

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Thèse de Doctorat en Sciences

Présentée à l'Université 08 mai 1945 de Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de : Génie Civil & Hydraulique

Spécialité : Génie Civil

Option : Matériaux

Présentée par : NIGRI Ghania

Thème : Nouvelle élaboration d'un liant hydraulique

Sous la direction de : Dr. CHERAIT Yacine

Devant le jury :

Pr. BENMALEK Mohammed Larbi	Université de Guelma	Président
Pr. BELACHIA Mouloud	Université de Skikda	Examineur
Pr. NAFA Zahreddine	Université de Guelma	Examineur
Pr. OUCIEF Hocine	Université d'Annaba	Examineur
Pr. REDJEL Bachir	Université d'Annaba	Examineur
Dr. NIGRI Soraya	Université de Guelma	Membre invité

2018

Remerciements

Je tiens à exprimer ma gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse qui a été menée au sein du laboratoire de génie civil et d'hydraulique de l'Université 08 Mai 45 de Guelma.

Mes remerciements s'adressent A: Monsieur Yacine CHERAIT, maitre de conférences à l'Université de Guelma, et mon directeur de thèse pour la confiance qu'il m'a apportée tout au long de ce travail, pour son soutien et son aide à la recherche des solutions adéquates aux difficultés rencontrées au cours de cette thèse, mais aussi et surtout pour ses qualités humaines. Que ce travail soit le témoin de la reconnaissance et le respect que je lui voue.

Mes sincères remerciements vont à Monsieur BENMALLEK Mohamed Larbi, professeur à l'université de Guelma. C'est un grand honneur que vous me faites en acceptant de présider le jury de cette thèse. J'espère que vous trouverez ici le témoignage de ma reconnaissance, de mon respect et de mon admiration pour vos qualités scientifiques, humaines et professionnelles.

Je tiens également à remercier Monsieur BELACHIA Mouloud, professeur à l'Université de Skikda, Monsieur OUCIEF Hocine, professeur à l'Université d'Annaba, Monsieur REDJEL Bachir, professeur à l'Université d'Annaba et Monsieur NAFA Zahreddine, professeur à l'Université de Guelma pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'examiner ce travail. Je leur exprime toute ma reconnaissance pour l'intérêt qu'ils ont porté à la lecture et la critique de ma thèse.

Je remercie vivement Madame NIGRI Soraya, pour son assistance et son aide tout long de la réalisation de ce travail.

J'exprime également mes gratitudes à l'ensemble du personnel de la cimenterie de Hadjar Soud, et plus particulièrement les ingénieurs et les techniciens du laboratoire du contrôle continu, qui ont contribué au bon déroulement de mon stage dans une ambiance chaleureuse et très amicale.

Je voudrais également remercier l'ensemble des responsables, ingénieurs et techniciens : du laboratoire de Génie civil et du laboratoire de Géologie de l'université d'Annaba, du Laboratoire de

recherche de chimie de l'université de Skikda, du laboratoire d'analyses industrielles et génie des matériaux et des laboratoires pédagogiques de Chimie de l'université de Guelma et enfin du laboratoire de recherche de physique de l'université de Constantine pour m'avoir accueillie et aider à réaliser certains essais.

Je remercie également l'ensemble des enseignants de département de génie civil et d'hydraulique de l'université de Guelma et plus particulièrement le professeur GUENFOUD Mohamed pour leur soutien moral et pour certains la qualité de la formation qu'ils m'ont dispensé.

Le temps et l'énergie consacrés aux études, et à la réalisation de ce travail de recherche, n'aurait été possible sans les efforts, les sacrifices et l'affection consacrés par ma famille, j'ai eu la chance d'avoir leur soutien, leur aide, et leur confiance dans chaque décision concernant ma vie et mon travail.

Je ne saurais oublier les chercheurs et les responsables du laboratoire de recherche de génie civil et hydraulique à qui je souhaite bonne chance et bon courage.

Je voudrais également remercier tous ceux celles qui ont contribué à enrichir ce travail de près ou de loin, tout particulièrement : Mr TOUMIAT Omar, et Mme CHETAIBI Sabah.

Merci à TOUS !

RESUMES

RESUME

A l'heure actuelle les industriels de la filière "ciment" utilisent énormément des constituants secondaires pour l'élaboration de leurs produits, principalement du laitier de haut fourneau, des cendres volantes, des pouzzolanes, de la fumée de silice, des schistes calcinés, des calcaires et des fillers.

Dans ce travail de recherche nous étudions le potentiel de l'utilisation des déchets de brique, comme une substitution partielle de clinker pour la production d'un nouveau ciment composé. Ce dernier a été élaboré par broyage et homogénéisation du clinker, des déchets de brique et du gypse. Le clinker utilisé est fabriqué par le procédé dit par voie sèche, technique couramment utilisée dans l'industrie cimentière Algérienne et qui consiste à préparer des mélanges crus secs. Huit compositions contenant respectivement entre 0 et 35% de poudres de briques, finement broyée, ont été préparées et caractérisées d'un point de vue physique, mécanique et chimique.

Les résultats obtenus montrent que cette substitution s'accompagne par une réduction des performances mécaniques au jeune âge. Par contre, à long terme et plus particulièrement à 90 jours, l'on constate une inversion du précédent constat, ce qui laisse à penser que l'ajout de poudres de briques génère des réactions chimiques latentes. L'on constate également que le temps de prise et le retrait final sont réduits.

L'étude de la microstructure de la pâte de ciment a été étudiée en utilisant un microscope électronique à balayage et l'évolution de l'hydratation a été étudiée par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier IR-TF. Les résultats obtenus par ces deux techniques sur un ciment contenant 10% de poudres de brique montrent une structure dense et homogène. Par ailleurs, les résultats de la spectroscopie IR-TF confirment bien le caractère pouzzolanique des briques rouges par une diminution de la silice amorphe au cours de l'hydratation. Enfin les meilleures performances mécaniques et physiques ont été observées pour un ciment composé contenant respectivement 10% de poudres de brique, 5% de gypse et 85% de clinker.

Mots clés: *déchets de brique, ciment composé, spectroscopie IR-TF, microscope électronique à balayage, granulométrie par diffraction laser.*

ملخص

في الوقت الحاضر، يستخدم مصنعو الأسمنت الكثير من المكونات الثانوية لتصنيع منتجاتهم، خاصة خبث الفرن العالي والرماد المتطاير وبوزولان ودخان الكلس والحشو.

في هذا البحث قمنا بدراسة إمكانات استخدام كميات كبيرة من النفايات الثانوية ذات التكلفة المنخفضة كحل بديل للكلنكر لإنتاج الأسمنت المركب. وسيتم إنتاجها من خلال طحن وتجانس الكلنكر بقايا الأجر والجبس. تم تحضير ثمانية عينات تختلف فيها نسبة الأجر المضاف من 0 إلى 35%. كما تم دراسة خصائصها من زوايا مختلفة.

أظهرت النتائج أن هذا الاستبدال يرافقه انخفاض في الأداء الميكانيكي على المدى القصير لكنها من ناحية أخرى، على المدى الطويل، وعلى الأخص بعد 90 يوماً، وهناك عكس الملاحظة السابقة، مما يشير إلى أن إضافة بقايا الأجر يولد تفاعلات كيميائية متأخرة. ونلاحظ أيضاً أن زمن التماسك وكذا التقلص النهائي يتناقصان.

الدراسة المجهرية لعجينة الاسمنت درست باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح وقد تم دراسة تطور الترطيب باستعمال الأشعة تحت الحمراء لتحويل فوربييه، من خلال النتائج تبين أن العينة المشكلة من 10% من بقايا الأجر تتمتع بتوزيع متجانس وكثيف لأجزاء المادة، أما دراستها بواسطة الأشعة تحت الحمراء فقد فسر التفاعل الكيميائي البوزولاني من خلال انخفاض كمية أكسيد السيلسيوم غير المبلور أثناء تطور العجينة الإسمنتية.

وأخيراً، لوحظت أفضل العروض الميكانيكية والفيزيائية للأسمنت المركب الذي يحتوي على التوالي 10% من مخلفات بقايا الأجر و 5% من الجبس و 85% من الكلنكر.

كلمات مفتاحية: بقايا الأجر، الأشعة تحت الحمراء لتحويل فوربييه FTIR، المجهر الإلكتروني الماسح، التوزيع الحبيبي الليزري.

Abstract

Actually, Blended cements, based on the replacement of portland cement clinker by the industrial by-products, mainly blast furnace slag, fly ash, pozzolana, silica fume, calcined shales, limestones and fillers are produced with large quantities.

In this research work we study the potentialities of using ground waste bricks as a partial replacement of clinker in blended cement. The blended cements are produced by grinding and mixing clinker, waste brick and gypsum. Eight compositions containing 0 to 35% of waste bricks as a clinker replacement are prepared and characterized.

The results obtained show that this substitution is accompanied by a reduction in mechanical performance at young age. On the other hand, in the long term, and more particularly at 90 days, there is a reversal of the previous observation, which suggests that the addition of bricks generates delayed chemical reactions. It is also noted that the setting time and the final shrinkages were reduced.

The microstructure of the paste was studied using scanning electron microscopy and the evolution of cement hydration was studied by Fourier transform infrared spectroscopy. It was concluded that the microstructure of the binder with 10% of brick shows a dense and homogeneous particles distribution. In addition, FT-IR shows that the pozzolanic reaction occurs through the decreases of the amorphous silica during hydration. Finally, a blended cement composition has been formulated, with optimal results at 10% of ground waste brick, 5% of gypsum and 85% of clinker.

Keywords: *Waste brick, Blinded cement, FT-IR spectroscopy, Scanning electron microscopy, Laser diffraction granulometry.*

SOMMAIRE

SOMMAIRE

Résumé.....	2
ملخص.....	3
Abstract.....	4
Sommaire.....	5
Table des figures.....	12
Liste des tableaux.....	16
Introduction générale.....	18
Références bibliographiques de l'introduction générale.....	23
<u>CHAPITRE 1. GENERALITES SUR LA CHIMIE DES</u>	
<u>CIMENTS.....</u>	24
1.1. Introduction	25
1.2. Définition d'un ciment selon la norme NA442.....	25
1.3. Procèdes de fabrication du ciment.....	26
1.4. Constituants de base du ciment.....	27
1.4.1 Le clinker Portland.....	27
1.4.1.1 Cuisson du clinker	28
1.4.2. Les additions minérales	30
1.4.2.1 Les additions actives	30
1.4.2.2 Les additions minérales inertes	34
1.4.2.3 Indice d'hydraulicité.....	35
1.4.2.4 Dégagement de chaleur pendant la prise	35
1.4.2.5 Couleur des ciments	36
1.5. Classification des ciments	36

1.5.1. Classification en fonction de leur composition	36
1.5.2. Classification en fonction de leur résistance normale	37
1.6. Hydratation du ciment Portland	37
1.6.1. Réactions d'hydratation et propriétés des hydrates.....	38
1.6.1.1 Hydratation des silicates C_3S et C_2S	39
1.6.1.2 Hydratation de la phase aluminates.....	40
1.6.2. Evaluation des propriétés du ciment portland.....	42
1.7. Bref aperçu sur l'industrie cimentaire Algérienne.....	42
1.7.1. Secteur public	42
1.7.2. Secteur privée.....	42
1.8. Bilan.....	44
Références bibliographiques du premier chapitre.....	45

CHAPITRE 2. LES PRODUITS ROUGES ET LA REACTION POUZZOLANIQUE..... **46**

2.1. Introduction	47
2.2. La brique.....	47
2.2.1. Définition.....	47
2.2.2. Types de briques	47
2.2.2.1 Brique en terre crue.....	47
2.2.2.2 Brique en terre cuite.....	48
2.2.3. Procédés de fabrication de la brique.....	48
2.2.3.1. Extraction.....	48
2.2.3.2. Préparation de l'argile.....	49
2.2.3.3. Broyage et malaxage.....	49
2.2.3.4. Dosage et mélange.....	49
2.2.3.5 Façonnage.....	50
2.2.3.6 Séchage.....	51
2.2.3.7 Cuisson.....	51
2.2.3.8 Emballage.....	52

2.2.4. Bref aperçu sur l'industrie des produits rouges en Algérie.....	53
2.3. Chime d'hydratation du ciment avec ajout pouzzolanique.....	54
2.3.1. La réaction pouzzolanique.....	54
2.3.2. Les produits de la réaction pouzzolanique.....	55
2.3.3. Degré de la réaction pouzzolanique.....	55
2.3.4. Paramètres influençant les réactions pouzzolaniques.....	56
2.3.5. Caractéristiques de la réaction pouzzolanique.....	56
2.3.6. Méthodes d'activation de la réaction pouzzolanique.....	57
2.3.6.1 Activation thermique.....	57
2.3.6.2 Activation mécanique.....	57
2.3.6.3. Activation chimique.....	57
2.4. Effets de la pouzzolane sur les propriétés du béton.....	58
2.4.1. Pouzzolanité des déchets des briques déterminée par DRX.....	58
2.4.2. Etudes antérieures sur le recyclage des déchets de briques.....	59
2.4.2.1 Effet de la brique sur la réduction de l'émission de CO ₂	59
2.4.2.2 Effet de la brique sur les résistances mécaniques et le module d'élasticité.....	60
2.4.2.3. Le retrait libre.....	64
2.4.2.4. La densité.....	66
2.4.2.5. Temps de prise.....	66
2.4.2.6. La durabilité.....	67
2.5. Analyse.....	71
2.6. Orientation de la thèse.....	72
Références bibliographiques du deuxième chapitre.....	74

CHAPITRE 3. MATIERES PREMIERES: CARACTERISATION ET PROCEDURES EXPERIMENTALES.....76

PARTIE A. MATIERES PREMIERES UTILISEES

3.1. Introduction.....	77
-------------------------------	-----------

3.2. Matières premières: Description, origine et échantillonnage.....	77
3.2.1. Déchets de briques.....	77
3.2.2. Clinker utilisé.....	79
3.2.3. Gypse utilisé.....	79
3.3. Préparation du ciment.....	80
 PARTIE B. PROCEDURES EXPERIMENTALES	
3.1. Introduction.....	81
3.2. Caractérisation chimique des ciments.....	81
3.2.1. Analyses chimique par fluorescence X.....	81
3.2.2. Teneur en (CaO) libre.....	81
3.2.3. Perte au feu (PAF).....	82
3.3. Caractérisation physique des ciments.....	82
3.3.1. Analyse granulométrique des éléments fins.....	82
3.3.2. Masses volumiques absolues et apparentes.....	85
3.3.3. Consistance normale des ciments.....	85
3.3.4. Prise des ciments.....	86
3.3.5. Expansion des ciments.....	86
3.3.6. Retrait des ciments.....	87
3.4. Caractérisation mécanique des ciments.....	88
3.5. Caractérisation minéralogique et morphologique.....	88
3.5.1. Analyse par diffraction des rayons.....	88
3.5.2. Préparation des échantillons de ciments.....	90
3.5.2.1 Eau de gâchage.....	90
3.5.2.2 Poudre de ciment.....	90
3.5.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Foureier (IR-TF).....	91
3.5.4. Microscopie électronique à balayage.....	94
3.6. Normes utilisées.....	95
3.7. Conclusions.....	95
Références bibliographiques du troisième chapitre.....	96

