aux températures de clinkérisation, les cristaux de silicates de calcium sont entourés par un liquide interstitiel. Ce liquide, après solidification, se compose globalement d'un mélange intime d'une phase riche en Al_2O_3 , la célite ou aluminat tricalcique ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$) et d'une phase riche en Fe_2O_3 , la ferrite, ou brownmillérite pour son équivalent naturel, qui est un aluminoferrite tétracalcique (solution solide de $\text{Ca}_2(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_5$ pour $x \leq 0,7$).

I.2.3. Classification du ciment

La classification de ciment a partir de leur composition chimique et la résistance et domaine d'emploi est donnée dans le tableau suivant :

Tableau I.1 : Classification de ciment à partir de leur composition chimique et la résistance et domaine d'emploi.

Type de ciment	Composition	La résistance	Domain d'emploi
Le ciment CEM I	Contient au minimum 95 % de clinker et au maximum 5 % de constituants secondaires.	32.5	Travaux de maçonnerie, courants ou travaux d'enduit.
		42.5	-Réalisation de toutes structures en BA (poteaux, poutres, voile....). -Béton de haute performance. -Travaux de carrelage ou de revêtements de sol. -Béton prêt à l'emploi. -Préfabrication d'éléments précontraints.

		52.5	Contraintes appliquées très élevées.
Les ciments CEM II	Contiennent au minimum 65 % de clinker et au maximum 35 % d'autres constituants comme le laitier de haut-fourneau, « la fumée de silice » (limitée à 10 %), la pouzzolane naturelle, les cendres volantes.	52.5	-Structures à contraintes élevées. -Construction d'ouvrages d'art.
Les ciments CEM II A	Composés de 80 à 94 % de clinker, à l'exception du Ciment Portland à la fumée de silice (CEM II A-D) qui en contient entre 90 et 94 %. La quasi-totalité des CEM II A sont composés de 6 à 20 % d'autres constituants, seul le CEM II A-D en compte 6 à 10 %.	32.5	-Travaux de maçonneries, confection d'enduit (utilisé seul ou avec la chaux pour confectionner des mortiers batards..). -Travaux routiers (réalisation des chaussées, de pistes ...). -Travaux de bétonnage en grande masse, barrages, piles.....). -Bétons courants armés ou non armés n'exigent pas des contraintes particulièrement élevés. -Travaux en BA où les contraintes sont particulièrement élevées. -Construction d'ouvrages d'art.
Les ciments CEM II B	Composés de 65 à 79 % de clinker. Ils contiennent entre 21 et 35 % d'autres constituants.		-Travaux routier, autoroutes, pistes d'aéroport, béton de voirie, dallages ... -Béton prêt à l'emploi.

	Composés de 65 à 79 % de clinker. Ils contiennent entre 21 et 35 % d'autres constituants.	42.5	
Les CEM III	Principalement obtenus grâce au mélange de 5 à 64 % de clinker avec 36 à 95 % de laitier de haut-fourneau.		
Le CEM III A	Contient entre 35 et 64 % de clinker et au minimum 36 % de laitier.	32.5/42.5/52.5	<ul style="list-style-type: none"> -Construction d'ouvrages en présence d'eaux à haute teneur en sulfates. -Bétonnage en milieu humide. -Construction d'ouvrages souterrains tels que tunnels.
Le CEM III B	Contient entre 20 et 34 % de clinker et au minimum 66 % de laitier.	32.5N	<ul style="list-style-type: none"> -Constructions d'ouvrages massifs (barrages, pile de pont, radiers, murs de soutènement). -Construction d'ouvrages en présence d'eaux à haute teneur en sulfates.
Le CEM III C	Contient entre 5 et 19% de clinker et au minimum 81 % de laitier.	32.5N	<ul style="list-style-type: none"> -Travaux en BA en milieu humide. & -Travaux souterrains en présence d'eaux à Hautes teneurs en sulfates -Fondations profondes puits, pieux forés, parois moulées -Construction de murs de soutènement. -Construction d'égouts. -Ouvrages en contact des eaux industrielles ou pures. -Ouvrages en contact des eaux de mer ou en ambiance marine. -Ouvrages massifs : radiers, barrages.

			-Travaux routiers.
Les CEM V A ou B	Contiennent entre 20 et 64% de clinker, 18 à 50% de laitier de haut-fourneau et 18 à 50% de cendres volantes siliceuse et/ou de pouzzolanes.	32.5N	-Travaux de fondation. -Bétons à la mer. -Ouvrages avec haute teneur en sulfates. -Travaux d'injection de sol. -Bétons en contact des eaux purs (libèrent très peu de chaux). -Béton précontraint.
Le CEM IV/A ou B		ON RECHERCHE	ON RECHERCHE

NB : Les propriétés chimiques, qui sont un facteur important de la résistance des bétons à des ambiances agressives, concernent la teneur en anhydride sulfurique (SO₃) inférieure à 4 % (3,5 % pour les classes 32,5 N, 32,5 R et 42,5 N) et en ions chlorure inférieure à 0,10 %.

I.2.4. Impact environnemental

La fabrication des ciments cause d'énormes nuisances tant sur :

Le plan sonore qu'au niveau de l'environnement. Tout au long du processus, la fabrication du ciment impacte négativement l'environnement, à travers l'émission de poussière polluante, de gaz nocifs, le bruit et vibrations des machines durant l'exploitation en usine ou lors des destructions de roches dans les carrières. Particulièrement les émissions de CO₂ dans l'atmosphère de façon directe et indirecte.

De façon directe, la combustion du carbonate de calcium pour produire de la chaux, qui va entrer dans d'autres opérations de fabrication pour aboutir au ciment, produit comme sous-produit du CO₂. De façon indirecte, l'utilisation des sources d'énergie qui alimentent les Fourneaux et les machines, produit du CO₂ à travers leur combustion. L'industrie de ciment produit environ 5% des émissions artificielles de CO₂ dans le monde, dont 60 % sont issues du volet chimique du processus de fabrication et 40 % de l'utilisation des ressources énergétiques. En termes de quantités, pour 1000 kg de Ciment produit, Il y'a une émission de 900 kg de CO₂. Donc, il est à noter que ce niveau de nuisances causé par la fabrication du ciment nécessite un

système de précaution des risques, visant à éradiquer tout genre de danger menaçant la survie, le gain, économique ou parfois la notoriété de l'entité.

L'industrie du ciment est très polluante. Elle utilise des fours à haute température, avec fabrication du clinker. En effet, le risque le plus significatif pour les producteurs du ciment c'est la pollution atmosphérique, donc tous les efforts doivent être réunis pour la lutte contre cette pollution qui menace à la fois la santé humaine et l'environnement. Il existe différents points principaux d'émission de poussières dans les cimenteries : les fours, les refroidisseurs à clinker et les broyeurs de matière première, à ciment et à charbon, ainsi que les procédés secondaires.

I.2.5. Différence entre ciment conventionnel et ciment vert

La différence entre le ciment vert et le ciment conventionnel est donnée dans le tableau suivant :

Tableaux I.2 : Différence entre ciment vert et ciment conventionnel.

Ciment conventionnel	Ciment vert
95 % de clinker	35 % de clinker
Moins d'ajouts	Plus de 50 % d'ajouts
Contribue à 7% aux émissions mondiale de CO ₂	Diminue les émissions de CO ₂ d'environ 10%
Consomme beaucoup d'énergie pour la fabrication	Diminue l'énergie requise pour la fabrication
Matériau de construction polyvalente	Recyclage des déchets industrielle
Facile à trouver et à utiliser et qui permet de créer des structures durables grâce au béton	Production à froids moins d'énergie car il est produit à des températures plus basses ce qui réduire l'émission de CO ₂ .
Mais le ciment portland reste le plus utilisé et normalisé au niveau international	Est une variante plus écologique du ciment portland classique, qui permet de réduire son empreints carbone sans compromettre ses performances.

CHAPITRE II

Matériel et Méthodes

CHAPITRE II : Matériel et Méthodes.

Nous aborderons dans cette partie les étapes de fabrication de notre ciment « ciment vert CEM VI(S-P) » en citant les matériaux et les outils utilisés, afin de pouvoir finalement vérifier la qualité de notre ciment à travers un ensemble d'analyses chimiques, physiques et mécaniques.