CHAPITRE 4. CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES.....97

4.1. Introduction.....	98
4.2. Caractéristiques des matières premières utilisées.....	98
4.2.1. Poudre de briques.....	98
4.2.1.1. Masses volumique et coefficient d'absorption.....	98
4.2.1.2. Composition chimique des déchets de brique.....	99
4.2.1.3. Granulométrie laser de la poudre de brique utilisée.....	100
4.2.1.4. Diffraction des rayons X de la poudre de brique.....	101
4.2.1.5. Spectre IR-TF de la brique.....	102
4.2.2. Caractéristiques du gypse.....	103
4.2.2.1. Composition chimique du gypse.....	103
4.2.2.2. Diffraction des rayons X du gypse.....	104
4.2.2.3. Spectre IR-TF du Gypse.....	104
4.2.3. Caractéristiques du clinker.....	105
4.2.3.1. Caractéristiques des matières premières utilisées dans la fabrication du clinker.....	105
4.2.3.2. Technique utilisée pour la fabrication du clinker.....	109
4.2.3.3. Critères chimiques et minéralogiques du clinker.....	110
4.2.3.4. Masses volumique du clinker obtenu.....	110
4.2.3.5. Composition chimique du clinker.....	110
4.2.3.6. Granulométrie laser du clinker.....	111
4.2.3.7. Spectre IR-TF du clinker.....	112
4.2.3.8. Composition minéralogique du clinker obtenu.....	113
4.2.3.9. Diffraction des rayons X du clinker.....	114
4.3. Analyses.....	115
4.4. Conclusions.....	115
Références bibliographiques du quatrième chapitre.....	117

<u>CHAPITRE 5. CARACTERISATION DES CIMENTS ELABORES.....</u>	118
5.1. Introduction.....	119
5.1.1. Présentation de la cimenterie de Hadjar Soud	119
5.2. Caractérisation des ciments élaborés.....	121
5.2.1. Caractérisation chimiques des ciments élaborés.....	121
5.2.1.1. Composition chimique.....	121
5.2.1.2. Indice d'hydraulicité.....	122
5.2.2. Caractérisation physique des ciments élaborés.....	123
5.2.2.1. Granulométrie laser des ciments préparés.....	123
5.2.2.2. Masses volumiques.....	129
5.2.2.3. Consistance normale.....	129
5.2.2.4. Expansion.....	129
5.2.2.5. Temps de prise.....	130
5.2.2.6. Retrait libre des ciments.....	131
5.2.2.7. Couleur des ciments.....	132
5.2.3. Caractérisation mécanique des ciments élaborés.....	132
5.2.3.1. Résistance à la compression.....	132
5.2.3.2. Résistance à la traction par flexion.....	134
5.2.3.3. Etude de la pouzzolanité des déchets de brique par la résistance relative.....	135
5.2.4. Caractérisation minéralogique.....	137
5.2.4.1. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	138
5.2.4.2. Microscopie électronique à balayage.....	142
5.3. Estimation de l'émission de dioxyde de carbone CO₂.....	144
5.4. Synthèse.....	146
5.5. Fiche technique du nouveau ciment élaboré.....	147
Références bibliographiques du cinquième chapitre.....	150
Conclusions générales.....	152
Perspectives.....	154
<u>Annexes.....</u>	<u>156</u>

Table des figures

Figure 1-1: procédé de fabrication du ciment.....	27
Figure 1-2: image du clinker à la microscopie optique.....	28
Figure 1-3: formation des quatre phases principales du clinker.....	30
Figure 1-4: cendre volante classe F (microscope électronique à balayage).....	32
Figure 1-5: développement et hydratation d'une pâte de ciment.....	38
Figure 1-6: C-S-H en fibre.....	39
Figure 1-7: gel de C-S-H.....	39
Figure 1-8: $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et CSH.....	39
Figure 1-9: cristaux de portlandite.....	39
Figure 1-10: aiguilles d'ettringite.....	41
Figure 1-11: monosulfoaluminate hydraté.....	41
Figure 2-1: briques en terre crue.....	47
Figure 2-2: briques en terre cuite.....	48
Figure 2-3: extraction et stockage de l'argile.....	48
Figure 2-4: façonnage de la brique.....	50
Figure 2-5: séchage des briques.....	51
Figure 2-6: emballage des briques.....	52
Figure 2-7: procédé général de fabrication de la brique.....	53
Figure 2-8: activité pouzzolanique (fixation de chaux).....	56
Figure 2-9: résistance à la compression des mortiers de ciment 0 et 15% de substitution par la tuile.....	58
Figure 2-10: diffractogrammes RX des pâtes «chaux-déchet de brique» après 7 et 28 jours de durcissement.....	58
Figure 2-11: résistances mécaniques en fonction du pourcentage de brique.....	60
Figure 2-12: résistances mécaniques en fonction du pourcentage de brique.....	61
Figure 2-13: résistance à la compression du béton avec gros granulats de brique.....	61
Figure 2-14: résistance à la compression du béton avec granulats fins de brique.....	62
Figure 2-15: résistance à la compression du béton avec gros et fin granulats de brique.....	64
Figure 2-16: variation du retrait en fonction du pourcentage du déchet de brique.....	65

Figure 2-17: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions des gros granulats par la brique.....	65
Figure 2-18: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions du gros granulat par la brique.....	65
Figure 2-19: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions des gros et fins granulats par la brique.....	66
Figure 2-20: densité a l'état frais des bétons.....	67
Figure 2-21: absorption capillaire.....	68
Figure 2-22: Sorptivité des mortiers M1B0, M1B10, M1B20, M1B30 et M1B40.....	68
Figure 2-23: expansion et perte de masse des mortiers contenant des déchets de brique B, D, L et P.....	69
Figure 3-1: photo de la briqueterie de Bendjerrah et sa carrière d'exploitation.....	78
Figure 3-2: opération de broyage des déchets de brique.....	79
Figure 3-3: four de calcination pour PAF.....	82
Figure 3-4: Schéma simplifié de l'unité optique d'un granulomètre laser.....	83
Figure 3-5: granulomètre laser à diffraction de type Malvern Master Sizer 2000.....	84
Figure 3-6: mesure des masses volumiques des ciments.....	85
Figure 3-7: appareil de Vicat.....	86
Figure 3-8: anneau utilisé pour la mesure de l'expansion.....	87
Figure 3-9: Mesure du retrait libre par un rétractomètre digital.....	87
Figure 3-10: presse d'essai de résistance mécanique et table à chocs utilisées.....	88
Figure 3-11: schéma d'un diffractomètre.....	90
Figure 3-12: pâtes pures de ciment préparées avec (E/C=0,4) pour les échantillons C0 et C10.....	91
Figure 3-13: principe de la spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IR-TF)..	92
Figure 3-14: essai IR-FT (matériels et échantillons utilisés).....	93
Figure 3-15: microscope électronique à balayage (MEB).....	95
Figure 4-1: granulométrie laser de la brique utilisé.....	100
Figure 4-2: diffractogramme de rayons X des déchets de briques utilisés.....	101
Figure 4-3: spectre IR- FT des déchets de briques utilisés.....	102
Figure 4-4: diffractogramme de rayons X du gypse utilisé.....	104
Figure 4-5: spectre IR-TF du gypse utilisé.....	104

Figure 4-6: processus de fabrication du ciment par voie sèche.....	109
Figure 4-7: granulométrie laser du clinker utilisé.....	111
Figure 4-8: spectre IR- FT du clinker.....	112
Figure 4-9: diffractogramme des rayons X du clinker élaboré.....	115
Figure 5-1: photo de la cimenterie de Hadjar Soud.....	119
Figures 5-2: analyse granulométrique laser du ciment de référence C0.....	125
Figures 5-3: analyse granulométrique du ciment contenant 5% d'ajout C5.....	125
Figure 5-4: analyse granulométrique du ciment contenant 10% d'ajout C10.....	126
Figures 5-5: analyse granulométrique du ciment contenant 15% d'ajout C15.....	126
Figures 5-6: analyse granulométrique du ciment du ciment C20.....	127
Figures 5-7: analyse granulométrique du ciment C25.....	127
Figures 5-8: analyse granulométrique du ciment C30.....	128
Figure 5-9: analyse granulométrique du ciment contenant 35% d'ajout C35.....	128
Figure 5-10: retrait des mortiers de ciments élaborés en fonction du (%) de brique et en fonction du temps.....	131
Figure 5-11: changement de couleur des mortiers de ciments contenant de 0 à 35% de brique.....	132
Figure 5-12: variation de la résistance en fonction du taux de briques et en fonction du temps.....	133
Figure 5-13: variation de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en briques.....	134
Figure 5-14: résistance relative en fonction du temps et de la teneur en brique.....	136
Figure 5-15: résistance relative en fonction du temps et de la teneur en briques.....	137
Figure 5-16: représentation des trois modes de vibration de la liaison Si-O-Si.....	138
Figure 5-17: représentation des trois modes de vibration de la liaison H-O-H.....	139
Figure 5-18: spectre IR-FT du ciment de référence hydraté à différents âges (C0).....	139
Figure 5-19: spectre IR- FT du ciment contenant 10% de brique (C10) hydraté à différents âges.....	141
Figure 5-20: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 (magnification 100µm).....	142

Figure 5-21: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 (magnification 50 μ m).....	142
Figure 5-22: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 (magnification 10 μ m).....	143
Figure 5-23: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment (magnification 5 μ m).....	143

Tableau 4-17: étendue de la composition chimique du clinker	113
Tableau 4-18: composition minéralogique du clinker.....	113
Tableau 4-19: étendue et moyennes pour les ciments composés courants.....	114
Tableau 5-1: teneur en oxyde des ciments anhydres.....	121
Tableau 5-2: teneur en oxyde sulfurique, chaux libre et perte au feu des ciments anhydres.....	122
Tableau 5-3: indices hydrauliques des ciments élaborés.....	122
Tableau 5-4: paramètres physiques des ciments élaborés.....	124
Tableau 5-5: résultats de la granulométrie laser pour le ciment de référence.....	124
Tableau 5-6: masses volumiques des ciments élaborés.....	129
Tableau 5-7: consistance normale des ciments élaborés.....	129
Tableau 5-8: expansion des ciments élaborés.....	130
Tableau 5-9: temps de prise des ciments élaborés.....	130
Tableau 5-10: résistance à la compression des mortiers de ciments élaborés.....	132
Tableau 5-11: résistance à la flexion des mortiers de ciments élaborés.....	134
Tableau 5-12: analyse chimique de l'eau utilisée.....	138
Tableau 5-13: caractéristiques des ciments élaborés.....	146

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'utilisation des sous-produits de l'industrie dans la fabrication du ciment et la formulation du béton a été largement étudiée ces dernières années. Ces matières présentent des propriétés pouzzolaniques (cas des cendres volantes, et de la fumée de silice) et/ou hydrauliques latentes (cas des laitiers de haut fourneau). En Algérie, le laitier de haut fourneau est le seul sous produit industriel à être valorisé à l'heure actuelle. Ce dernier a été utilisé comme substituant du clinker pour la fabrication des ciments composés au niveau de la cimenterie de Hadjar Soud de Skikda. Les autres cimenteries Algériennes utilisent généralement la pouzzolane naturelle, le calcaire et le tuf extraits des carrières pour l'élaboration des ciments composés de classe CPJ-CEM II/A et II/B. Cependant d'autres sous produits peuvent être également utilisés et valorisés. En effet des études entreprises notamment par [Wild et al. 1996, 1998, Tolido Filho et al. 2007, Naceri et al.2009, Kirjiz.2014, 2015] ont montrée que certains déchets de l'industrie des produits rouges, dont notamment les briques broyées, présentent un caractère pouzzolanique important.

Ces sous produits de l'industrie des produits rouges se trouvent relativement en abondance en Algérie. En effet, et selon les statistiques disponibles, ils représentent entre 10 à 15% de la production nationale qui s'élève, en 2016 à plus de 30 millions de tonnes et restent peu ou pas recyclées jusqu'à présent. C'est dans ce contexte que s'inscrit notre étude. Elle vise à élaborer un nouveau ciment composé à base de déchets de briques finement broyés. Pour la fabrication du nouveau liant, la démarche adoptée consiste dans un premier temps à caractériser les matières premières utilisées et dans une seconde étape, on cherchera à évaluer, à partir d'un protocole expérimental détaillé, les différentes performances chimiques, physiques et mécaniques du nouveau liant. Pour être validées, ces performances doivent impérativement répondre aux exigences réglementaires imposées par les normes en vigueur. En Algérie on utilise pour les ciments la norme **NA442**. Elle impose des limites de composition destinées à garantir une cuisson convenable du clinker et l'obtention d'un produit sain. Il est prévu, pour les éléments constitutifs tels que l'aluminate tricalcique (C_3A), le trioxyde de soufre (principalement SO_3 , provenant du gypse d'addition) et l'oxyde de magnésium (MgO), des limites qui varient avec les types de ciments. Des limites de comportement sont également imposées aux propriétés physiques telles que durée de prise, surface spécifique, et résistance à la compression à différents âges.

L'étude s'inscrit aussi dans un contexte environnemental où les industries cimentières sont soumises à des quotas très strictes en matière d'émission de CO_2 dans le cadre du fameux protocole de Kyoto de 2004. En effet, la production de clinker portland nécessite la décarbonatation du calcaire; processus

entraînant la formation de chaux CaO et l'émission de dioxyde de carbone CO₂ selon la réaction suivante :



Le dégagement de CO₂ est de l'ordre de 850kg par tonne de clinker portland produite. Il est dû d'une part à la décarbonatation du calcaire pour une raison de (2/3) et à la combustion du pétrole ou du charbon (1/3). L'émission de CO₂ par l'industrie cimentière peut être limitée en agissant sur les trois points principaux:

- *Améliorer l'efficacité énergétique des cimenteries en modernisant les usines et les procédés;*
- *Utiliser de combustibles de substitution en remplaçant les combustibles fossiles par des combustibles alternatifs;*
- *Utiliser de matières premières de substitution pour la fabrication du clinker ou procéder à des ajouts au clinker (laitiers, cendres volantes, pouzzolanes, etc.) et réduire ainsi le phénomène de décarbonatation du calcaire.*

Ainsi l'utilisation d'ajouts minéraux dans les industries du ciment et du béton présente des avantages techniques, économiques et écologiques. De points de vue fonctionnels et techniques, les ajouts cimentaires améliorent généralement la résistance mécanique, l'imperméabilité et la résistance aux attaques chimiques. Enfin, parce qu'ils permettent d'obtenir des ciments composées à faible chaleur d'hydratation, les ajouts minéraux améliorent la résistance à la fissuration d'origine thermique (réduction du retrait).

Du point de vue économique, le ciment portland est le composant le plus onéreux au cours de la production du béton, puisqu'il est un matériau à forte intensité énergétique. La plupart des ajouts susceptibles de remplacer le ciment dans le mortier ou le béton sont des sous-produits, et à ce titre, ils nécessitent relativement moins d'énergie, et sont moins coûteux que le ciment portland (le coût est souvent égal au coût du transport et de la manipulation) ce qui a pour conséquence de réduire le prix de revient du matériau béton.

Du point de vue écologique et environnemental, la production d'une tonne de ciment portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique (CO₂). En effet, le taux de substitution de clinker est du même ordre que la diminution de rejet de (CO₂) (la production d'un ciment à 10% d'ajouts permet une réduction de 10% de (CO₂) par rapport à un ciment sans ajouts). L'utilisation des ajouts cimentaires permet ainsi de préserver les ressources naturelles non renouvelables nécessaires à la production du clinker (argile, calcaire et combustibles fossiles).

STRUCTURATION DE LA THESE

Le mémoire de thèse, construit en cinq chapitre, démontre bien la faisabilité de remplacer une partie de clinker par des déchets de briques pour la fabrication des ciments composés.

Le premier chapitre est une analyse de la bibliographie sur la chimie des ciments. Un état global de la production et de la consommation nationale en ciment est également exposé. De l'analyse bibliographique découle une démarche expérimentale nécessitant une étude complète qui doit être entreprise sous différents angles, caractérisations mécaniques, physiques et chimiques aussi bien des déchets utilisés que du nouveau liant composé élaboré. Etant un produit manufacturé, le nouveau produit doit nécessairement répondre aux spécifications des différentes normes nationales relatives aux liants, et plus particulièrement la norme NA442.

Le second chapitre présente un bref exposé sur les produits rouges, ainsi qu'une synthèse sur l'utilisation des déchets de briques dans la fabrication des bétons. Les réactions pouzzolaniques développées sont également exposées.

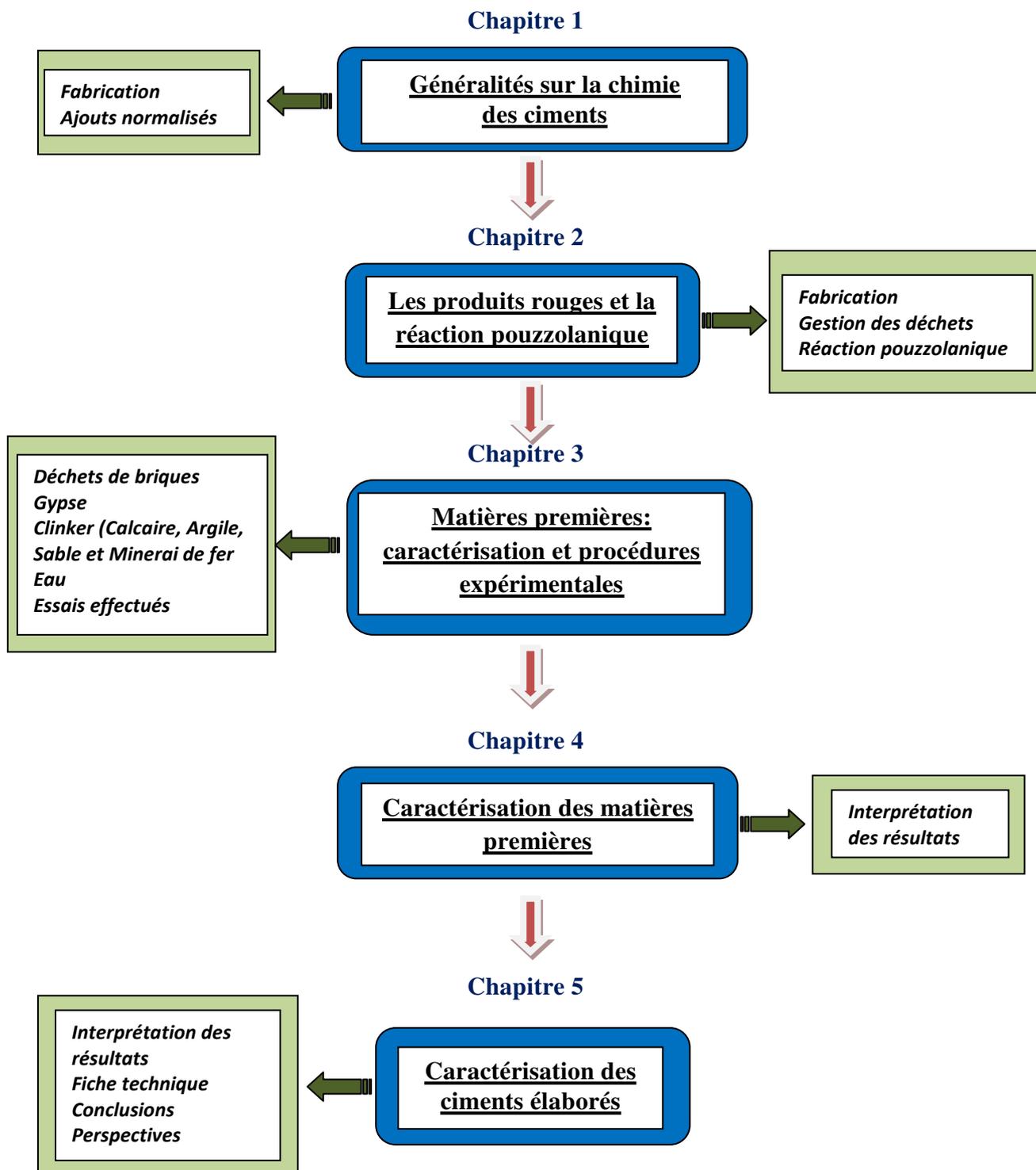
Dans le troisième chapitre, nous présentons en première partie, les matières premières utilisées pour l'élaboration du nouveau ciment. Il est important de maîtriser l'ensemble des propriétés intrinsèques des matières premières (granulométrie, composition chimique et minéralogique, etc.). En effet, la connaissance des propriétés et des spécificités de ces matériaux est essentielle pour l'identification de potentielles performances comptabilisées dans la confection des nouveaux produits ou des produits existants améliorés, comme les ciments composés. En seconde partie, nous dévoilons les procédures ainsi que les différents essais de caractérisation effectués. Autant que possible, on s'est référé aux essais normalisés en vigueur conformément aux normes Algériennes. Certaines normes Européenne et Américaines ont été également été utilisées.

Dans le quatrième chapitre, on expose l'ensemble des résultats des essais entrepris sur les matières premières utilisées, à savoir, clinker, gypse, déchets de briques et eau de gâchage. Une fois caractérisée, ces matières premières ont servie à l'élaboration des nouveaux ciments composés au niveau du laboratoire de génie civil et hydraulique de l'université de Guelma.

Le cinquième et dernier chapitre est dédié à l'étude de la caractérisation mécanique, physique et chimique et morphologique du nouveau ciment élaborée. L'étude s'est portée aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci.

Enfin, le manuscrit est clôturé par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus ainsi que les perspectives envisagées.

La figure suivante illustre la structuration du mémoire qui vient d'être décrite.



Références bibliographiques de l'introduction générale

- [1] Wild S., Khatib JM., Portlandite consumption in metakaolin cement pastes and mortars. *Cement and concrete research* 27(1) (1996), 137-146.
- [2] Wild S., Khatib JM., O'Farrell M., Sulphate resistance of mortar containing ground clay brick calcined at different temperatures. *Cement and Concrete Research*, 28 (1) (1998) 83-92.
- [3] Tolido Filho RD., Gonçalves JP., Americano BB, Fairbairn EM R., Potential for use of crushed waste calcined-clay brick as a supplementary cementitious material in Brazil, *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 1357-1365.
- [4] Naceri AG., Hamina M., Use of waste brick as a partial replacement of cement in mortar, *Waste Management* 29 (2009) 2378–2384
- [5] Kırğız MS., Use of ultrafine marble and brick particles as alternative raw materials for clinkerization. *ZKG International*. 4(2014) 36-44.
- [6] Kırğız M S., Strength gain mechanisms of blended-cements containing marble powder and brick powder. *KSCE. Journal of Civil Engineering*. 19 (1) (2015) 165–172.

CHAPITRE 1. GENERALITES SUR LA CHIMIE DES CEMENTS

Ce chapitre expose le processus de fabrication des ciments ainsi que les différents ajouts normalisés utilisés dans l'industrie cimentaire dans le monde. La recherche d'un nouveau ajout cimentaire, disponible et bon marché permet de poser la problématique du travail.

L'analyse bibliographique est alors entreprise en rappelant d'abord les spécificités des ajouts normalisés, en mettant ensuite en évidence leurs rôles aux niveaux des propriétés physicochimiques des ciments selon la norme produit Algérienne NA442. Enfin un état sommaire de l'industrie cimentaire Algérienne est également présenté.

CHAPITRE 1. GENERALITES SUR LA CHIMIE DES CIMENTS

1.1. Introduction

Dans ce premier chapitre, la fabrication du ciment, depuis un simple mélange de constituants réactifs et inertes, jusqu'à un matériau sous forme de poudre développant un caractère liant et ayant des propriétés mécaniques, chimiques et physiques bien spécifique est retracée. Nous suivrons ainsi pas à pas, les réactions qui se développent lors de la prise du ciment. On présentera également les différents ajouts utilisés principalement pour la confection de ciments composés, qui restent de loin, les liants les plus utilisés. Enfin, on clôturera le travail par une brève présentation de l'état actuel de l'industrie cimentaire au niveau national.

1.2. Définition d'un ciment selon la norme NA442 [1]

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire un matériau minéral finement moulu qui, gâché avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et de processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa Résistance et sa stabilité même sous l'eau. Le ciment conforme à la norme NA442/2013, appelé ciment CEM, mélangé avec des granulats et gâché avec de l'eau de façon appropriée, doit être capable de produire un mortier ou un béton qui conserve son ouvrabilité pendant un temps suffisamment long et doit, après des périodes déterminées, atteindre des niveaux de résistance prescrits et aussi présenter une stabilité de volume à long terme. Le durcissement hydraulique du ciment CEM est principalement dû à l'hydratation des silicates de calcium, mais d'autres composés chimiques peuvent également intervenir dans le processus de durcissement, tel que, par exemple, les aluminates.

Dans les ciments CEM, la somme des quantités relatives d'oxyde de calcium (CaO) et de dioxyde de silicium (SiO₂) réactifs doit représenter une proportion au moins égale à 50% en masse, lorsqu'elles sont déterminées selon la norme NA5042 équivalente à la norme NF EN 196-2. Les ciments CEM sont constitués de différents matériaux et sont de composition statistiquement homogène du fait d'une assurance qualité couvrant les processus de production et de manutention. Les ciments à faible chaleur d'hydratation «LH» (NA 442/2013). La chaleur d'hydratation du ciment, exprimée en Joule [J] par

gramme de ciment est la quantité de chaleur dégagée par son hydratation. En effet, les réactions d'hydratation des ciments sont des réactions exothermiques. Dans les constructions massives, l'utilisation de ciments à faible chaleur d'hydratation réduit fortement l'échauffement de la masse de béton lors du durcissement et constitue par conséquent une précaution utile pour diminuer le retrait thermique ultérieur et le risque de fissuration engendré par ce retrait. Les ciments LH sont donc à prescrire pour les ouvrages de masse, généralement à partir de plus de 50cm d'épaisseur. Les ciments courants à faible chaleur d'hydratation sont des ciments dont la chaleur d'hydratation ne dépasse pas la valeur caractéristique de 270J/g. Ils sont identifiés par la notation LH.

Exigences de durabilité: dans de nombreuses applications, et notamment dans des conditions environnementales sévères, le choix du ciment a une influence sur la durabilité du béton, du mortier et des coulis, par exemple vis-à-vis de la résistance au gel, de la résistance à l'action de substances chimiques, et vis-à-vis de la protection des armatures. Les alcalins contenus dans le ciment ou dans d'autres constituants du béton peuvent provoquer des réactions chimiques avec certains granulats. Les exigences pertinentes sont données dans la norme NA16002 (équivalente à la norme EN 206-1).

Le choix du ciment à partir de la présente norme, en particulier le choix du type et de la classe de résistance, en fonction de l'utilisation et de la classe d'exposition, doit être effectué en appliquant les normes et/ou règlements relatifs au béton ou au mortier, en vigueur sur le lieu d'utilisation. Des ciments courants à faible résistance à court terme auront une résistance à court terme plus faible que celle d'un autre ciment courant appartenant à la même classe de résistance courante et pourront nécessiter des précautions supplémentaires durant leur utilisation, telles que l'extension des temps de décoffrage et la protection contre les intempéries.

1.3. Procèdes de fabrication du ciment

Le ciment est obtenu par le broyage du clinker et de sulfate de calcium. Le clinker est issu de la cuisson à haute température (environ 1450°C) d'un mélange composé de 20% d'argile et de 80% de calcaire. Au besoin, le minerai de fer, la bauxite et le sable sont ajoutés à ce mélange afin d'obtenir la composition désirée. A l'issue de cette cuisson, le clinker est rapidement refroidi puis broyé avec environ 5% de sulfate de calcium et d'éventuels minéraux complémentaires pour constituer le ciment.

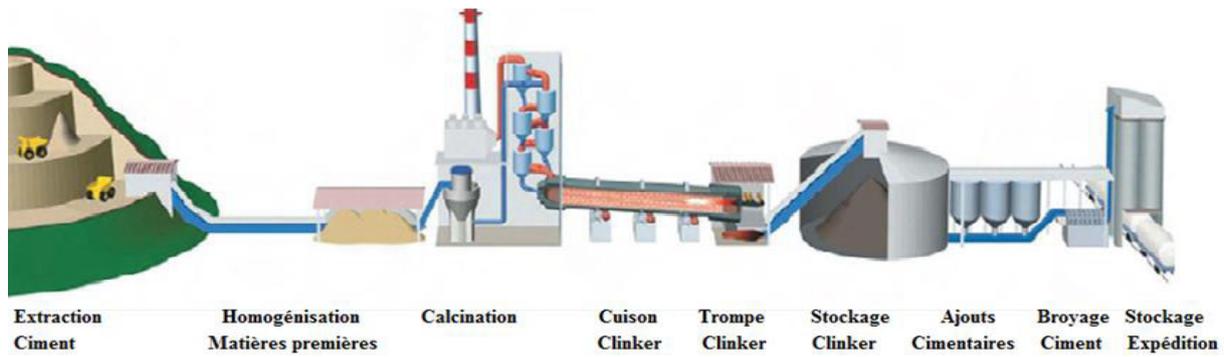


Figure 1-1: procédé de fabrication du ciment [2]

1.4. Constituants de base du ciment

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

1.4.1. Le clinker Portland

Le clinker portland se présente sous forme de nodules durs composés de chaux CaO , de silice SiO_2 , d'alumine Al_2O_3 et de ferrite Fe_2O_3 . Le clinker formulé doit répondre à certains critères de composition chimique qui sont reportés dans le tableau 1-1.