II.1. Préparation du ciment

II.1.1. Formule

Le tableau suivant présente la composition des trois formules préparées :

Tableau II.1 : Composition des trois formules du ciment vert « CEM IV(S-P) ».

Enchantions	Composants	Pourcentage %	Quantité en gr	Total en gr
1		KK :35%	525gr	1500gr
		S :54%	810	
		P :6%	90	
		G :5%	75gr	
2	Clinker (KK) Laitier (S) Pouzzolane (P) Gypse (G)	KK :35%	525gr	1500gr
		S :50%	750	
		P :10%	150	
		G :5%	75gr	
3		KK :35%	525gr	1500gr
		S :45%	675	
		P :15%	225	
		G :5%	75gr	

II.1.2. Matériels

- Broyeur à boulets : utilisé pour broyer les matières premières ainsi que les produits obtenus.



Figure II.1 : Broyeur à boulet.

II.1.3. Mode opératoire

- **Séchage** : on sèche la matière à 100 °C pendant 2 heure pour (laitier, clinker, pouzzolane) sauf pour le gypse on sèche à 60 °C pendant 3 heure.
- **Concassage** : on concasse la matière jusqu'à la diminution des graines de matière.
- **Broyage** : on broie chaque matière selon son temps nécessaire pour obtenir la finesse nécessaire.

Tableau II.2 : Temps de broyage pour chaque matière première.

KK	S	P	G
1H30MIN	3H	45MIN	30 MIN

NB : nous avons choisi cette période après un long processus de recherche dans des thèses précédentes.

KK: clinker, S: laitier, P: pouzzolane, G: gypse.

II.2. Contrôle qualité

II.2.1. Méthodes chimiques

II.2.1.1. Détermination de la chaux libre CaO_L par acidimétrie

Définition

La teneur en chaux libre [non liée : CaO et $\text{Ca}(\text{OH})_2$] est une des caractéristiques les plus importantes de la chaux vive ou hydratée, elle exprime la quantité d'oxyde de calcium disponible pour réagir chimiquement, par opposition à la teneur en oxyde de calcium total qui, outre la teneur en oxyde et hydroxyde de calcium, tient compte des teneurs en carbonates, silicates, aluminates et ferrites exprimées en équivalent d'oxyde de calcium[3]. La teneur en chaux libre définit la qualité et le degré de cuisson de clinker, Le pourcentage de la chaux libre dans le ciment compris entre 0.6 et 2.5 % et si elle dépasse à 2.5 %, la qualité de cuisson de clinker sera dégradée et la résistance sera élevée.

Objet

Ce mode opératoire a pour objet de déterminer le pourcentage de la chaux libre par acidimétrie des différentes matières.

Principe

Il s'agit d'extraire de la chaux libre à l'aide de l'éthylène glycol (éthane 1,2- diol) à partir d'un échantillon de clinker broyé ou ciment élaborés est déterminée conformément à la norme NA442/2013- NA 2187, la teneur en ions calcium dans l'extrait est ensuite déterminée par dosage complexométrique.

Appareillages et produits

a. Produits

- HCL 0.1 N.
- Ethylène glycol.
- Bleu de bromocrysole.
- Matière à analyser(ciment).

b. Matériels

- Erlenmeyer de 250 ml.
- Papier filtre.
- Verre à montre.
- Balance de précision.
- Eprouvette.
- Bain marie.
- Barreau magnétique.

Mode opératoire

- Peser ($1 \pm 0,1$) gr de matière (clinker ou ciment) séché à 110 °C et broyé à une vitesse de 800 t/min pendant 3 minutes.
- Introduire la quantité pesée dans un erlenmeyer propre et bien séché de 250 ml.
- Ajouter ensuite 50 ml d'éthylène glycol.
- Agiter fortement et mettre dans un bain marie pour chauffage à une température de 80 °C.
- Filtrer ensuite sous vide.
- Ajouter à la solution filtré quelques gouttes de bleu bromocrysole ; qui donne le couleur bleu.
- Titrer le filtrat avec une solution de HCl 0,1 N jusqu'à l'apparition de la couleur jaune.
- Lire le volume V correspondant au changement de la coloration.

Expression des résultats

$$\%CaO_L = T * V$$

T : titre d'acide chlorhydrique.

V : volume d'acide chlorhydrique.

II.2.1.2. Détermination du pourcentage de SO₃

Objet

Ce mode opératoire décrit comment déterminer le pourcentage du SO₃ par Turbidimètre.

Principe

Les ions sulfate, produits par la décomposition du ciment par l'acide chlorhydrique, sont précipités à un PH compris entre 1,0 et 1,5 par une solution de chlorure de baryum. La précipitation du sulfate de baryum est réalisée au point d'ébullition. Le dosage est effectué par la méthode turbidimétrie et le sulfate est exprimé sous forme de SO₃.

Appareillages et produits

a. Produits

- Eau distillée.
- HCL à 50 %.
- Chlorure de baryum BaCl₂ 100 g/l.
- Solution standard 0.1NTU, 20NTU, 1000NTU, 1000NTU, 4000NTU.
- Matière à analyser.

b. Matériels

- Spatule.
- Balance de précision.
- Bain de sable.
- Filtre rapide.
- Agitation magnétique.
- Bêcher 250 ml.
- Pipette 10 cc à 2 traits de jauge.
- Plaque chauffante.

- Filtre lente.
- Creuset.
- Four à moufle 975 °C.

Mode opératoire

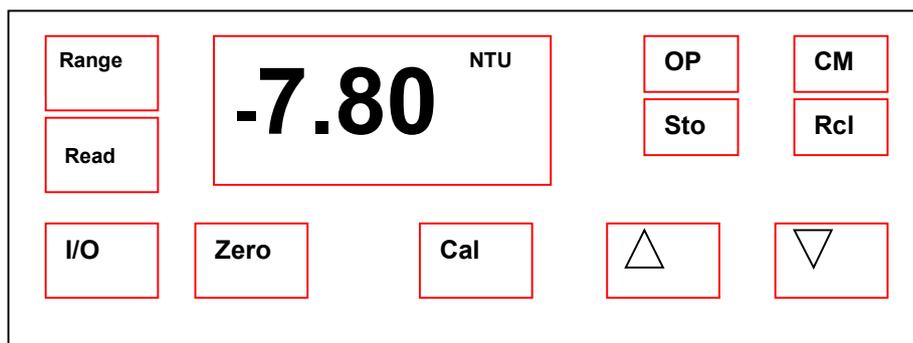
1. Préparation de l'échantillon :

Assurer que les conditions et les matériaux de travail sont adéquats.

- S'écher toutes les matières jusqu'à une masse constante.
- Peser 0,2 gr \pm 0,01 mg de matière (clinker ou ciment ...) dans un bécher de 250ml.
- Diluer avec 25 ml d'eau distillée.
- Ajouter en remuant constamment 5 ml d'HCl à 50 %.
- Chauffer quelques instants sur plaque chauffante jusqu'à ce que le liquide soit jaune clair.
- Filtrer cette solution dans un bécher (filtrer rapidement).
- Après refroidissement de la solution compléter à 200 ml avec de l'eau distillée.
- Ajouter 10ml de BaCl₂ à (100 g/l) mesuré avec éprouvette graduée : pour former un précipité de SO₃.
- Laisser agiter pendant 5 min.

N.B : dans le cas du gypse sécher au préalable la matière à 60 °C.

2. Mesure de la turbidité :



- Mettre le turbidimètre sous tension en actionnant la touche I / O.

L'affichage indique --- -- et trois tonalités retentissent.

- Remplir la cuve d'environ 20ml de la solution préparée.
- Rincer la cuve à deux reprises.

- Remplir la cuve d'échantillon à analyser. Fermer la cuve avec le couvercle noir étanche à la lumière.
- S'assurer que l'extérieur de la cuve est propre, sec et exempt d'empreintes digitales.
- Placer la cuve dans le puits de cuve du turbidimètre.
- Aligner le trait de la cuve avec le trait de puit de turbidimètre.
- Fermer le couvercle.
- Une tonalité unique retentit et l'affichage clignote - - - pendant 6 secondes environ.
- L'affichage s'actualise pour indiquer la valeur et une tonalité unique retentit.
- Lire la valeur en NTU.
- Saisir la valeur trouvée en NTU dans la feuille de calcul.
- Enregistrer la valeur convertie en SO_3 .