Tableau 1-1: composition en oxyde du clinker [3]

Oxydes	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O+Na ₂ O	SO ₃
Teneur limite (%)	60÷69	18÷24	4÷8	1÷8	< 5	< 2	< 3

L'association de ces oxydes par cuisson à une température de 1450°C dans le four donne la formation des quatre phases anhydres, phases présentées dans le tableau suivant:

Tableau 1-2: phases anhydres du clinker

Phases minéralogiques	Formule	Notation simplifiée	%
Silicate tricalcique	$3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	C ₃ S	50 à 75
Silicate bicalcique	$2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$	C ₂ S	10 à 30
Aluminate tricalcique	$3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$	C ₃ A	2 à 15
Alumino-ferrite tétracalciqueate	$4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$	C ₄ AF	5 à 15

Une image du clinker obtenue par microscopie optique [4] est présentée ci-après.

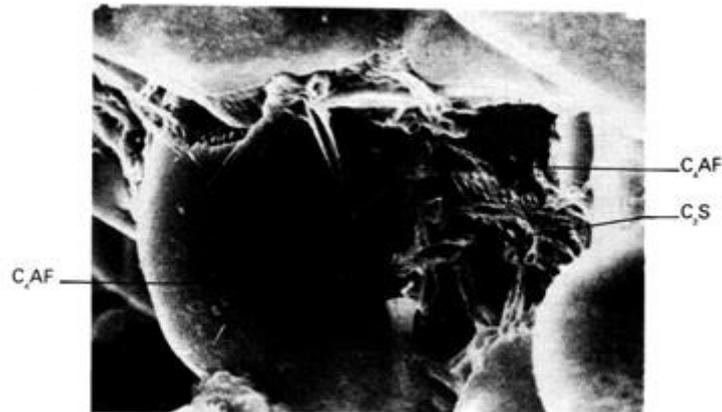


Figure 1-2: image du clinker [4]

Les silicates représentent 80% en masse de la composition du ciment tandis que les aluminates représentent 20% en masse [5].

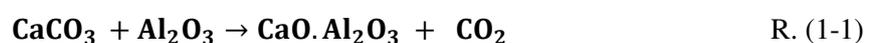
1.4.1.1 Cuisson du clinker

Du point de vue de composition phasique, un clinker de ciment portland peut être considéré comme un mélange de deux silicates de calcium bien cristallisés, le C_3S et le C_2S , que l'on retrouve au sein d'une phase interstitielle composée de C_3A et de C_4AF plus au moins bien cristallisées et de quelques impuretés telle que du périclase MgO , de la chaux vive CaO et des sulfates alcalins.

La cuisson se fait à une température voisine de $1450^{\circ}C$ dans un four rotatif tournant de 1.5 à 3 tours/min et légèrement incliné par rapport à l'horizontale (3.5%). Son mouvement rotatif assurant en permanence l'homogénéité des réactions et donc celle du produit final.

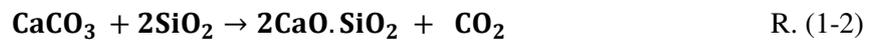
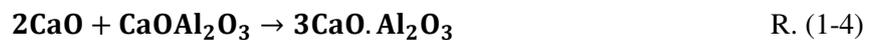
Tout au long de la cuisson, un ensemble de réactions physico-chimiques conduit à l'obtention du clinker [6]. La matière descend lentement vers la flamme grâce à la rotation du four. En amont, loin de la flamme, à une température comprise entre $600^{\circ}C$ et $1100^{\circ}C$, se produit une première réaction, en phase solide, entre l'oxyde de calcium et la silice formant selon [6]:

- L'aluminate monocalcique (CA)



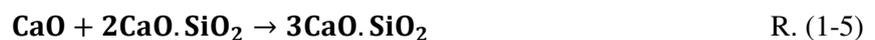
- Silicate dicalcique (C₂S)

Cette réaction est légèrement exothermique, c'est-à-dire qu'elle se produit facilement sans apport supplémentaire d'énergie suivant la réaction :

**- La chaux (CaO) selon la réaction :****- L'aluminate tricalcique (C₃A) selon la réaction :**

La température augmente en s'approchant de la flamme, vers 1200 et 1450°C, une phase liquide apparaît contenant notamment de l'alumine et de l'oxyde de fer qui servent de fondants. Ce liquide représente environ 20% de la masse totale (d'un point de vue thermodynamique, plus un clinker contient de phase liquide plus basse est sa température de cuisson. Toutefois, du point de vue fabrication, il existe une teneur optimale en phase interstitielle qui en général comprise entre 12 et 20% de la masse totale du clinker [9]).

Le silicate bicalcique C₂S se transforme alors en silicate tricalcique C₃S en réagissant avec une partie de l'oxyde de calcium, les transferts des ions se faisant par l'intermédiaire de la phase liquide (la présence de cette phase liquide permet aux ions Ca⁺² de diffuser plus rapidement et plus facilement dans le C₂S, déjà formé et de faciliter sa transformation ultérieure en C₃S [9]). Cette réaction, fortement endothermique nécessite un apport d'énergie important. Pour être complète, elle doit atteindre une température de 1450°C suivant la réaction [5].



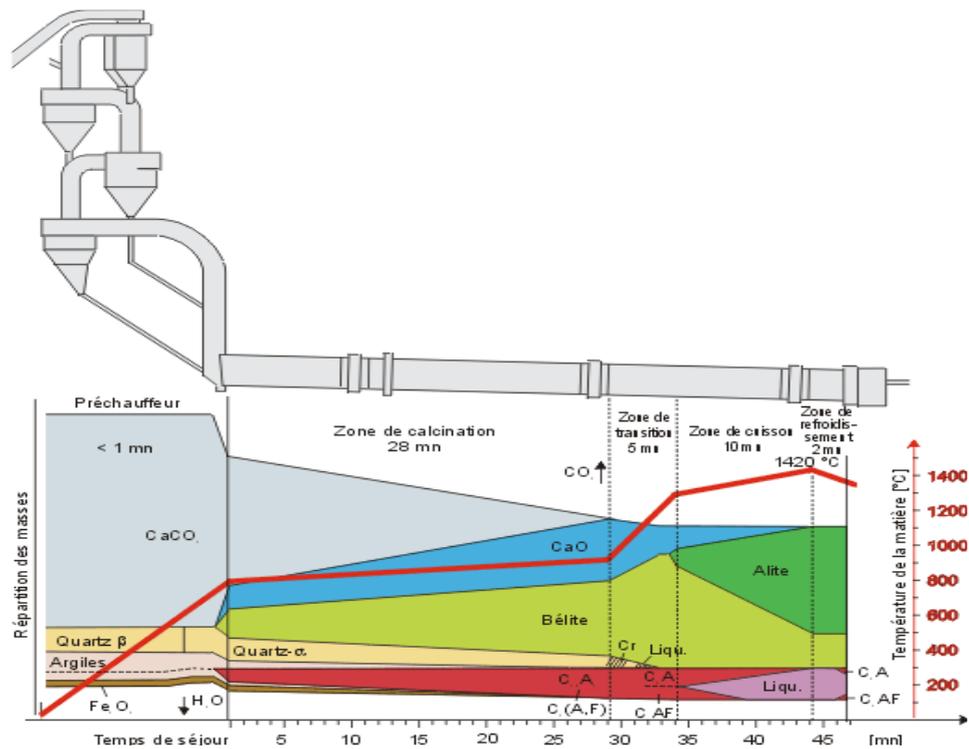


Figure 1-3: formation des quatre phases principales du clinker [6]

1.4.2. Les additions minérales

Les additions sont des matériaux minéraux finement divisés pouvant être partiellement substitués au ciment pour améliorer certaines de ses propriétés ou pour lui conférer des propriétés particulières. Les additions peuvent être réactives ou inertes.

1.4.2.1. Les additions actives

- Le laitier de haut fourneau (S)

Dans le procédé de production de fonte dans les hauts fourneaux, le laitier qui surnage au dessus de la fonte est tout de suite refroidi après la coulée et par conséquent rapidement vitrifié. La majorité des éléments tels que: Ca, Mg, Si, et Al sont sous forme de phase non cristalline. Une fois broyé à environ 400 à 500m²/kg, ce produit développe de bonnes propriétés cimentaires.

La composition minéralogique d'un laitier dépend de son mode de refroidissement. Plus le refroidissement est rapide, plus le laitier est vitreux. Le laitier se refroidi sous forme de granules ou boulettes et nécessite un broyage pour être utilisé comme ajout minéral. Les particules de laitier dont la taille est inférieure à 10µm contribuent à la résistance au jeune âge (jusqu'à 28 jours), tandis que les particules dont le diamètre est compris entre 10 et 45µm contribuent au développement des résistances ultérieures. Les particules > 45µm ont de la difficulté à s'hydrater [8].

Tableau 1-3: composition chimique d'un laitier granulé

Eléments	Pourcentage (%)
CaO	40 ÷ 50
SiO ₂	26 ÷ 32
Al ₂ O ₃	12 ÷ 20
MgO	2 ÷ 6

La composition du laitier granulé doit être constituée d'au moins deux tiers, en masse, de la somme (CaO, MgO, SiO₂). Le rapport en masse $\frac{(CaO + MgO)}{(SiO_2)}$ doit dépasser 1.

- La fumée de silice (F)

Les fumées de silice sont un sous-produit de la fabrication du silicium ou de différents alliages de ferrosilicium. Elles sont produites lors de la réduction d'un quartz très pur par du charbon dans un four à arc, à la température de 2000°C.

Les fumées de silice se présentent sous forme de fines particules sphériques d'un diamètre moyen d'environ 0,1µm. Leur surface spécifique est de l'ordre de 20 à 25m²/g. Leur teneur en silice vitreuse varie de 75 à 95%. La finesse et la forme vitreuse des fumées de silice leur donnent des propriétés pouzzolaniques [6]. Les fumées de silice utilisées dans l'industrie cimentière doivent satisfaire aux conditions suivantes:

Tableau 1-4: Perte au feu et aire massique des fumées de silices

Silice amorphe	SiO ₂ ≥ 85% en masse
Perte au feu	≤ 4% en masse
Aire massique (BET)	≥ 15m ² /g

- Les cendres volantes (C)

Lors de sa combustion dans les centrales thermiques, le charbon pulvérisé passe à travers une zone de très haute température dans le four. Les composants volatiles et le carbone sont brûlés, tandis que les impuretés minérales tel que l'argile, le quartz et les feldspaths passent en fusion.

Les produits en fusion sont rapidement entraînés vers la zone froide où ils se solidifient en de petites sphères de verre de diamètre allant de 1 à 100 μm (50% < 20 μm). La forme et la granulométrie des cendres volantes ont un effet important sur l'ouvrabilité et la demande en eau des bétons frais. La majorité de ces sphères sont emportées par le courant gazeux vers l'extérieur. Les cendres volantes peuvent avoir différentes compositions chimiques et phasiques dépendant des impuretés contenues dans le charbon utilisé [8].

Du point de vue minéralogique [6], les cendres volantes se divisent, selon la norme Américaine ASTM C-61894-a en deux classes, qui diffèrent l'une de l'autre par leur teneur en CaO.

a- Classe F: Contenant moins de 10% de CaO produit de la combustion de l'anhracite et du charbon bitumineux,

b- Classe C: Contenant entre 15 et 35% de CaO produit de la combustion du lignite.

La majorité des cendres volantes (classes F et C) contiennent approximativement 60 à 85% de verre, 10 à 30% de phases cristallines et 10% de carbone non calciné. Elles ont une grande proportion de silice et d'alumine. C'est un verre d'aluminosilicate. Sa vitrification est souvent partielle.

La présence de cristaux de mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), de quartz, d'hématite et de magnétite diminue la réactivité de cette cendre volante. Les cendres volantes de la classe "C" sont plus réactives que celles de la classe "F", car tout le Ca est sous forme de phases cristallines réactives (C_3A , CS et $\text{C}_4\text{A}_3\text{S}$). Par ailleurs, la phase amorphe principale contient suffisamment de Ca pour accélérer la réactivité de l'aluminosilicate. La figure 1-4 expose deux images au microscope électronique à balayage de la cendre volante classe "F".

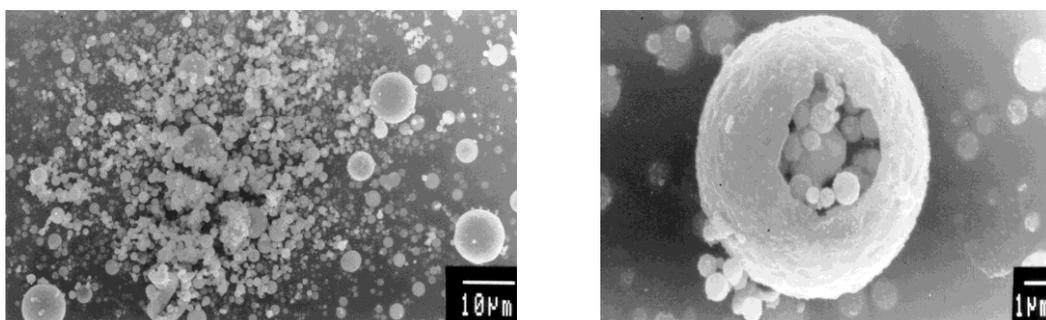


Figure 1-4: cendre volante classe F (microscope électronique à balayage) [8]

- Le sulfate de calcium

Le gypse est une roche sédimentaire dissoute à l'origine dans l'eau de mer. Le sulfate de calcium est ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication pour retarder suffisamment la prise et assurer ainsi la mise en place convenable du mortier ou du béton [6].

Le sulfate de calcium peut se présenter sous forme de [9]:

- Gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ou sulfate de calcium déshydraté.
- D'hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$).
- De l'anhydrite (CaSO_4) ou sulfate de calcium anhydre.

Ces formes de sulfate de calcium présentent toutes la même solubilité finale quand elles se trouvent dissoutes dans l'eau, mais leur vitesse de dissolution peut être différente. Il est composé de 92 à 94% de ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 2 à 3% de (CaCO_3), et 2 à 4% d'autres éléments tels que les (SiO_2 , MgO , R_2O). 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 un mélange de ceux-ci. Ces formes de sulfate de calcium présentent toutes la même solubilité finale quand elles se trouvent dissoutes dans l'eau, mais leurs vitesses de dissolution peuvent être différentes.

Le pourcentage optimal de gypse croît en fonction:

- de la teneur en alcalis, car l'addition du gypse neutralise l'action des alcalis,
- de la teneur en C_3A et de sa réactivité,
- de la finesse de mouture.

- La pouzzolane naturelle

La pouzzolane est une roche naturelle correspondante à des projections volcaniques, essentiellement basiques. Sa couleur est généralement noire ou rouge selon le degré d'oxydation du fer. Elle est composée de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde de fer (Fe_2O_3). La somme des trois oxydes ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) doit être supérieure à 70% selon la norme Américaine ASTM C-618 [10].

- La pouzzolane artificielle

Les pouzzolanes artificielles sont toute matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Elles sont des déchets des différentes industries. On distingue: soit des résidus de fabrication industrielle (tel que les mâchfers, cendre de bois ou d'houille), soit des débris de brique et de tuile fabriqués avec des argiles pures calcinés à des températures modérées. On distingue aussi le schiste cuit, et les déchets de l'industrie à base de métakaolinite.

1.4.2.2 Les additions minérales inertes

Ce sont des matériaux quasiment inertes, naturels ou synthétiques spécialement sélectionnés et qui par leur composition granulométrique, améliorent les propriétés physiques du ciment portland:

l'ouvrabilité, le pouvoir de rétention d'eau. Parmi ces additifs on distingue les fillers calcaires et les schistes calcinés.

- Les fillers (F)

Les fillers sont des matières inorganiques minérales, naturelles ou artificielles spécialement sélectionnés. Ils peuvent être inertes ou présenter des propriétés faiblement hydrauliques. Les fillers sont obtenus par broyage fin ou par pulvérisation de certaines roches (calcaire, basalte, laitier, bentonite, cendres volantes). L'introduction de ces matières dans la composition du ciment, avec une granulométrie et préparation appropriée améliorent les propriétés physiques des ciments, telles que l'ouvrabilité ou le pouvoir de rétention d'eau [6].

- Les schistes calcinés (T)

Sont des schistes produits dans un four à 800°C, ils contiennent des phases de clinker, des petites quantités de chaux libre CaO, de sulfates de calcium, ainsi que des oxydes en quantités plus importantes. Finement broyés, ils présentent de fortes propriétés hydrauliques et aussi pouzzolaniques [6].

- Les calcaires (L)

Lorsqu'ils sont utilisés dans une proportion excèdent 5% en masse (constituant principal), le calcaire doit satisfaire aux exigences suivantes [6]:

- teneur en calcaire: $\text{CaCO}_3 \geq 75\%$ en masse.
- teneur en argile: Adsorption de bleu de méthylène ≤ 1.20 g/100g.
- teneur en matières organiques: (TOC) $\leq 0.50\%$ en masse.

- Les constituants mineurs du ciment

Les oxydes mineurs les plus importants dans le ciment sont: MgO, Na₂O, K₂O et SO₃. L'oxyde de magnésium (MgO) provient de la dolomite, souvent présente avec le calcaire. Les oxydes alcalins K₂O et Na₂O proviennent en général, de l'argile et des feldspaths. L'anhydride sulfurique (SO₃) dans le clinker provient de la pyrite (FeS₂), du calcaire ou de l'argile et surtout des combustibles utilisés tels que le charbon, le fuel ou de gaz naturel [6].

1.4.2.3 Indice d'hydraulicité

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

$$I = \left\{ \frac{\text{fraction acide}}{\text{fraction basique}} \right\} = \left\{ \frac{\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{CaO} - \text{MgO}} \right\} \quad \text{Eq. (1-1)}$$

La connaissance de la valeur de l'indice d'hydraulicité permet de classer les ciments selon leur résistance chimique. Ainsi on distingue ainsi:

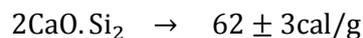
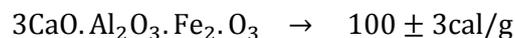
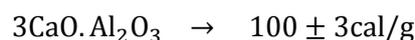
- les ciments basiques (Portland) pour lesquels $I \leq 0.5$,
- les ciments neutres (riches en laitier) pour lesquels $I > 0.5$;
- les ciments acides pour lesquels $I = 1$.

Actuellement, on préconise les limites suivantes :

$$0.45 < \left\{ \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{SiO}_2} \right\} < 0.50 \quad \text{Eq. (1-2)}$$

1.4.2.4 Dégagement de chaleur pendant la prise

Les réactions d'hydratation du ciment sont exothermiques, c'est-à-dire qu'elles s'accompagnent d'une élévation de la température. Lerch et Bogue ont mesurés ces dégagements de chaleur. Leurs travaux laissent apparaître les résultats suivants:



Cela explique le classement par ordre des dégagements calorifiques croissants :

Ciments laitiers < Ciments Portlands < Ciments alumineux

Ces travaux donnent également l'évolution de la chaleur dégagée dans le temps et qui se répartit comme suit:

- 50% de la chaleur totale est libérée entre 1 à 3 jours ;
- 75% en 7 jours ;
- 83 à 91% en 6 mois.

1.4.2.5 Couleur des ciments

Le ciment Portland artificiel a une coloration grise plus ou moins accentuée suivant les quantités d'oxydes et d'impuretés qu'il contient. Ce ciment et en particulier le ciment blanc peut être, pour des raisons d'esthétiques, coloré par addition de teintes spéciales tels que le chromate de baryum (couleur jaune), l'oxyde brun de fer (couleur rouge), l'oxyde de chrome (couleur verte), et l'oxyde noir de fer (couleur noir). D'autres ciments sont naturellement d'un gris clair comme les ciments sulfatés.

1.5. Classification des ciments

1.5.1. Classification en fonction de leur composition

Les ciments sont classés, en fonction de leur composition, en cinq types principaux selon la norme Algérienne NA442. Ils sont notés CEM et numérotés de 1 à 5 en chiffres romains. Ils sont regroupés dans le tableau 1-5.

Tableau 1-5: types de ciment et composition [11]

Ciment % en masse	Notation	K	S	D	Z	Cendres volantes		T	L	C.S
						V	W			
Portland	CPA-CEM I	95-100	-	-	-	-	-	-	-	0 - 5
Portland compose	CPJ-CEM II/A	80 - 94	6 - 20							
	CPJ-CEM II/B	65-79	21 - 35							
De haut fourneau	CHF-CEM III/A	35-64	36-65	-	-	-	-	-	-	0 - 5
	CHF-CEM III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	-	0 - 5
	CLK-CEM III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	-	0 - 5
Pouzolanique	CPZ-CEM IV/A	65-90	-	10 - 35		-	-	-	-	0 - 5
	CPZ-CEM IVI/B	45-64	-	36-55		-	-	-	-	0 - 5
Au laitier et aux cendres	CLC-CEM V/A	40-64	18-30	-	18-30		-	-	-	0 - 5
	CLC-CEM V/B	20-39	31-50	-	31-50		-	-	-	0 - 5

1.5.2. Classification en fonction de leur résistance normale

Trois classes sont définies en fonction de la résistance normale à 28 jours ; des sous-classes «R» sont associées à ces 3 classes principales pour désigner des ciments dont les résistances au jeune âge sont élevées. Ces classes sont notées classe 32,5, classe 42,5 et classe 52,5. Elles doivent respecter les spécifications et valeurs garanties du tableau 1-6.

Tableau 1-6: spécification mécaniques et physiques [11]

Classe	Résistance à la compression (MPa)				Retrait à 28 jours ($\mu\text{m}/\text{m}$)	Début de prise (min)	Stabilité (mm)
	Au jeune âge		à 28 jours				
	2 Jours	7 Jours	Min	Max			
32,5	-	-	≥ 32.5	≤ 52.5	≤ 800	≥ 90	≤ 10
32,5R	$\geq 13,5$	-					
42,5	≥ 12.5	-	≥ 42.5	≤ 62.5	≤ 1000	≥ 60	
42,5R	≥ 20	-					
52,5	≥ 20	-	≥ 52.5	-	-		
52,5R	≥ 30	-					

1.6. Hydratation du ciment portland

En présence d'eau, les silicates et les aluminates de chaux forment des produits d'hydratations qui donnent avec le temps une masse ferme et dure. Un rôle important est joué par les phénomènes physiques et physico-chimiques accompagnant les réactions chimiques et qui, dans leur ensemble, aboutissent après le gâchage de ciment à la formation d'abord d'une pâte plastique et, ensuite, d'une pierre dure et résistante.

Durant la période de malaxage, les différents ions libérés par les différentes phases passent en solution. La dissolution est plutôt rapide et exothermique et les deux hydrates qui réagissent rapidement germinent. La surface des particules de ciment se couvre d'une couche d'hydrates peu perméables formée de silicate de chaux hydraté (C-S-H), formé à partir des ions ($\text{Ca}^{+2}, \text{SO}_4^{-2}, \text{OH}^-$) qui proviennent de la phase silicaté du clinker, et d'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté), formé par une combinaison des ions ($\text{Ca}^{+2}, \text{AlO}_2^-, \text{SO}_4^{-2}, \text{OH}^-$), qui proviennent de la phase interstitielle et des différents formes de sulfates de calcium que l'on retrouve dans les ciments.

L'accroissement rapide du PH et de la teneur élevée en ions (Ca^{+2}) dans l'eau de gâchage et la formation de la couche protectrice autour des grains anhydres ralentissent le processus de dissolution du clinker et le flux thermique diminue considérablement, mais ne s'arrête jamais. C'est pourquoi il apparaît une nouvelle période appelée période d'induction ou période dormante dont la quelle une plus faible quantité de (C - S - H) et d'étringite sont formés, mais il n'ya pas de portlandite [5]. Dans la période de prise initiale, la réaction d'hydratation est soudain activée quand la portlandite commence à précipiter.

Le flux thermique augmente lentement au début parce que la précipitation de CH est endothermique et consomme une certaine quantité de chaleur, mais devient plus rapide ultérieurement. La phase silicates et les aluminates commencent à développer certaines liaisons inter particulières qui conduisent à un vieillissement de la pâte [7].

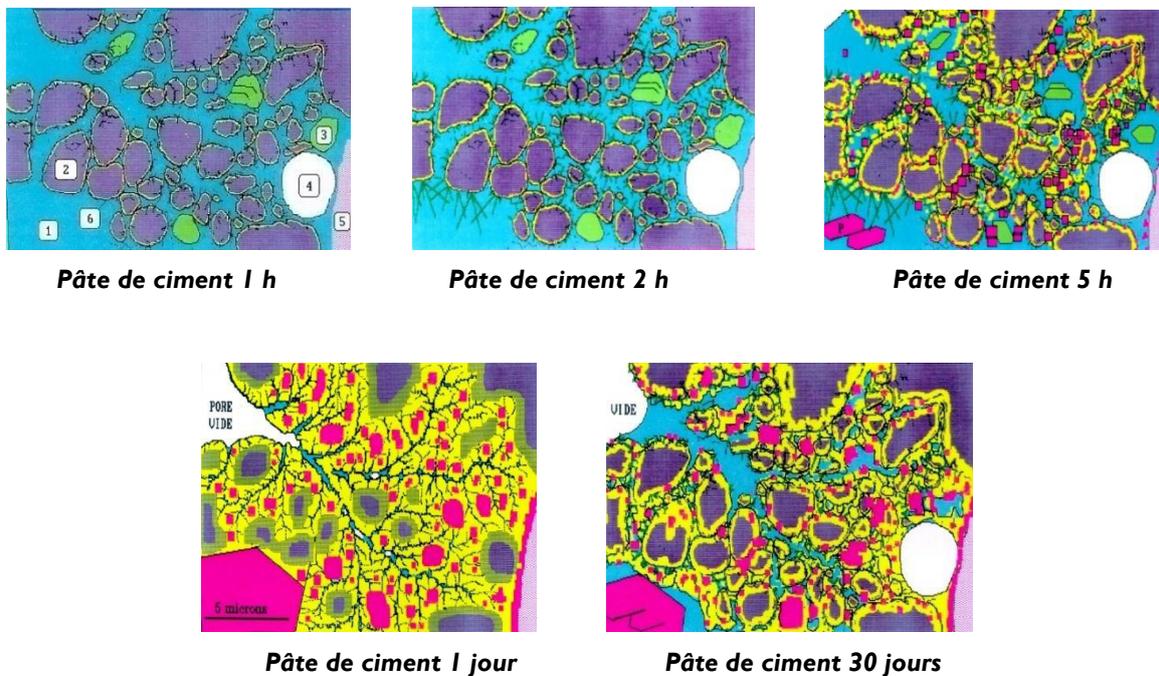


Figure 1-5: développement et hydratation d'une pâte de ciment [12]

1.6.1. Réactions d'hydratation et propriétés des hydrates

Les quatre phases du ciment peuvent être divisées en deux familles: les aluminates (C_3A et C_4AF) et les silicates (C_3S et C_2S). Dans une même famille, l'hydratation des constituants conduit à des produits identiques. Seules les cinétiques des réactions diffèrent. Ce sont ces différentes cinétiques qui sont à

l'origine de l'évolution des propriétés mécaniques d'une pâte de ciment à l'échelle macroscopique. Elles permettent le maintien de la maniabilité, la prise puis le durcissement de cette pâte.

1.6.1.1 Hydratation des silicates C_3S et C_2S

Les silicates C_3S et C_2S sont les phases majoritaires du ciment. L'alite est formée lorsque la bélite réagit avec la chaux à une température variant entre 1400 et 1500°C.

Lors de l'hydratation du ciment, la réaction chimique des deux silicates avec l'eau produit un gel de silice hydraté : l'hydroxyde de calcium C-S-H (Tobermorite) et portlandite $Ca(OH)_2$ notée (CH) selon les réactions suivantes [6].

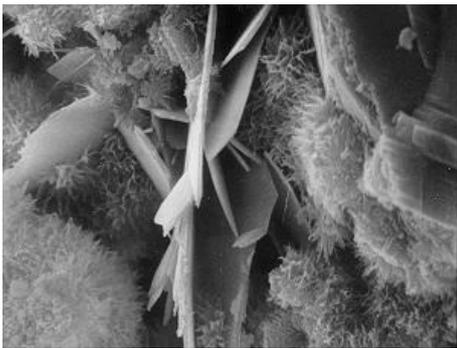
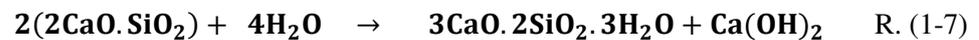


Figure 1-6: C-S-H en fibre [12]

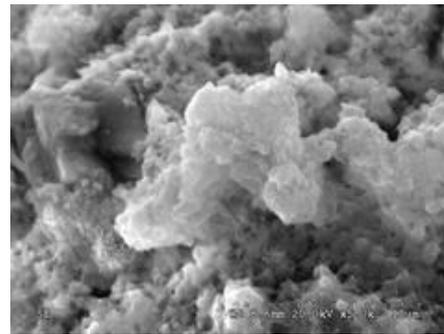


Figure 1-7: gel de C-S-H [5]

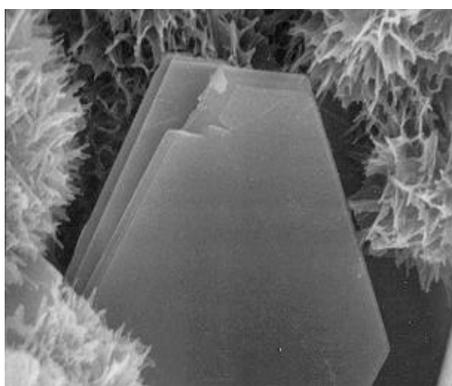


Figure 1-8: $Ca(OH)_2$ et CSH [12]

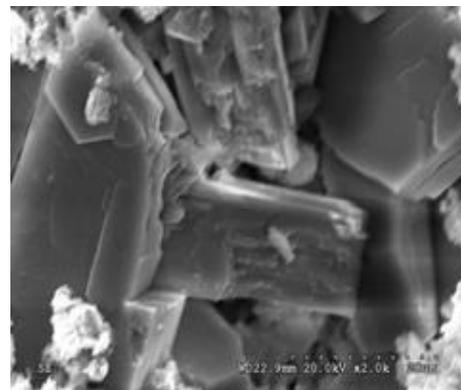


Figure 1-9: cristaux de portlandite [5]

La majeure partie de l'hydratation du C_3S se passe dans les vingt-huit premiers jours suivant le contact avec l'eau. Elle participe à la prise initiale et contribue aux résistances initiale et finale de la pâte. La réaction complète peut prendre jusqu'à une année voir plus [5].