II.2.1.3. Détermination de la perte au feu (PAF)

Définition

La perte au feu est l'élimination de CO_2 , l'eau de constitution et les matières organiques. La PAF a été déterminée en atmosphère oxydante (air) et conduite selon les prescriptions de la norme Algérienne NA235 et sa vérification est faite selon la norme NA442, 2013.

Objet

Ce mode opératoire a pour objet de définir la procédure à suivre pour déterminer la perte au feu dans les différentes matières.

Principe

La perte au feu est déterminée en atmosphère oxydante par calcination de l'échantillon à l'air à une température de (950 ± 25) °C, le dioxyde de carbone et l'eau sont chassés et les éléments oxydables éventuellement présents sont oxydés jusqu'à un certain point. Une correction pour l'influence de cette oxydation sur la perte au feu est décrite. L'erreur résultant de l'oxydation du fer métallique, du fer bivalent ou du manganèse bivalent est généralement considérée comme négligeable et seule la correction correspondant à l'oxydation des sulfures est appliquée.

Appareillages et produits

a. Produits

- Matières à analyser séchée à 105 °C (sauf gypse : 60 °C).

b. Matériels

- Balance de précision de 0.1 mg.
- Verre de montre.
- Dessiccateur.
- Four à moufle 950 °C ± 25 °C.
- Creuset.

Mode opératoire

- Peser et noter la masse d'un creuset en céramique vide M1.
- Ajouté 1±0.05 g de ciment (2 ± 0.001 g pour farine cyclone).
- Peser le creuset et son contenu soit M2.
- Placer le creuset dans le four à 950 °C ±25 °C et laisser calciner pendant 30 min.
- Sortir le creuset du four et laisser refroidir quelques minutes dans un dessiccateur à la température ambiante.
- Peser (M3).

Expression des résultats

$$\%PAF = \frac{(M2 - M3)}{(M2 - M1)} * 100$$

M1 : masse Creuset.

M2 : masse de creuset + produit.

M3 : masse de creuset +Produit après calcination.

III.2.1.4. Analyses chimiques par fluorescence XRF**Définition de XRF**

La fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF), communément appelée fluorescence X ou XRF, est une méthode rapide et non destructive utilisée pour mesurer la composition élémentaire d'un matériau.

Objectif

Ce mode opératoire a pour objet de décrire les étapes à suivre pour utiliser le broyeur HERZOG, pour préparer les pastilles, les perles et pour utiliser le spectromètre de FX.

Mode opératoire

1. Préparation des pastilles.
2. Préparations des perles.
3. Résultats d'analyse par XRF.

NB : tous les détails de mode opératoire sont donnés dans l'Annexe III.

II.2.2. Méthodes physiques

II.2.2.1. Détermination du pourcentage des refus

Définition

Elle a pour but de déterminer le pourcentage des refus de ciment après le broyage. Les refus sur tamis 45 μm sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage [4].

Objet

Ce mode opératoire a pour but de décrire la démarche à suivre pour déterminer les refus par tamisage ALPINE.

Appareillages et produits

a. Produits

- Matières à analyser.

b. Matériels

- Balance de précision de 0.1 mg.
- Verre de montre.
- Tamis.
- Spatule.

Mode opératoire

- Peser 10 g de l'échantillon et vider dans le tamis de 45 μm .
- Tamiser à l'aide d'une tamiseuse alpine sous pression 2600 Pa pendant 3 min.
- Peser les résidus obtenus dans le tamis (m), qui représente le pourcentage de refus.

Expression des résultats

$$\% \text{Refus} = m * 10$$

m : la masse de résidu

II.2.2.2. Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine (SSB)

Définition

La surface spécifique (finesse Blaine) permet de mesurer la finesse de mouture d'un ciment. Elle est caractérisée par la surface spécifique ou surface développée totale de tous les grains contenus dans un gramme de ciment (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 5000 cm^2/g [5].

Objet

Ce mode opératoire décrit comment déterminer la Surface Spécifique du Blaine par le perméabilimètre de Blaine Semi-automatique.

Appareillages et produits

a. Produits

- Matières à analyser.

b. Equipement nécessaire

- Un appareil appelé « perméabilimètre de Blaine »
- Une cellule dans laquelle est placé le ciment à tester.
- Monomètre constitué d'un tube en verre.

Introduction des données

La machine est en marche (bouton arrière de la machine). L'écran suivant est affiché :

	MENU : ACMEL(c)	↑
→	1 Essai	■
	2 Moyenne	.
		.

Pour la réalisation d'un essai, appuyer sur la touche entrée

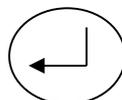
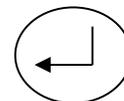
L'écran suivant s'affiche :

REFERENCE D'ESSAI :

Tapez votre référence (exp ciment).

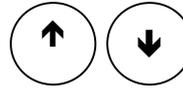
Valider avec la touche entrée.

La liste des opérateurs autorisés s'affiche :

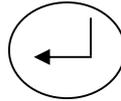


LISTE OPERATEURS :	↑
→ LARBI	■
SALMA	.
TAREK	.

Sélectionner le nom de l'opérateur par les flèches :



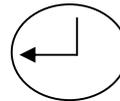
Valider par la touche entrée.



L'écran suivant s'affiche :

LISTE CIMENTS :	↑
BK	■
→ Autre CIMENT	.
	.

Choisir Autre CIMENT et valider par la touche entrée.

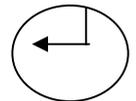


L'écran suivant s'affiche :

NOM DU CIMENT :

Saisir le nom du ciment à tester (exp: CPJ 35 SBK) et valider par la touche entrée.

L'écran suivant s'affiche :



Masse volumique :
g/cm ³

Saisir la masse volumique du ciment à tester (exp. 3.03 g/cm³) et valider par la touche

Entrée.

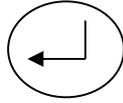


L'écran suivant s'affiche :

Masse (2.866) :

Cette masse (masse à peser) est calculée automatiquement en fonction de la masse volumique et du coefficient de porosité du ciment.

Valider par la touche entrée



L'écran suivant s'affiche :

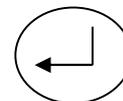
NOM DU CIMENT :

CPJ 35 SBK

Masse à peser :

- Peser la masse du ciment à tester,
- Placer la grille au fond de la cellule,
- Appliquer sur cette grille, au moyen d'une tige à face inférieure plane et d'équerre, un disque neuf de papier filtre.
- Verser le ciment dans la cellule en utilisant un entonnoir.
- Donner quelques légères secousses à la cellule pour niveler la couche supérieure du ciment,
- Placer sur celle-ci un autre disque neuf de papier filtre.
- Tasser avec précaution au moyen du piston en évitant la remontée de la poudre au-dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre le haut de la cellule.
- Retirer le piston lentement.
- Enduire de vaseline la partie rodée de la cellule et la placer sur son ajustage en lui imprimant un léger mouvement de rotation pour répartir la vaseline.
- Veiller au cours de cette opération à ne pas altérer le tassement de la couche.

➤ Quand la cellule est en place, Appuyer sur la touche entrée



pour lancer l'essai.

Quand l'essai est fini, l'écran suivant s'affiche.

Ciment : CPJ 32.5 B

t = 86.5s T=26.3C

S (20°C) = 4036 cm²/g

Reprendre la valeur du SSB $S(T) = 4003 \text{ cm}^2/\text{g}$.

L'appareil indique la valeur de la surface spécifique de Blaine en cm^2/g .

II.2.2.3. Détermination de la consistance normale

Définition

La consistance normale caractérise la propriété rhéologique des pâtes. Elle est déterminée par la méthode décrite par la norme « NA 229 » qui consiste en la détermination de la quantité d'eau qu'il faut ajouter à une quantité de ciment préalablement pesée pour obtenir une pâte de ciment dite normale autrement dit la valeur rationnelle E/C (eau/ciment) avec :

E : volume d'eau, C : quantité de ciment.