L'hydratation du C_2S est beaucoup plus lente que celle du C_3S . Il participe aux résistances au-delà d'une semaine après le contact avec l'eau. La quantité de portlandite produite est plus faible d'un tiers que dans le cas du C_3S .

La portlandite est un composé défini et cristallisé (figure 1-8). Elle cristallise sous la forme de plaquettes hexagonales constituées d'un motif hexagonal en couche. Elle est précipitée à partir de la solution et représente 5 à 15% du ciment hydraté [5].

D'après Wild et al 1996 [13], le pourcentage de la portlandite est de 28% du poids du ciment complètement hydraté, et comme les réactions ne sont jamais achevées, les mêmes auteurs estiment que la quantité de la portlandite est entre 16 et 20% de la masse du ciment. Au cours de l'hydratation, elle est enrobée par les autres hydrates, c'est pourquoi sa croissance développe des contraintes internes qui pénalisent la résistance mécanique du matériau.

Le (C - S - H) est le composé majoritaire du ciment hydraté, il représente 50 à 70% de sa masse [5]. Il est non stoechiométrique, mal cristallisé et de structure intermédiaire entre les cristaux et les gels (figures 1-6 et 1-7). Plus de trente phases cristallines de cet hydrate sont connues. Elles sont toutes nommées sous le terme générique de (C - S - H). Les tirets dans l'appellation traduisent un caractère non défini. Les (C -S - H) sont des composés non cristallins. Ils ont les caractéristiques d'un gel et possèdent une composition variable, leur formule générale est la suivante :

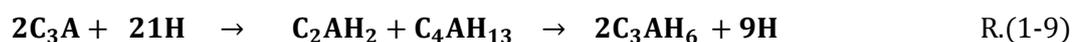
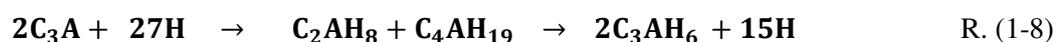


avec: $0.6 < x/y < 2$ et $1 < z < 4$.

Leur composition moyenne est proche de $(CaO)1.7(SiO_4)(H_2O)_4$.

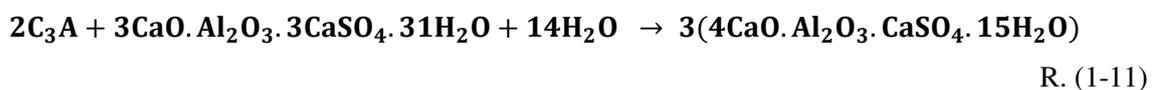
1.6.1.2 Hydratation de la phase aluminates

La phase aluminates composée de C_3A et C_4AF forme également des hydrates, mais elle ne contribue que peu à la résistance de la pâte du ciment, elle est le responsable du phénomène dit de «prise éclair». L'hydratation du C_3A ; qui conduit à la formation d'hydroaluminates métastables qui disparaissent au profit de l'hydrogrenat C_3AH_6 . Elle peut être représentée par les équations suivantes:



Pour éviter ce phénomène (dite prise éclair), la réaction d'hydratation de C_3A et C_4AF doit être contrôlée avec du gypse. Le C_3A et le gypse se dissolvent les premiers lors de l'hydratation du ciment. L'hydratation de C_3A conduit à la formation de trisulfoaluminate de calcium hydraté ou Ettringite ($3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 31H_2O$) (figure 1-10). Le C_3A s'enrobe ensuite d'une couche protectrice d'Ettringite très finement cristallisée. Cette couche se dissout ensuite pour recristalliser sous la forme d'aiguilles prismatiques [5]. L'ettringite n'est un produit hydraté stable que lorsque le gypse est en quantité suffisante. Or, dans la majorité des cas, le C_3A est en excès par rapport au gypse. C'est pourquoi, quand le gypse est consommé et que le C_3A n'est pas complètement hydraté, l'ettringite se transforme en Monosulfoaluminate tétracalcique hydraté (figure 1-11).

Le Monosulfoaluminate cristallise sous la forme de plaquettes hexagonales. Sa structure est constituée d'une double couche d'hydroxyde avec une couche d'hydroxyde de calcium dans laquelle le tiers des ions calcium est remplacé par des ions Al^{+3} ou Fe^{+3} et des contre-ions sulfates entourés de molécules d'eau dans l'espace interfeuillet. L'ettringite et les Monosulfates représentent 20 à 30% du ciment hydraté. La vitesse de recristallisation de l'ettringite est très faible. Cette particularité joue un rôle très important dans l'hydratation du ciment puisqu'elle permet de garder la maniabilité de la pâte dans les premières heures [5]. Les réactions d'hydratation sont comme suit:



De plus, si après la formation du Monosulfoaluminate tétracalcique il reste du C_3A , il se forme des composés de moins en moins riches en sulfate.

La phase ferrique C_4AF adopte le même mécanisme d'hydratation que la phase C_3A , les réactions sont cependant plus lentes, en présence d'eau et du gypse. L'hydratation de C_4AF est plus efficacement retardée que celle du C_3A .

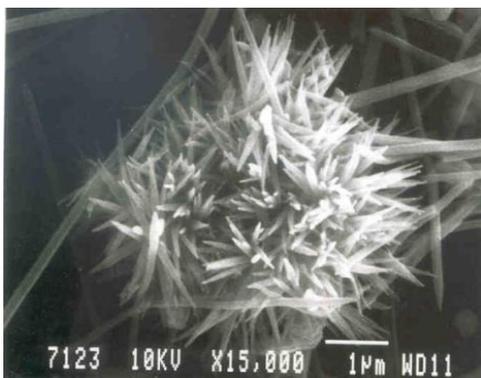


Figure 1-10: aiguilles d'ettringite [12]

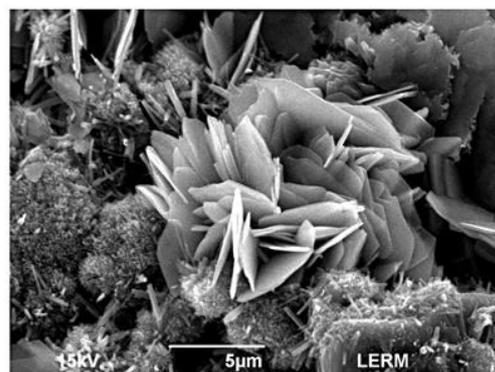


Figure 1-11: monosulfoaluminate hydraté [13]

1.6.2. Evolution des propriétés du ciment Portland

L'évolution des propriétés des liants hydrauliques résultent de la superposition de trois types de phénomènes; un phénomène chimique (l'hydratation), un phénomène physique (la précipitation des solides) et un phénomène mécanique (la prise et le durcissement).

1.7. Bref aperçu sur l'industrie cimentaire Algérienne

La consommation du ciment est fortement liée au développement local. En Algérie le besoin en ciment a fortement augmenté au cours de ces dernières années conséquence du programme de relance économique et des grands travaux initiés (autoroute est-ouest, des millions de logements avec les structures d'accompagnement, etc.).

La production du ciment en Algérie est actuellement assurée par deux groupes.

1.7.1. Secteur public (Groupe Industriel Des Ciments D'Algérie (GICA))

A l'aube de l'indépendance, le secteur du ciment en Algérie comprenait trois (03) cimenteries, totalisant une capacité productive de l'ordre de 1,5 millions de tonnes. Depuis les années soixante-dix, la filière ciment, stratégique et indispensable au développement économique et social du pays, a bénéficié d'un grand investissement de la part des pouvoirs publics. Actuellement cette industrie totalise 12 cimenteries publics, constituées en groupe industriel (GICA), réalisant pour l'année 2016, une production de plus de 12 millions de tonnes par an [14]. Pour combler un déficit constant en matière de ciment, le Groupe industriel des ciments d'Algérie (GICA) projette de produire 20 Mt d'ici 2019 [14], contre 12 Mt actuellement. Aussi, à l'instar des groupes cimentiers internationaux, le groupe GICA a diversifié ses produits en se lançant dans la production des granulats et du béton prêt à l'emploi (BPE).

1.7.2. Secteur Privée (Groupe LafargeHolcim-Algérie)

Le groupe Lafarge-Holcim, leader mondial des matériaux de construction est présent en Algérie depuis 2002. Il compte quatre cimenteries actives. La cimenterie de M'sila (5,5miT/an), la cimenterie de Mascara (3miT/an), la cimenterie de Meftah (1,5miT/an) et la cimenterie de Biskra (2,7miT/an). Il totalise un volume de production de 11,5 millions de tonnes de ciment par an.

Le tableau suivant expose les capacités de production ainsi que les ajouts utilisés des cimenteries nationales.

Tableau 1-7: cimenteries Algériennes et l'utilisation des ajouts [15, 16]

	Entreprise	Wilaya	Commune	Capacité de production (tonnes)	Ajout utilisé	% d'ajout
Groupe industriel Des Ciments D'Algérie (GICA)	ERCE	Sétif	Ain Elkebira	1.000.000	Pouzzolane	10 à 20
		Batna	Ain touta	1.000.000	Pouzzolane	10 à 20
		Constantine	Hamma Bouziane	1.000.000	Pouzzolane	10 à 15
		Skikda	Hadjar Soud	950.000	Laitier	10 à 20
		Tebessa	Elmaa Labiadh	500.000	----	-----
	ERCC	Alger	Rais Hamidou	450.000	Poussière	5 à 10
		Blida	Meftah	1.000.000	Tuf	10 à 15
		Bouira	Sour Elghouzlane	1.000.000	Tuf-Calcaire	10
	ERCO	Ain Temouchent	Beni Saf	1.200.000	Pouzzolane	10 à 20
		Mascara	Zahana	1.200.000	Pouzzolane	10 à 20
		Saida	Hassasna	500.000	Pouzzolane	10 à 20
	ECDE	Chlef	Oued Sly	2.000.000	Calcaire	10 à 15
		Oum El Bouaghi	Sigus	2.000.000	-	-
Lafarge Algérie	ACC	M'sila	Hammam Edhlaa	4.000.000	Calcaire	10
		Mascara	Oggaz	2.000.000	Pouzzolane	15
		Biskra			-	-

La production actuelle du ciment en Algérie est d'environ de 18,9 millions de tonnes, Cette quantité est insuffisante pour répondre à la demande du marché Algérien, les besoins sont estimés a plus de 24 millions de tonnes. Cependant la modernisation de certaines usines et la mise en route de la nouvelle cimenterie de Biskra devraient permettre l'auto suffisance à partir de 2019.

1.8. Bilan

Historiquement, le ciment a été inventé par les Romains en mélangeant chaux et pouzzolanes. Au XVIII^e siècle, les savants ont réussi à fabriquer un produit hydraulique par mélange de calcaire et d'argile chauffé dans un four. Le ciment Portland est ainsi un mélange de silicates et d'aluminates de chaux. La fabrication comporte plusieurs étapes: exploitation de carrières d'argiles et de calcaire, mélange intime et broyage, cuisson dans un four à une température de 1450°C. On obtient ainsi un clinker qui, broyé finement, donne le ciment. Pour que celui-ci ait de bonnes performances, il convient de doser, avec une grande précision, la silice, l'alumine, le fer et la chaux qui se combinent en donnant des silicates et des aluminates de chaux dont le plus important est le silicate tricalcique. On obtient des ciments de résistance d'autant plus élevée que la finesse de broyage est grande. La tendance à l'heure actuelle est, pour des raisons d'économie d'énergie, d'ajouter des matières plus ou moins hydrauliques au ciment, telles les laitiers de haut fourneau, les pouzzolanes et les cendres volantes. Dans certains cas, les ajouts entraînent d'ailleurs une augmentation de la durabilité par amélioration de la résistance chimique.

La production mondiale actuelle approche les 4000 millions de tonnes, assurée principalement par la Chine (2410 millions de tonnes), l'Inde (290 miT/an), les USA (86 miT/an), la Turquie (77miT/an) et le Brésil (60miT/an). Cette croissance est liée, d'une manière générale, l'augmentation de la population. L'Algérie quant à elle, produit actuellement environ 20 millions de tonnes de ciment par an, et ce pour une demande estimée à 24 millions de tonnes. Cependant la modernisation des cimenteries existantes et la mise en route de nouvelles usines, dont notamment celle de Biskra, devrait permettre l'auto suffisance, voir l'exportation d'ici 2019/2020.

Références bibliographiques du premier chapitre

- [1] Daoudi A., La certification des produits GICA, un avantage concurrentiel. Bulletin d'information trimestriel du Centre d'études et de Services technologiques des Matériaux de construction, N°21, Juin 2017.
- [2] Fiche technique. Association Canadienne de ciment –ciment et béton. Mai 2010.
- [3] Delair S., Etude de l'atténuation des efflorescences sur les matériaux cimentaires au moyen des produits pouzzolaniques .Thèse de doctorat, Ecole supérieure de Saint-Étienne. France. (2008).
- [4] Baron J., Sauterey R., Le béton hydraulique, connaissance et pratique, Presses de l'école nationale des ponts et chaussées. 1982.
- [5] Goto T., Influence des paramètres moléculaires du latex sur l'hydratation, la rhéologie et les propriétés mécaniques des composites ciment/latex. Thèse de doctorat, L'université paris vi - pierre et marie curie, Paris vi, France. (2006).
- [6] Nigri G., Etude de l'influence des ajouts minéraux sur la qualité et les propriétés du ciment. Mémoire de Magister, Université 08 Mai 45, Guelma, Algérie. (2005).
- [7] Pierre Claude A., Bétons Haute Performance. Édition Eyrolles. (2001).
- [8] Tagnit A., <http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci712/chap7-modifi.ppt> (2006).
- [9] Morsy M.S., Alsayed S.H., Salloum Y.A., Development of eco-friendly binder using metakaolin-fly ash–lime-anhydrous gypsum. *Construction and Building Materials*. 35 (2012), 772–777. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.142
- [10] American Society for Testing and Materials, ASTM C-618 Specification for Fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use as mineral admixture in Portland cement concrete. American Society for Testing and Materials (1998).
- [11] Norme Algérienne NA442. Liants hydrauliques- ciments courants : Composition, spécifications et critères de conformité. 2^{ème} Edition. Edition Ianor. Algérie. 2000.
- [12] Defosse C., Chimie du ciment (Valorisation des déchets en cimenterie, Université libre de Bruxelles. (2004). site "CHIM 315 Partie 32004.
- [13] Wild S., Khatib JM., Portlandite consumption in metakaolin cement pastes and mortars. *Cement and concrete research* 27(1)(1996), 137-146.
- [14] Belalahmed M., La Nouvelle norme du ciment NA 442/2013 et la durabilité. Bulletin d'information trimestriel du Centre d'études et de Services technologiques des Matériaux de construction, N°21, Juin 2017.
- [15] Mansour M.S., Influence du Métakaolin sur le comportement rhéologique et mécanique des bétons à haute performance. Thèse de doctorat, Université de Blida, Algérie, (2010).
- [16] www.schs.dz, consulté le 23 Novembre 2017.