Pâte normale

La pâte normale est une pâte de consistance normale ; c'est-à-dire telle qu'en opérant avec l'appareil de Vicat. La lecture donnant l'épaisseur de la pâte restante entre l'extrémité de la sonde et le fond du moule quand celle-ci cesse de s'enfoncer sous son propre poids. Cette épaisseur doit être de $5 \text{ mm} \pm 1$.

Objet

Le but de cet essai est de déterminer la quantité nécessaire d'eau de malaxage en utilisant l'appareil de Vicat

Mode opératoire

- Préparer 500 g de ciment
- Verser l'eau dans la cuve du malaxeur contenant le ciment.
- Mettre le malaxeur en marche et le faire tourner à vitesse lente pendant 60 secondes.
- Au bout de ces 60 s, arrêter le malaxeur pendant lesquelles toute la pâte adhérant à la cuve de la zone de malaxage doit être grattée et remise dans la gâchée.
- Mettre alors la machine en route à vitesse rapide pendant 90 s.
- La pâte est alors rapidement introduite dans le moule tronconique posé sur une plaque de verre, sans tassement ni vibrations excessives. Il faut enlever l'excès de pâte par un mouvement de va-et-vient effectué avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface supérieure du moule. Puis l'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat.
- La sonde est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans vitesse, alors elle s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), relever la distance « d » séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base

- La pâte sera à consistance normale si $d = 5\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$:

Si $d > 6\text{ mm}$: il n'y a pas assez d'eau.

Si $d < 4\text{ mm}$: il y a trop d'eau.

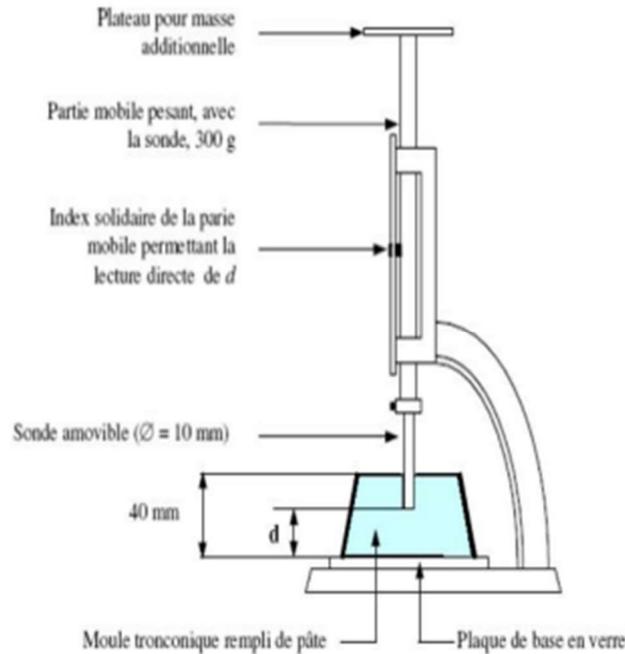


Figure II.2 : Appareille de VICAT muni de la sonde de consistance

II.2.2.4. Détermination du temps de prise

Définition

La prise du ciment n'est pas un séchage de la pâte après ajout de l'eau ; il s'agit d'un ensemble de réactions chimiques d'hydratation permettant le passage de la pâte de ciment (ciment additionné d'eau) de l'état liquide (plastique) à l'état solide (rigidification). Le temps de prise se mesure sur une pâte de consistance normalisée à l'aide de l'aiguille de Vicat (NF EN 196-3) [6].



Figure II.3 : Diagramme de prise de ciment

La prise du ciment est composée de deux phases :

- La phase dormante : le béton est frais et conserve sa maniabilité ;
- Le début et la fin de prise : les réactions chimiques d'hydratation s'accroissent pour donner naissance à des microcristaux d'hydrates qui commencent alors à relier les grains de ciment entre eux.

Objet

L'essai de prise a pour but de déterminer le temps de prise c'est à dire la durée qui s'écoule entre l'instant où le liant a été mis en contact avec l'eau de gâchage et le début de prise.

Principe de l'essai

On détermine le début de prise ou fin de prise à l'aide de l'aiguille de Vicat qui s'enfonce dans un moule tronconique rempli de pâte.

- Début de prise : C'est l'intervalle de temps qui s'écoule entre l'instant du début de gâchage et celui où l'aiguille de Vicat s'arrête à une distance du fond du moule supérieure à $4 \text{ mm} \pm 1$.
- Fin de prise : C'est le temps qui sépare le début de gâchage de ciment jusqu'au moment où la sonde portant l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte.

Le début de la prise du ciment s'effectue généralement au bout de 2 heures. La fin de la prise est constatée lorsque la pâte n'est plus déformable et qu'elle devient alors un matériau rigide. Les grains de ciment sont alors tous solidarisés [7].

Appareillage et produit

a. Produit

- Ciment.

b. Matériels utilisés

- Appareil de Vicat.
- Malaxeur démontable.
- Balance électronique.

Mode opératoire

- Une fois la pâte à consistance normale obtenue, on procède au changement de la sonde de Vicat par l'aiguille de Vicat et on l'amène à la surface de l'échantillon et on relâche sans élan (sans vitesse).

- L'aiguille alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée (ou après 30 s d'attente), relever la distance « d » séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base.
- Recommencer l'opération à des intervalles de temps convenablement espacés (10-15 min) jusqu'à ce que $d = 4\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$. Cet instant mesuré à 5 min près est le temps de début de prise pour le ciment testé.
- Le temps de début de prise correspond à la lecture de $4 \pm 1\text{ mm}$ noté à partir du temps zéro.
- Le temps de fin de prise correspond à la lecture de 0.5 mm noté a partie du temps zéro.

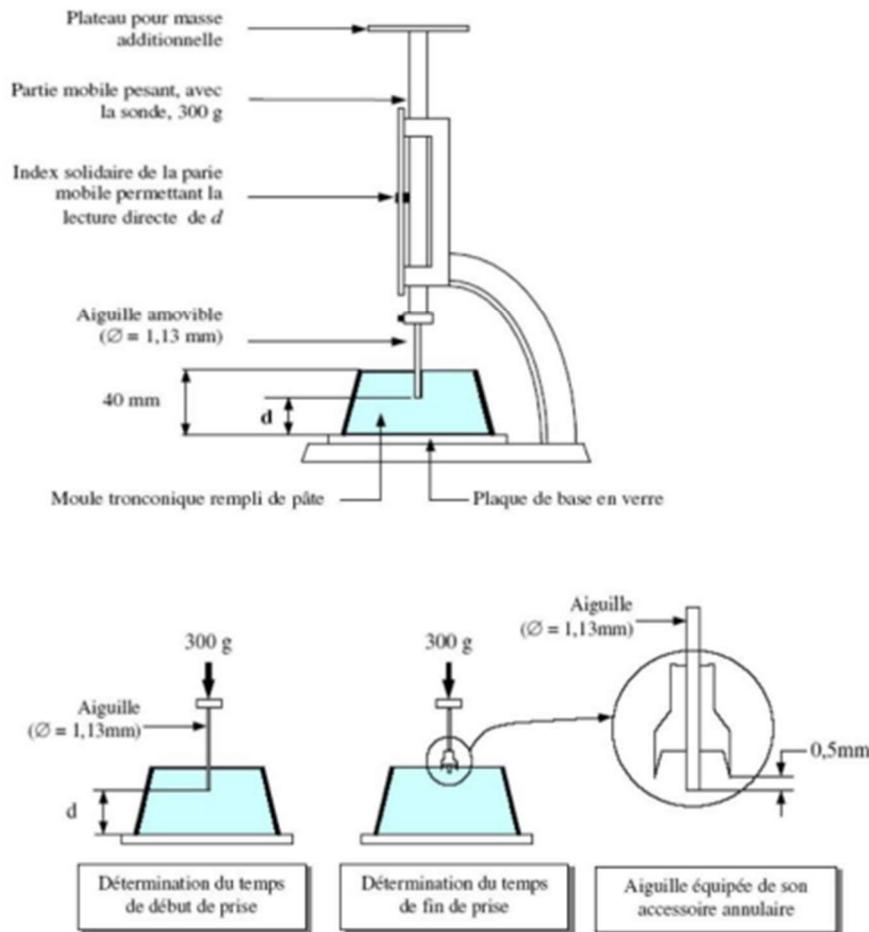


Figure II.4 : Appareil de Vicat muni de l'aiguille amovible

II.2.2.5. Détermination de la stabilité (expansion) :

Objet

Le mode opératoire décrit les modalités d'exécution de l'essai d'expansion à chaud au moyen de moules permettant la mesure de la déformation.