CHAPITRE 2. LES PRODUITS ROUGES ET LA REACTION POUZZOLANIQUE

Depuis l'antiquité, la terre cuite a été un élément essentiel de la construction. Les Assyriens utilisent la brique crue ou cuite à la fois comme murs, revêtements de sols, couvertures.

Aujourd'hui c'est une industrie moderne divers permettant de réaliser toutes les parties de la construction (murs en fondations en briques pleines, planchers, cloisons, couvertures, murs en élévation, etc. Cependant cette industrie des matériaux de construction, et particulièrement celle des produits rouges, est toujours accompagnée par des produits secondaires ou des déchets qui ont une incidence sur l'environnement. La gestion de ces déchets solides est une des principales préoccupations le environnementales dans le monde. Avec la rareté de l'espace de décharge, la valorisation des déchets est devenue une alternative intéressante à l'élimination de ces produits.

Les déchets de briques, qui représentent entre 10 à 15% de la production nationale, offrent plusieurs avantages: disponibilité, faible coût et actions pouzzolaniques avérées, ce qui leur permet d'être utilisées comme ajouts dans la fabrication des ciments composés.

CHAPITRE 2. LES PRODUITS ROUGES ET LA REACTION POUZZOLANIQUE

2.1. Introduction

Dans ce deuxième chapitre, on exposera quelques généralités sur l'industrie de la brique, l'état de cette industrie au niveau national ainsi qu'une synthèse des travaux menés sur l'utilisation des déchets des produits rouges dans l'élaboration des bétons. Les résultats qui traitent les propriétés à l'état frais et durci ainsi que la durabilité seront rapportés.

2.2. La brique

2.2.1. Définition

Les briques sont l'un des plus anciens matériaux de construction, ils sont des produits céramiques dont les argiles sont la matière première et parfois des additifs. Les briques ont généralement une forme parallélépipède rectangle. Il existe deux types de briques: briques en terre crue et briques en terre cuite.

2.2.2. Types de briques

2.2.2.1 Brique en terre crue

Les briques en terre crue (figure 2-1) constituent un matériau de base pour la construction de murs et de voûtes. En principe, les briques sont, fabriquées à base de terre (environ 75%), de paille (environ 20%) et d'eau (environ 5%). Le mélange est coulé dans des moules en bois, pour obtenir des briques de 40x20x10cm³. Les briques sont séchées à l'air pendant plusieurs jours, avant d'être utilisées.



Figure 2-1: briques en terre crue [1]

2.2.2.2 Brique en terre cuite

Les briques en terre cuite (figure 2-2) se composent d'argile, d'adjuvants naturels (sable, sciure de bois) et de d'eau. Les composants sont broyés jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. L'argile est façonnée puis séchée et cuite à une température d'environ 1000°C, pour devenir ce que l'on appelle des briques en terre cuite.

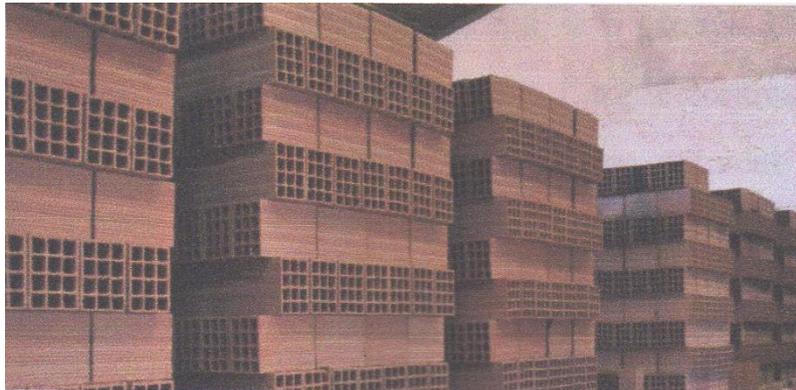


Figure 2-2: briques en terre cuite [1]

2.2.3. Procédés de fabrication de la brique

La production de la brique fonctionne généralement en flux continu et chaque phase génère un stock intermédiaire. Son procédé est représenté comme suit:

2.2.3.1. Extraction

La matière première naturelle de la brique de terre cuite est l'argile. Elle est extraite dans des argilières situées en zone, d'extraction (figure 2-3). L'argile est omniprésente dans le sous-sol Algérien et ses propriétés diffèrent en fonction de l'origine géologique. Une briqueterie jouxte généralement une argilière. Certaines briqueteries ajoutent des argiles en provenance d'autres argilières afin d'étoffer la gamme de produits. Le transport reste toutefois limité.



Figure 2-3: extraction et stockage de l'argile [2]

2.2.3.2. Préparation de l'argile

Les argiles utilisées dans la fabrication des produits rouges doivent avoir des composants variant entre les limites admissibles suivantes:

Tableau 2-1: compositions chimiques des argiles [3]

Composant	Intitulé	%
SiO ₂	silice	35 à 85
Al ₂ O ₃	alumine	9 à 25
CaO	chaux	0 à 25
MgO	magnésie	0 à 5
K ₂ O+Na ₂ O	oxydes alcalins	1 à 5
Fe ₂ O ₃	sesquioxyde de fer	3 à 9
TiO ₂	oxyde de titane	0,3 à 2
SO ₃	anhydride sulfurique	0 à 3
CO ₃	carbonate	0 à 13
H ₂ O	eau de combustion	5 à 11

La préparation comprend deux opérations principales: le broyage et le malaxage d'une part, le dosage et le mélange des matières premières d'autre part. Le but est d'obtenir une masse argileuse bien homogène et plastique qui sera facilement transformée en produit fini.

2.2.3.3 Broyage et malaxage

Ces opérations ont pour but de rendre la masse d'argile homogène et de lui conférer la plasticité nécessaire au moulage des briques. Cette opération a également pour but de réduire les inclusions solides éventuellement présentes dans l'argile pouvant influencer négativement la structure du produit en terre cuite. Cette étape très importante s'effectue dans des broyeurs mécaniques à meules verticales ou à cylindres horizontaux. Enfin, l'argile contient également des débris organiques nuisibles à la qualité du produit fini, et qui ne peuvent être éliminés que par l'action bactériologique. A cette fin, l'argile est stockée quelque temps dans un lieu humide et sombre propice au développement de ces bactéries.

2.2.3.4 Dosage et mélange

Aujourd'hui, on ne fabrique plus les briques uniquement à partir des argiles locales, comme c'était le cas auparavant. Pour obtenir une qualité optimale de la matière première, divers types d'argile sont mélangés, toujours sous un contrôle permanent. On peut ainsi garantir la qualité constante des produits en terre cuite. Les adjuvants peuvent influencer les propriétés des produits finis. Ainsi, l'ajout de pigments peut en modifier la couleur; l'ajout de sciure de bois a une influence sur la porosité. La préparation de la matière première s'accompagne également d'ajout d'eau ou de vapeur. L'ajout d'eau

permet de garantir une mise en forme facile de l'argile, tandis que la vapeur augmente la plasticité de l'argile.

2.2.3.5 Façonnage

On distingue divers types de briques, en fonction de la manière dont elles sont mises en forme:

► Briques moulées main

La méthode de moulage la plus ancienne est le façonnage à la main des briques. Le mouleur prend une certaine quantité d'argile, la jette dans un moule en bois préalablement sablé pour éviter que la pâte n'adhère aux parois, presse convenablement la terre pour remplir le moule, arase l'excédent et retourne l'appareil pour démouler la brique crue. Pour faciliter cette opération, l'argile doit être relativement ductile, évitant ainsi au mouleur de devoir exercer un effort trop important. Ceci a pour conséquence que la brique «moulée main» présente une surface irrégulière, caractérisée par des plissures.

► Briques pressées

Les briques moulées à la presse forment une catégorie à part. On introduit dans les moules de l'argile relativement sèche que l'on comprime vigoureusement pour lui donner la cohésion voulue. Ces produits présentent une surface grenue et une forme géométrique bien marquée.

► Briques étirées

Enfin, les briques pour maçonnerie ordinaire sont presque exclusivement fabriquées par extrusion. Dans cette machine, la masse d'argile est extrudée sous forme d'une carotte continue à section rectangulaire. Ce «boudin» d'argile est alors coupé à intervalles réguliers. Chaque élément forme une brique qui présente quatre faces assez lisses suite au coulissement dans la filière, et deux faces de sectionnement plus grossières. L'étireuse permet une production beaucoup plus rapide que n'importe quel autre procédé, et de plus, elle est parfaitement adaptée au façonnage de briques perforées. Ce mode de fabrication est également utilisé pour produire des briques de parement.



Figure 2-4: Façonnage de la brique [2]

2.2.3.6 Séchage

Avant d'être cuites, les briques crues doivent encore perdre une grande partie de leur teneur en eau - du moins en est-il ainsi pour la plupart des argiles. Le séchage se poursuit jusqu'à ce que les briques ne contiennent plus qu'environ 2% d'eau. Le risque serait en effet de les voir se fendre ou éclater sous la dilatation de la vapeur dans la masse. D'autre part, la stabilité dimensionnelle du produit n'est obtenue qu'au terme du retrait consécutif à la dessiccation.

Le séchage s'opère dans des chambres ou des tunnels où il se poursuit de manière régulière et rapide (généralement de 2 à 4 jours). On utilise l'air chaud de la zone de refroidissement du four pour le séchage des briques. La température et le taux d'humidité sont contrôlés tout au long du processus de séchage, au moyen d'un système informatique réglé de façon très précise.



Figure 2-5: séchage de briques [2]

2.2.3.7 Cuisson

C'est la dernière étape que doit subir la brique d'argile façonnée et séchée, avant de pouvoir devenir une brique de terre cuite à proprement parler. C'est là une phase d'une grande importance qui doit se dérouler très progressivement. On augmente graduellement la température jusqu'à l'obtention de la température de cuisson (comprise entre 850 et 1200°C, en fonction du type d'argile); on diminue ensuite progressivement la température jusqu'au refroidissement complet. Chaque mélange d'argile se caractérise par sa propre «courbe de cuisson». On peut modifier l'atmosphère du four. La cuisson en oxydation (= avec apport d'oxygène) est la plus fréquente et produit la teinte «normale». Dans une atmosphère réductrice (= sans apport d'oxygène), on obtient des couleurs plus foncées. Une réduction partielle produit, quant à elle, des teintes fortement nuancées. Dans le passé, on utilisait différents types de fours.

On peut facilement classer ces différents fours en deux catégories: les fours continus et les fours discontinus. Pour les fours à fonctionnement discontinu le mode opératoire comprend le chargement du four, sa mise à feu, son extinction et refroidissement lorsque la cuisson est terminée. Dans un four de type continu, le feu ne s'éteint jamais, et c'est le chargement qui est introduit et extrait du four suivant un cycle régulier et ininterrompu.

Aujourd'hui, on utilise un four continu de type four tunnel. Dans celui-ci, le chargement de briques parcourt un tunnel rectiligne sur des wagonnets et passe successivement par les zones de «préchauffage», de «cuisson» et de «refroidissement». Dans la zone de préchauffage, les briques sont portées progressivement à température. Cet échauffement se fait grâce aux fumées émanant de la zone de cuisson du four. L'humidité résiduelle des briques est ainsi éliminée. A partir d'une température comprise entre 450°C et 600°C, on ralentit la montée en température des produit le «point de quartz»: il s'agit de la température à laquelle la structure cristalline du quartz est modifiée. A cette étape de la cuisson, les briques sont très sensibles à la formation de fissures. La cuisson des briques à proprement parler se fait environ à mi-parcours du four, à une température allant de 1000°C à 1200°C. Le frittage de l'argile se fait à cette température et se forme alors la structure définitive de la brique. Enfin, une troisième et dernière phase consiste à refroidir les briques. Cette opération doit s'effectue de façon très contrôlée pour éviter tout risque de fissuration.

2.2.3.8 Emballage

Après la cuisson, les briques sont prêtes à être transportées et livrées sur chantier. Pour des raisons de facilité et de sécurité, elles sont préalablement empilées sur des palettes et emballées de façon à minimiser la quantité d'emballage utilisé.



Figure 2-6: Emballage de briques

En conclusion, le procédé général de fabrication des briques est illustré à travers l'organigramme suivant:

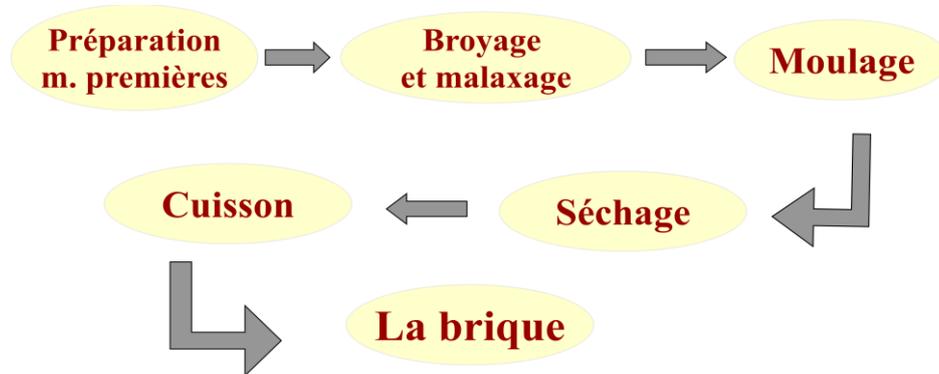


Figure 2-7: procédé général de fabrication de la brique

2.2.4. Bref aperçu sur l'état de l'industrie des produits rouges en Algérie

La production Algérienne des produits rouges qui font partie du secteur des matériaux de construction concerne essentiellement la fabrication de briques à 98% et en quantité plus faible, les tuiles et produits divers. La brique rouge est le matériau de construction le plus utilisé dans la construction des murs en raison de leur facilité d'utilisation; ces bonnes caractéristiques techniques et de leur adaptabilité au climat.

La brique à longtermes été fabriqués selon des méthodes artisanales, l'introduction de fours modernes utilisant l'énergie fossiles (chaleur, fuel, et gaz) et /ou énergie électrique rend leur fabrication facile. La technologie a progressé vers l'automatisation entière du procédé.

Tableau 2-2: état de la production des briqueteries en Algérie 2007 [5]

Région	Nombre	En activité	En projet
Centre	57	35	12
Est	51	34	9
Ouest	41	31	4
Sud	20	16	3
Totaux	169	121	28

2.3. Chimie d'hydratation du ciment avec ajout pouzzolanique

Les pouzzolanes sont des matériaux siliceux ou silico-alumineux, qui ne possèdent pas eux-mêmes pas de propriétés liantes mais qui, sous forme finement divisée et en présence d'humidité, réagissent chimiquement avec l'hydroxyde de calcium à température ordinaire pour former des composés possédant des propriétés liantes. Un matériau est donc dit pouzzolanique si, en présence d'eau, il présente la propriété de se combiner avec la chaux pour former un liant.

2.3.1. La réaction pouzzolanique

En général, les ajouts cimentaire avec une teneur élevée en alumine, tendent à avoir des capacités pouzzolaniques plus élevés parce que la formation de (C-A-H) a une demande élevée en CH [6]. La présence de la portlandite (CH) est critique, car le CH n'apporte pas une contribution significative à la résistance du béton et peut être nuisible à sa durabilité. Son élimination par la réaction secondaire avec une pouzzolane peut considérablement augmenter les performances du béton (formation des hydrates analogue a ceux du ciment).