Appareillage

Le moule d'expansion est de la forme cylindrique de 30 mm de diamètre et 30 mm de hauteur, constitués par une feuille de laiton (épaisseur 0,5 mm), comportant deux aiguilles longues de 15 cm, aiguilles Le Chatelier, soudées de chaque côté de la fente.

- Armoire humide : de dimensions appropriées, maintenue à une température de (20 ± 1) °C et à une humidité relative minimale de 90 %.
- Bain d'eau : avec un moyen de chauffage, capable de contenir les éprouvettes Le Chatelier immergées et de porter la température de l'eau de (20 ± 2) °C jusqu'à l'ébullition en (30 ± 5) min.

NB : La variation de l'écartement de ces aiguilles nous renseignera sur la valeur du gonflement [8].

L'essai de déformation à chaud détermine la présence de chaux vive libre CaO_L surcuit et de magnésie expansives (MgO).

Mode opératoire

- Remplir le moule d'expansion par la pâte préparée.
- Mettre sur du verre et arroser la surface à l'aide d'une truelle.
- Couvrir d'une plaque de verre.
- Conserver les aiguilles dans l'armoire humide pendant une journée.
- Après 24 heures, enlever les aiguilles de l'armoire humide, on marque l'écartement entre les deux aiguilles et les mettre dans un bain marie à une température de 100 °C, pendant 3 heures.
- Ensuite, on mesure après cette durée l'écart (pendant la confection du moule). La variation de l'écartement représente l'expansion à chaud.

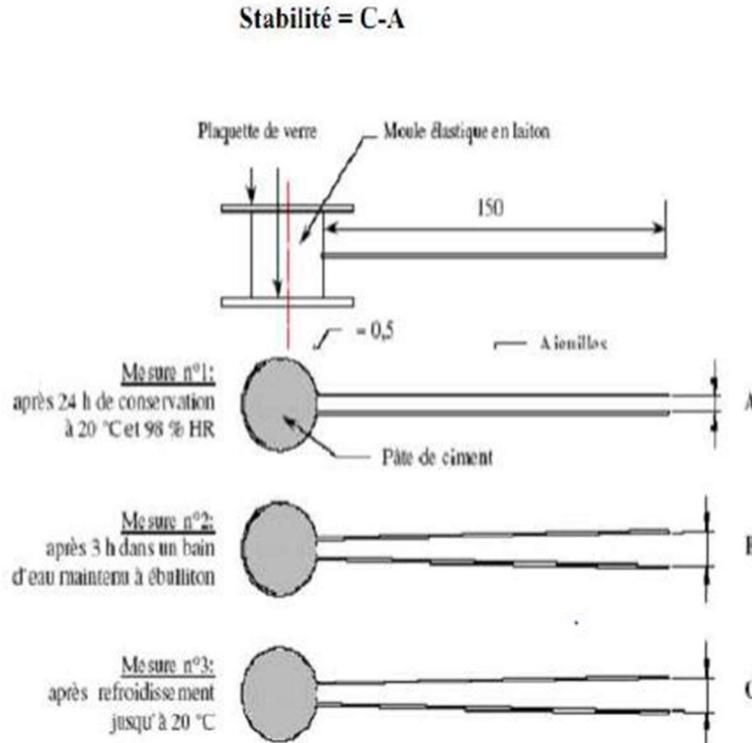


Figure I.5 : Essai de stabilité avec l'appareil de Le Chatelier

II.2.3. Méthode mécanique

II.2.3.1. Résistance (à compression)

Définition

La classe de résistance d'un ciment est la valeur minimale de résistance à la compression (exprimée en MPa), mesurée sur éprouvettes 4x4x16cm, 28 jours après leur confection et conservées dans l'eau à 20 °C. Il existe trois classes de résistance courante d'un ciment, 32,5, 42,5 et 52,5 définies dans la norme NF EN 197-1. À chaque classe de résistance courante correspondent trois classes de résistance à court terme : une classe de résistance à court terme ordinaire, notée N, une classe de résistance à court terme élevée, notée R, et une classe de faible résistance à court terme, notée L [6].

But

La résistance d'un mortier est directement dépendante du type donc, il s'agit de définir la qualité de résistance d'un ciment plutôt que d'un mortier.

Conditions de l'essai

1. Salle de température $20\text{C}^{\circ} \pm 2 \text{C}^{\circ}$.
2. Humidité relative supérieure ou égale à 50 %.
3. Armoire humide maintenue à une température $20 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et une humidité relative supérieure à 90 %.

1. Préparation du mortier

La composition du mortier à tester est le suivant :

- 450 g \pm 2 g de ciment (liant).
- 1350 g \pm 5 g de sable normalisé.
- 225 ml \pm 1 ml d'eau distillée.

Mode opératoire

- Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment soigneusement.
- Mettre alors le malaxeur en marche à première vitesse.
- Après 30 seconde, introduire le sable normalisé et continuer à malaxer pendant 30 s.
- Augmenter la vitesse à la deuxième vitesse pendant 30 s supplémentaires.
- Arrêter le malaxeur pendant 1 min 30 s pendant les 15 première secondes, enlever à l'aide d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent aux parois et au fond vers le milieu de celui-ci.
- Continuer à malaxer à la deuxième vitesse pendant 1min.

2.Préparation des éprouvettes**Mode opératoire**

- Préparer une série des moules de dimensions 4×4×16 cm.
- Garder le moule et sa hausse fermement fixes à la table à choc.
- Remplir avec précaution à l'aide d'une cuillère convenable, le moule à moitié et dans chaque compartiment de celui-ci.
- Etaler la couche uniformément en utilisant une spatule adéquate (la tenir verticalement et avec des mouvements de va et vient).
- Démarrer ensuite l'appareil a choc pour 60 coups.
- Introduire la seconde couche, niveler avec la spatule et démarrer l'appareil pour 60 autre coups.

- Retirer avec précaution le moule de la table et ôter la hausse, enlever immédiatement l'excès de mortier avec une règle métallique plate animée de lents mouvements.
- Lisser la surface des éprouvettes en tenant la règle presque à plat.
- Etiqueter les moules pour identification.
- Placer sans tarder les moules dans une armoire humide à régulation de température pendant 24h.
- Après 24h de cure ainsi faire sortir le moule et procéder au démoulage des éprouvettes.
- Immerger sans tarder les éprouvettes dans un bain d'eau à régulation de température à 20 °C, une éprouvette pour 2 jours, une éprouvette pour 7 jours et une éprouvette pour 28 jours.

3. Essais des éprouvettes

L'essai a pour but de déterminer la résistance mécanique à la compression aux âges 02, 07, 28 jours.

Résistance à la compression

1. Placer le demi-prisme en compression sur les faces latérales de moulage.
2. Centrer chaque demi-prisme dans le compartiment d'essai.
3. Appliquer la charge verticalement et faire augmenter uniformément la charge jusqu'à rupture. La résistance est donnée en MPa.

CHAPITRE III

Résultats et discussions

CHAPITRE III : Résultats et discussion

Ce chapitre représente les résultats expérimentaux à la préparation de ciment vert, ainsi les analyses et les interprétations et les discussions.

III.1. Analyses chimiques

III.1.1. Chaux libre

Les résultats de l'analyse de la chaux libre est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Résultats de chaux libre

Echantillon	1	2	3
CaO _L (%)	0.38	0.38	0.30
NORME (%)	≤2.5%		

On remarque que le pourcentage de chaux libre est très faible, en raison du faible pourcentage de clinker, car il est responsable de la libération de chaux, aussi tous les ajouts sont cuits cette bonne cuisson de ces élément va fournir et temps les réactifs nécessaires à l'augmentation de la résistance du béton .

III.1.2. Pourcentage de SO₃

Les résultats de l'analyse du pourcentage de SO₃ est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.2: Résultats de pourcentage de SO₃

Echantillon	1	2	3
SO ₃ (%)	4.5	2.6	2.9
NORME (%)	Max 4±0.5		

L'augmentation de SO₃ provoque l'augmentation du temps de prise , dans notre préparation des trois formules nous avons utilisé le même taux de gypse , donc au final nous devrions avoir le même taux de SO₃ dans les 03 échantillons de ciment préparés , mais à cause de quelques erreurs de manipulation notamment le nettoyage du broyeur après le broyage de gypse qui contenant déjà de SO₄ , ce qui fait augmenter le taux de SO₃ dans l'échantillon 1 , par contre pour les deux échantillons restant , le taux de SO₃ est dans les normes .Généralement, quand le taux de SO₃ augmente une couche étanche autour du béton se formera (ettringite) qui va

empirisons l'eau à l'intérieure , ce qui va par la suite provoque une réaction rapide entre le C3A et le gypse , ce qui va augmenter davantage la quantité d'ettringite dans le béton. Dans ce cas , le durcissement se passe seulement à l'extérieure mais à l'intérieur le béton reste humide ce qui provoque le gonflement du ciment.

De plus la résistance du ciment sera diminuée à cause de la consommation d'eau par le C3A et le SO₃ du gypse (réaction rapide qui se fait en premier lieu) , après la consommation de ces deux élément la quantité d'eau restante ne suffira pas pour réaliser les deux autre réactions qui donnent la résistance à long termes

III.1.3. Perte au feu (PAF)

Les résultats de l'analyse de la perte au feu est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.3 : Résultats de perte au feu

Echantillon	1	2	3
PAF (%)	4.78	3.62	3.85
NORME (%)	N'est exigeante		

On remarque que la valeur de perte au feu pour l'échantillon 1 est plus élevé et ceci est dû à la présence d'une quantité élevée de laitier qui est en principe un minéral. Cette augmentation n'a pas d'effet négatif sur les performances du ciment.

III.2. Analyses physiques

III.2.1. Surface spécifique de Blaine (SSB)

Les résultats de l'analyse du la surface spécifique de Blaine est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.4 : Résultats de surface spécifique de Blaine (SSB)

Echantillon	1	2	3
SSB (cm ² /g)	7181	6763	6864
NORME (cm ² /g)	2800 ≤ SSB ≤ 5000		

La normalisateur du ciment n'incluse pas le ciment vert parce qu'il s'agit d'un nouveau ciment, donc la confirmation de conformité n'est possible dans ce cas. Par contre on a pu constaté que l'augmentation du SSB diminue la résistance du béton.

III.2.2. Refus

Les résultats de l'analyse du le refus est donné dans le tableau suivant :

Tableau III.5 : Résultats de refus

Echantillon	1	2	3
Refus (%)	19.8	17.7	16.5
NORME	$11 \leq \text{refus} \leq 17$		

En temps normal le refus diminue si la SSB augmente, le 1er échantillon, le refus augmente avec l'augmentation de la SSB, ceci expliqué par collision entre les boules de fer du broyeur avec la finesse qui donne naissance à des forces électrostatiques qui favorisent l'agglomération des particules de ciment et augmenter le refus en ce stade.

III.2.3. Consistance normale de ciment (E/C)

Les résultats de l'analyse de la consistance normale est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.6 : Evolution de consistance normale du trois échantillons

Echantillon	1	2	3
Volume d'eau (ml)	138	138	138.5
Consistance % (E/C)	27.6	27.6	27.7
NORME (%)	26		

Pour le ciment conventionnelle la quantité d'eau ajoutée est autour de 130 ml mais pour notre ciment, cette quantité est augmentée jusqu'à 138 ml (500 g de ciment) cette augmentation est due à la présence de pouzzolanes. Qui nécessite plus d'eau.

III.2.4 Temps de prise

Les résultats de l'analyse du temps de prise est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.7 : Temps de prise

Echantillon	1	2	3
Début de prise (min)	157	136	144
Fin de prise (min)	213	199	207

Ce paramètre est détaillé avec le pourcentage de SO₃.

III.2.5. Expansion

Les résultats de l'analyse de l'expansion est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.8: Résultats de l'expansion

Echantillon	1	2	3
Expansion (mm)	0.5	0.5	0.5
NORME (mm)	≤10		

Ces résultats obtenus ne sont pas discutés car ils sont dans la norme.

III.3. Analyses mécaniques

Les résultats de l'analyse des Résistances à la compression est donnée dans le tableau suivant :

Tableau III.9 : Résistances à la compression des trois ciments

Echantillons	Résistance Normale (MPa)		
	2 JOURS	7 JOURS	28 JOURS
	Compression	Compression	Compression
1	5.72	19.80	36.40
2	6.98	21.10	34.60
3	6.65	20.55	35.90

Pour la formule de l'échantillon 1 qui contient 6% pouzzolane + 54% laitier nous avons remarqué que les mortiers confectionnés à base des ciments qui contiennent ces deux taux ont donné les plus petites résistances à 2 jours et 7 jours mais les résistances se sont développées à 28 jours et ont donné la résistance la plus élevée.

Pour la formule de l'échantillon 2 qui contient 10% pouzzolane + 50% laitier nous avons remarqué que les mortiers confectionnés à base des ciments qui contient ces deux taux ont donné les plus grandes résistances à 2 jours et 7 jours, mais à 28 jours ils ont donné la plus faible des résistances par rapport aux deux autres formules.

Pour la formule restant nous avons remarqué que les mortiers confectionnés à base des ciments qui contient des taux différents ont donné résistances intermédiaires à tous les âges.

A la lumière de ce qui précède, on remarque que l'incorporation des ajouts minéraux actifs (Pouzzolane – laitier) au ciment, contribue d'une façon positive sur les performances mécaniques des mortiers confectionnés selon les différentes combinaisons avec ces ajouts. Ils permettent une amélioration de la résistance mécanique des mortiers qui dépasse celle du mortier témoin. L'effet de l'augmentation du laitier est plus remarquable par rapport à celui de la pouzzolane et c'est dû aux caractéristiques du laitier.

CONCLUSION

CONCLUSION

1-

Notre stage a été extrêmement positif et enrichissant, car il nous a permis d'acquérir de nombreuses connaissances, en particulier dans le domaine pratique.

Il est essentiel de réaliser des analyses sur la matière première et le ciment afin de pouvoir commercialiser le produit, et il est crucial de garantir une qualité de contrôle afin de préserver la confiance entre la société des ciments de la Mithidja et ses clients.

2-

Notre stage nous a permis de constater que les résidus industriels tels que le Laitier d'EL Hadjar, les gisements de ressources naturelles comme la pouzzolane de Béni-Saf et les divers gisements existants en Algérie peuvent être utilisés pour la production de ciment vert dans notre pays. Ces derniers ont des avantages indéniables sur le plan technique, économique et écologique.

Dans ce contexte, nous avons réalisé une nouvelle formule de ciment vert en réduisant la quantité de clinker et en ajoutant de la pouzzolane et de laitier, ce ciment nous permettra de réduire l'émission de CO₂, élément polluant de l'atmosphère, en gardant les mêmes caractéristiques du ciment conventionnel.

3- Points de vue

Pour nos futures recherches, nous envisageons certaines des études suivantes :

- Analyse de l'impact d'autres types d'additifs minéraux disponibles en Algérie sur la tenue mécanique des mortiers.
- Recherche sur les domaines d'emploi du ciment vert dans différentes conditions environnementales.

REFERENCES

REFERENCES

- [1] Document de références sur les meilleures techniques disponibles de l'industrie de ciment, Mai 2010.
- [2] Nicolas BUR, « Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l'environnement dans le cadre du développement durable », THÈSE présentée pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Strasbourg, 2012
- [3] Ministère des travaux publics France. Commission des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction ; Première session, Partie 1 ; édition Imprimerie Nationale, p273. 1894
- [4] ZIAT NAHLA ; « Etude Des Caractéristiques Physiques Et Mécaniques Du Ciment Portland » ; Mémoire De Magister ; Département De Technologie Chimique Industrielle Université De Bouira ; 2020
- [5] BOUCHENAF A Othmane, HAMZA OUI Rabah, BENNABI Abdelkrim, Colin Johan ; « Optimisation d'un procédé de broyage à haute énergie de laitiers pour une substitution partielle du clinker dans la confection de pâtes cimentaires ». Université Paris-Est, Institut de Recherche en Constructibilité, ESTP, 28 avenue du Président Wilson, 94234 Cachan, France ;2017.
- [6] M. GHOMARI et Mme BENDI-OUISA « Consistance Normale & Prise » ; Université Aboubekr Belkaid Tlemcen ; 2008.
- [7] <https://analyses-surface.com/laboratoire-analyse-granulometrique-laser.html/> ➤ Date de consultation : 16.05.2022
- [8] Appareil Le Chatelier : Le moule doit être constitué d'un métal élastique résistant à la corrosion, par exemple le laiton, et muni d'aiguilles de mesurage

ANNEXES

ANNEXES

Annexe I : Matériel

1. Mesure de la perte au feu (PAF)



Figure AI.1 : Four de calcination



Figure AI.2 : Creuset en platine

2. Détermination du pourcentage des refus



Figure AI.3 : Appareil alpine



Figure AI.4 : Tamis de 45µm

3. Appareil de mesure de la surface spécifique de Blaine



Figure AI.5 : Perméabilimètre de Blaine

4. Détermination de la consistance de la pâte



Figure AI.6 : Malaxeur



Figure AI.7 : Moules



Figure AI.8 : Appareil de Vicat

5. Matériel d'essai de prise



Figure AI.9 : Appareil de Vicat

6. Essai d'expansion (stabilité)



Figure AI.10 : Aiguille Le châtelier



Figure AI.11 : Bain marie à une
température de 100 °C

7. Essai mécanique



Figure AI.12 : Moule des Mortier.



Figure AI.13 : Table à choc



Figure AI.14 : Eprouvettes démoulées



Figure AI.15 : Sable normalisé



Figure AI.16 : Armoire Humide

8. Appareil de résistance



Figure AI.17 : Appareil de résistance à la Compression

Annexe II : Méthodes

1. Détermination de la masse volumique absolue

- **Principe**

La masse volumique absolue est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat, sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre des grains.

- **Mode opératoire**

- Peser 64 g de ciment, remplir le volumétre de Chatelier à 24 ml d'huile diesel avec les 64 g du ciment et laisser reposer pendant 24 heures.
- Ensuite prendre le volume obtenu sur le volumétre .
- Calculer la masse volumique comme suite : $\rho_s = m / v$.

Où m : la masse du ciment et v : le volume obtenu après 24 h.



Figure AII.1 : Voluménoètre de Le Chatelier

2. Préparation des échantillons pour analyser par spectromètre de FRX

1) mise en marche

Utilisation du broyeur HERZOG (Marche automatique)

- Ouvrir le capot de la machine.
- Ouvrir le couvercle du disque.
- Verser l'échantillon dans le disque de broyage.
- Fermer le couvercle du disque de broyage.
- Fermer le capot de la machine.
- Choisir la durée de broyage par les touches numériques (1).
- Activer le bouton – poussoir démarrer (2).

* DEMARRER

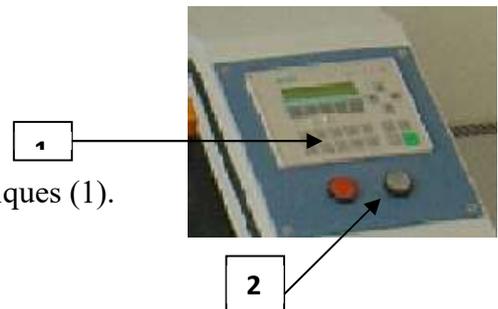
- Le capot de la machine est verrouillé
- La lampe du bouton – poussoir démarrer s'allume
- L'échantillon est broyé
- Le capot de la machine est déverrouillé

* FIN

- Ouvrir le capot de la machine.
- Enlever le disque avec l'échantillon broyé.

Préparation des pastilles.

- Sécher la matière à analyser à $105^{\circ}\text{C} \pm 5$ (si la matière est humide).
- Peser 14 ± 0.1 g de la matière à analyser (broyer à une finesse $< 50\mu\text{m}$).



- Ajouter 0.6 g de cellulose
- Suivre les étapes **d'utilisation du broyeur HERZOG.**
- Choisir le programme 120 s pour toutes les matières.
- Récupérer la matière broyée (s'assurer que la matière a été complètement récupérée).
- Mettre l'anneau dans la pastilleuse.
- Verser la matière broyée dans cet anneau.
- Presser la matière avec la capsule à 20T. (le temps : 1 mn).

NB : ne toucher en aucun cas à la surface à mesurer de l'échantillon.

Préparation des perles.

- Les échantillons doivent être secs avant de commencer la préparation.
- La fusion dépend de la granulométrie, celle-ci doit être inférieure à 100 µm.
- Le choix de la proportion échantillon / fondant est un facteur important de même que le choix du fondant à utiliser.

Fusion :

- La température de fusion doit être suffisante pour assurer une fusion totale de tous les matériaux dans la perle.
- Le temps de fusion doit être suffisant pour que la fusion soit totale et que l'homogénéité soit correcte.
- La température et le temps de fusion doivent être reproductibles.

Coulée :

- Le fond de la nacelle doit être plan pour assurer une bonne reproductibilité de la surface à mesurer.
- Ne jamais gratter ou frapper la nacelle

Refroidissement :

- Le temps et les conditions du refroidissement doivent être constants

2) Environnement :

Les reliquats des déchets des matières premières, produits semi-finis et produits finis sont gardés dans la zone des déchets labo et seront réintroduit chacun dans le doseur approprié à la fin du poste.

3) Documents de référence :

- NA 442/2000.
- FDS.
- Procédures qualité

Fichiers Liées :

- ✓ FM 001 (fiche mémoire mise en marche Fluxana)
- ✓ FM 001 (fiche mémoire préparation perles)
- ✓ FM 003 (fiche mémoire mise en marche Pastilleuse)

Matières :	Poudre de matières premières.
Prétraitement	Si l'échantillon est dur, moudre pendant 2 min, Mélanger soigneusement. Prendre 2 g de l'échantillon et de la traiter dans le four à moufle comme indiqué dans le tableau 01.
Echantillon pondéré A:	Placer d'abord le flux et puis l'échantillon calciner à l'intérieur d'un creuset et le mélanger bien. (Poids dont des quantités sont donnés dans la table ci-dessous)
Programme de fusion :	Comme indiqué dans le tableau 02.
Flux (fondant):	FX-X100 (exceptions sont indiquées)

Tableau 01

Echantillons	Température (°C) (Calcination)	Temps de calcination (h)	Programme de fusion	Poids (g)	Additifs (ca. 0,1g)
Gypse	950	1	P3	7,1400* +1,0000	-
Calcaire	1050	1	P3	7,0000+1,0000	-
Argile	1050	1	P3	7,0000+1,0000	-
Sable	950	1	P1	7,0000+1,0000	-
M.Fer	950	1	P3	7,7000+1,1000	ADD3
Autres (farine, clinker, ...etc)	950	1	P3	7,0000+1,0000	-

Tableau 02

Nom	CRM	Température (°C)	Temps (h)	GV (%)	Programme de fusion	Poids (g)	Additive (ca. 0,1g)
RAW V01	1413	950	1	1,5	P1	7,0000+1,0 000	-
RAW V02	GYP-C	950	1	26	P3	7,1400* + 1,0000	-
RAW V03	683-1	950	1	-0,005	P3	7,7000+1,1 000	ADD3
RAW V04	7108 DC73306	950	1	34,2	P3	7,0000+1,0 000	-
RAW V05	BAS 513	1050	2	43,5	P3	7,0000+1,0 000	-
RAW V06	CRM 101	950	1	4,1	P3	7,0000+1,0 000	-
RAW V07c	NIST 1888b	950	1	1,75	P3	7,0000+1,0 000	-

* Flux FX-X6

Remarque :

- Qualification peleuse avril 2015 et remplacement du programme P1 par le P3.

Etape N°1:

- ✓ Vérifier que les vannes sont en mode ouvert.
- ✓ Vérifier la pression gaz oxygene (02 bar)
- ✓ Vérifier la pression compresseur (sortie 06 bar, entrée 04 bar).
- ✓ Vérifier la pression du gaz Butane (0.25 bar).

Démarrer la hotte puis allumer l'appareil (I)

Etape N°2 :

Réglage de l'appareil :

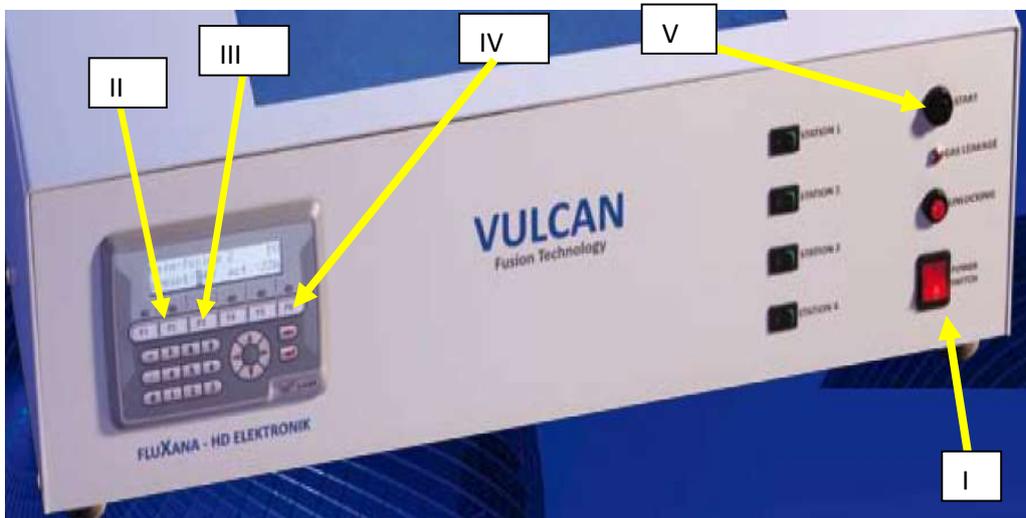
- ✓ Appuyer sur F2 (II) du pavé numérique
- ✓ Sélectionner le N° du programme approprié

- ✓ Appuyer sur touche entrée du clavier 

- ✓ Valider le programme en appuyant sur la touche F3 (III) pendant 03 secondes puis F6 (IV).

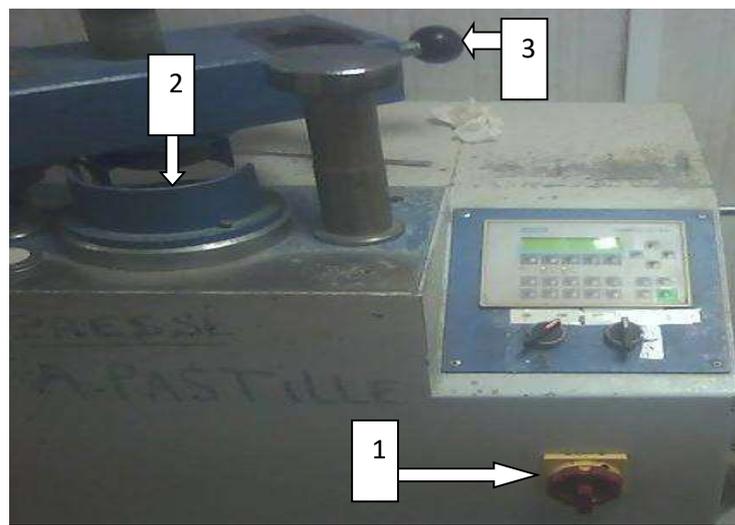
Etape N°3 :

- ✓ Mettre les Nacelles et les creusets dans leurs positions.
- ✓ Appuyer sur le bouton START (V).



Utilisation de la pastilleuse HERZOG (Marche Manuel)

- Mettre la pastilleuse sous tension (1)
- Ouvrir le bras de la pastilleuse.
- Mettre l'anneau puis verser l'échantillon (2).
- Fermer le bras de la pastilleuse (3).

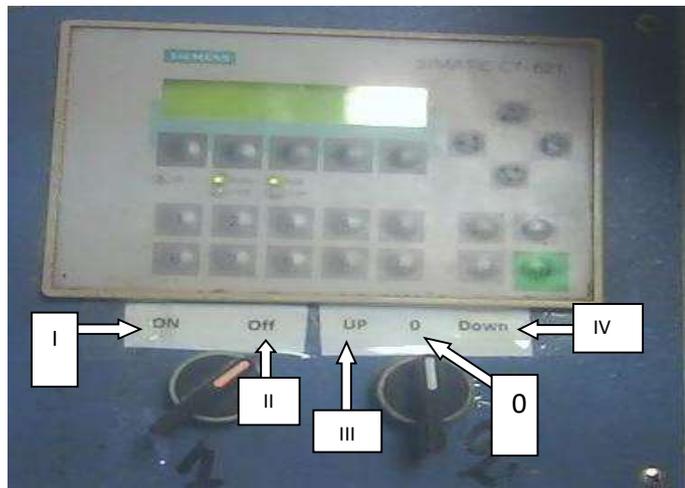


* **DEMARRER**

- Tourner le bouton 1 vers la position ON (I).
- Laisser le temps que la presse s'active et démarre, puis attendre 5 secondes
- Tourner le bouton 2 vers la position UP (III) puis attendre 40 secondes
- Tourner le bouton 2 vers la position Down (IV) attendre 15 secondes.
- Arrêter l'opération en mettant le bouton 2 dans la position « 0 » puis le bouton 1 dans la position Off (II).

* **FIN**

- Ouvrir le bras de la machine.
- Enlever l'anneau



Annexe III : Résultats

1. Analyse chimique de clinker

Composé	Valeur	unité	
SiO ₂	21,07	%	
Al ₂ O ₃	5,47	%	
Fe ₂ O ₃	3,72	%	
CaO	66,76	%	
MgO	0,94	%	
SO ₃	0,20	%	
K ₂ O	0,40	%	
Na ₂ O	0,19	%	
LSF	98,37	NONE	
Silica Ratio	2,29	NONE	
Aluminium Rat	1,47	NONE	
M. SO ₃	0,34	NONE	
Total Alkali	0,45	NONE	
C ₃ S	69,04	NONE	
C ₂ S	8,31	NONE	
C ₃ A	8,19	NONE	
C ₄ AF	11,32	NONE	
Liquid Phase	26,29	NONE	
Burning Index	3,54	NONE	
Min. Burning T	1437,62	NONE	
ApCr	28,62	NONE	

Figure AIII.1 : Composition chimique et composition minéralogique

2. Analyse chimique de gypse

Composé	Valeur	unité	
SiO ₂	9,96	%	
Al ₂ O ₃	2,70	%	
Fe ₂ O ₃	1,58	%	
CaO	28,43	%	
MgO	4,05	%	
SO ₃	34,98	%	
K ₂ O	0,34	%	
Na ₂ O	0,25	%	
LSF	88,61	NONE	
Silica Ratio	2,33	NONE	
Aluminium Rat	1,71	NONE	

Figure AIII.2 : Composition chimique de gypse

Annexe IV : Exigences mécaniques et physiques définies en termes de valeurs caractéristiques pour le CEM III

Classe de résistance	Résistance à la compression Mpa			Temps de début de prise	Stabilité (expansion)
	Résistance à court terme		Résistance courante		
	2 jours	7 jours	28 jours	min	m m
32,5 L ^a	-	≥ 12.0	≥ 32.5	≤ 52.5	≥ 75
32,5 N	-	≥ 16.0			
32,5 R	≥ 10.0	-			
42,5 L ^a	-	≥ 16.0	≥ 42.5	≤ 62.5	≤ 10
42,5 N	≥ 10.0	-			
42,5 R	≥ 20.0	-			
52,5 L ^a	≥ 10.0	-	≥ 52.5	-	≥ 45
52,5 N	≥ 20.0	-			
52,5 R	≥ 30.0	-			

^a - Classe de résistance uniquement pour les ciments CEM III.