Au cours de l'hydratation du ciment portland il se forme sur chacun des grains une couche de produits d'hydratation qui devient de plus en plus épaisse (d'abord principalement du (C - S - H)), alors que l'hydroxyde de calcium également formé se sépare partiellement de la solution interstitielle, sous forme de cristaux hexagonaux en paillettes. La situation est différente en présence de pouzzolanes, le point de départ des réactions est aussi l'hydratation du clinker de ciment portland, avec la formation de silicate de calcium hydraté (C - S - H) et d'aluminate de calcium hydraté(C - A - H).

Les constituants peuvent se combiner avec la chaux en présence de l'eau pour donner des produits insolubles possédant des propriétés liantes. Garcia. Diaz [7], décrit la réaction pouzzolanique en quatre étapes:

- 1) dissolution par réaction hydroxylique de la pouzzolane en milieu basique. Cette dissolution est assurée par les ions hydroxydes provenant de la dissolution des phases anhydres du ciment ou d'une solution d'hydroxyde de calcium. Elle conduit à la formation d'anions, $Al(OH)_4^-$ et $H_2SiO_4^{-2}$, en solution,
- 2) sursaturation de la solution en ions aluminates, silicates et calcium,
- 3) germination et précipitation d'hydrates tels que (C - S - H), (C_2ASH_8) .
- 4) croissance des hydrates.

2.3.2. Les produits de la réaction pouzzolanique

Les produits de la réaction d'hydratation du ciment contenant la pouzzolane sont [8]:

- ✓ Le silicate de calcium hydraté (C – S – H),
- ✓ L'aluminate tétracalcique hydraté (C₄AH₁₃).

Et, sous certaines conditions :

- ✓ Gehlenite hydratée (C₂ASH₈),
- ✓ Ettringite (3CaO.Al₂O₃.3CaSO₄.32H₂O).
- ✓ Monosulfo-aluminate (3CaO.Al₂O₃. CaSO₄.12H₂O)

2.3.3. Degré de la réaction pouzzolanique

Compte tenu du fait que la réaction pouzzolanique consomme de l'hydroxyde de calcium, les méthodes chimiques généralement utilisées pour évaluer l'activité pouzzolanique d'un matériau consistent à déterminer la quantité de chaux fixée par ce matériau après un certain temps, ou à déterminer le taux de silice ou d'alumine (actives) solubilisées par un traitement approprié.

Ochawa et al 1985 [9] ont développé un procédé pour déterminer le degré de la réaction pouzzolanique. Ce procédé est basé sur l'hypothèse que dans une pâte de ciment hydratée avec ajout pouzzolanique, la pouzzolane réagit avec la portlandite pour former des produits hydratés solubles, les autres produits hydratés du ciment sont aussi solubles, le ciment non réagi est soluble, tandis que la majorité de la pouzzolane non réagi est insoluble en acide. Le degré de réaction pouzzolanique accomplie est défini comme étant le pourcentage de la pouzzolane restante non réagi (résidu insoluble) par rapport à la quantité initiale de pouzzolane présente dans la pâte de ciment.

Sanchez de rojas et al. 2008 [10] ont comparé la fumée de silice, la cendre volante et la tuile fabriquée à base de l'argile cuite en termes de l'activité pouzzolanique. Cette méthode est basée sur l'émersion de l'échantillon dans une solution saturée en chaux (CaO). La chaux fixée (mol %) est la différence de la concentration initiale de la solution saturée en chaux et la chaux présente dans la solution en contact avec l'échantillon à différents temps de réactions. Ils ont trouvé que la fumée de silice a fixé 80% de chaux après 24 heures, la tuile a fixé 68% de chaux après 7 jours. Ils ont conclu que la tuile présente une pouzzolanité supérieure à celle de la cendre volante à court terme, mais elle reste inférieure à celle de la fumée de silice. Cependant, à long terme l'activité pouzzolanique de la tuile devient comparable à celle de la fumée de silice, comme l'illustre les résultats de la figure 2-8.

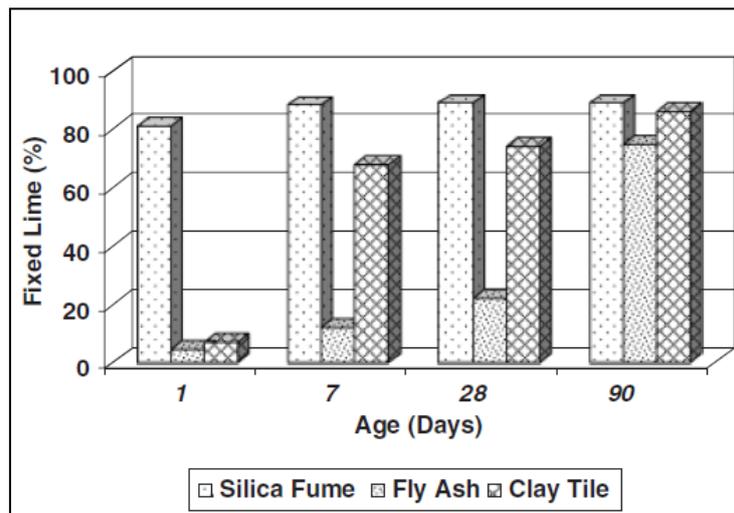


Figure 2-8: activité pouzzolanique (fixation de chaux) [10]

2.3.4. Paramètres influençant la réaction pouzzolanique

D'une manière générale, les paramètres influençant les réactions pouzzolaniques sont:

- la nature des phases actives et leurs proportions,
- la teneur en SiO_2 ,
- le rapport chaux/pouzzolane dans le mélange,
- la durée de cure,
- la finesse de la pouzzolane,
- le rapport (E/C) du mélange,
- la température.

2.3.5. Caractéristiques de la réaction pouzzolanique

- La réaction est lente, le dégagement de chaleur et le développement des résistances seront également lents,
- Au lieu de fournir de la chaux, comme dans le cas du ciment portland, la réaction pouzzolanique en consomme et améliore la résistance du béton en milieu acide [11],
- Les produits d'hydratation remplissent les pores capillaires et augmentent la résistance et l'imperméabilité des bétons par affinage de ces pores capillaires et par transformation des gros cristaux de CH en un produit d'hydratation faiblement cristallisé [12, 13].

2.3.6. Méthodes d'activation de la réaction pouzzolanique

Le ciment avec ajout minéral présente un temps de prise un peu plus long que le ciment ordinaire (CPA-CEM I), surtout dans le cas de bétonnage par temps froid. Cette propriété latente du ciment avec ajout minéral, nécessite l'emploi d'un bon activant.

2.3.6.1 Activation thermique

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

2.3.6.2 Activation mécanique

L'activation mécanique consiste à augmenter la finesse du ciment par broyage poussée. Le broyage a pour but de réduire les éléments en une poudre suffisamment fine afin de rendre la matière plus réactive (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante). Le broyage est plus facile quand le clinker possède plus de C_3S , moins de C_3A , le plus possible de petits cristaux.

2.3.6.3 Activation chimique

Généralement le ciment portland composé est activé par différentes solutions alcalines, en faisant varier la molarité de la solution basique. Les activateurs chimiques accélérateurs de prise (soude NaOH, potasse KOH) et de durcissement (chlorures de calcium $CaCl_2$) utilisés sont des produits solubles dans l'eau. Ils agissent chimiquement en modifiant les vitesses de dissolution des constituants anhydres et en accélérant l'hydratation des grains de ciment. La prise est alors plus rapide et s'accompagne d'un dégagement de chaleur plus important.

Les accélérateurs sont employés pour les bétonnages par temps froid ou lorsqu'un durcissement rapide est souhaité. Shi et al. 2000 [14], ont publié une série de recherches sur l'activation des pouzzolanes naturelles et de cendres volantes. Ils ont constaté que Na_2SO_4 et $CaCl_2$ sont les activateurs les plus efficaces des matériaux pouzzolaniques. L'addition de ces deux activateurs est beaucoup plus efficace que le prolongement du broyage des pouzzolanes naturelles ou l'augmentation de la température de calcination.

2.4. Effets de la pouzzolane sur les propriétés du béton

Sanchez de rojas et al. 2008 [10] ont étudié la résistance à la compression des mortiers normalisés préparés avec 15% de tuile < 0,45mm. Les résultats de cette étude sont représentés dans la figure 2-9. Ils ont trouvé qu'il n'y a pas de différence significative de la résistance à la compression à l'âge d'un jour mais après 28 jours de cure, l'échantillon préparé à base de la tuile a donné une résistance inférieure mais proche de celle du mortier de référence, ce qui indique que la tuile présente un matériau pouzzolanique et contribue à l'augmentation de la résistance à la compression.

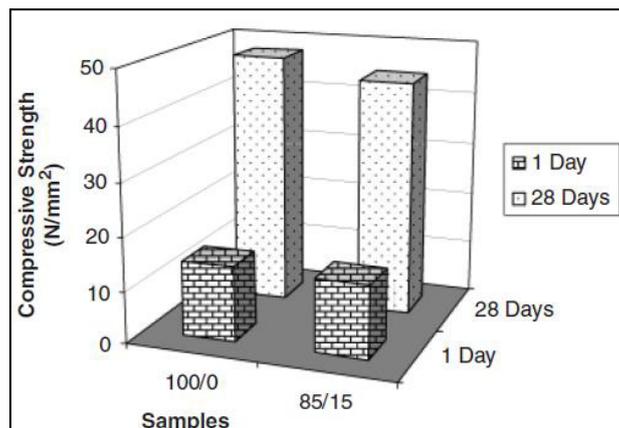


Figure 2-9: résistance à la compression des mortiers de ciment 0 et 15% de substitution par la tuile [10]

2.4.1. Pouzzolanité des déchets de briques déterminée par DRX

Le développement de la réaction pouzzolanique du 7ème au 28ème jour entre la portlandite et la silice ou l'alumine amorphes contenues dans le déchet de brique a été étudié par [15]. Les auteurs ont utilisé la diffraction des rayons X. Les résultats de cette analyse sont donnés dans la figure 2-10.

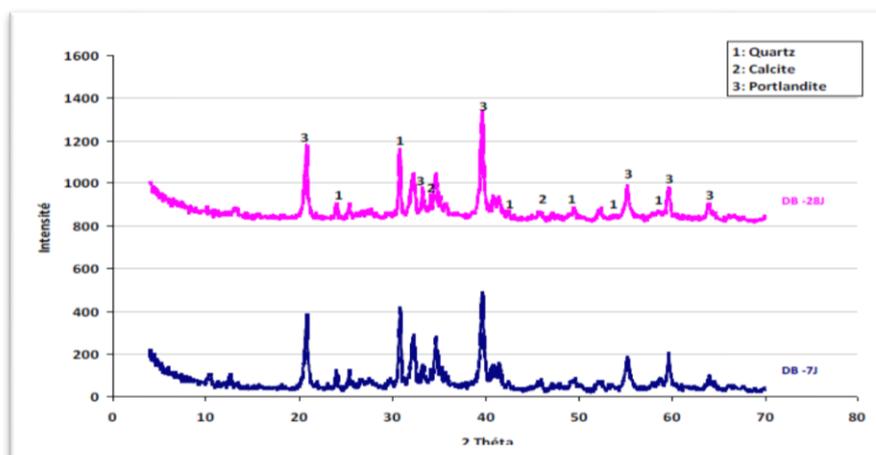


Figure 2-10: diffractogrammes RX des pâtes «chaux-déchet de brique» après 7 et 28 jours de durcissement [15]

Selon les résultats de DRX (figure 2-10), les auteurs ont constaté après 7 jours d'hydratation, la formation de C-S-H ($2\theta/30-40^\circ$) et de la portlandite. La formation de ces minéraux, qui sont les principaux produits de l'hydratation, en plus de la faible intensité des pics de quartz, montrent que la réaction pouzzolanique entre la portlandite et la silice est initialement rapide, ce qui peut développer selon les mêmes hauteurs une résistance mécanique convenable à court terme. En revanche, après 28 jours de durcissement les pics de quartz sont moins intenses par rapport à 7 jours, ce qui montre que la réaction pouzzolanique est bien effective. Les auteurs ont conclu de cette analyse que le déchet de brique broyé à $80\mu\text{m}$ présente une activité pouzzolanique.

2.4.2. Etudes antérieures sur le recyclage des déchets de briques

Dans la littérature, plusieurs études des propriétés du ciment, du mortier et même du béton contenant la brique sont développées, soit la brique est utilisée comme substituant du ciment, du clinker, ou des granulats.

2.4.2.1 Effet de la brique sur la réduction de l'émission de CO₂

Selon une récente étude coordonnée par Corinne Le Quéré de l'université East Anglia, à Norwich (Grande Bretagne) [16], l'émission mondiale, en 2016, en CO₂ à effet de serre est de 37 milliards de tonnes, après une légère hausse de 0,2% par rapport à 2015. Cette quantité est due essentiellement aux combustibles fossiles et des processus industriels. L'industrie cimentaire est responsable à elle seule de près de 5% de l'émission totale de CO₂ à effet de serre. [17] estime que Le dégagement de CO₂ est de 850 kg par tonne de clinker Portland produite. Comme on peut le constater, à titre les chiffres cités précédemment, l'industrie cimentaire était réputée pour être très l'une des plus polluantes, ce qui a nécessité de revoir ce constat.

La démarche adoptée par les professionnelles est de développer des solutions basées sur la préservation de l'environnement (développement des matériaux de substitution). Plusieurs travaux de recherche montrent que l'utilisation des déchets de brique comme substituant de ciment et du clinker à un effet positive sur l'environnement. Tolido Filho et al. 2007 [18] ont rapporté que la substitution du clinker jusqu'à 20% par des ajouts dans le ciment réduit l'émission de CO₂ de près de 10%.

2.4.2.2 Effet de la brique sur les résistances mécaniques et le module d'élasticité

Resistance mécanique à court terme

Tolido et al. 2007 [18] ont étudié la substitution de ciment par les déchets de brique pour 28 jours de cure. Les résultats obtenus montrent que l'addition de déchets de brique n'a pas d'influence sur la résistance à la compression et le module d'élasticité jusqu'à un pourcentage de 20% de substitution. Pour les échantillons formulés avec un pourcentage élevé de brique (30 et 40%) les résistances et les modules d'élasticité sont inférieurs à celles de ciment de référence, cette diminution est bien remarquée dans le mortier avec un rapport eau/ ciment ($E/C = 0.5$).

Resistance mécanique à long terme

Nacéri et al. 2009 [19] ont examiné l'effet de l'incorporation de la brique sur la résistance à la compression et à la flexion des mortiers normalisés confectionnés avec des ciments composés contenant de 0 à 20% de déchet de brique. Ils ont trouvé que la résistance mécanique diminue avec l'augmentation du pourcentage de brique à court terme (2, 7, 28 jours) cependant à long terme (à 90 jours) les résistances des mortiers contenant les déchets de brique jusqu'à 10% donnent des résistances comparables aux résistances du mortier de référence (0%) (figure 2-11).

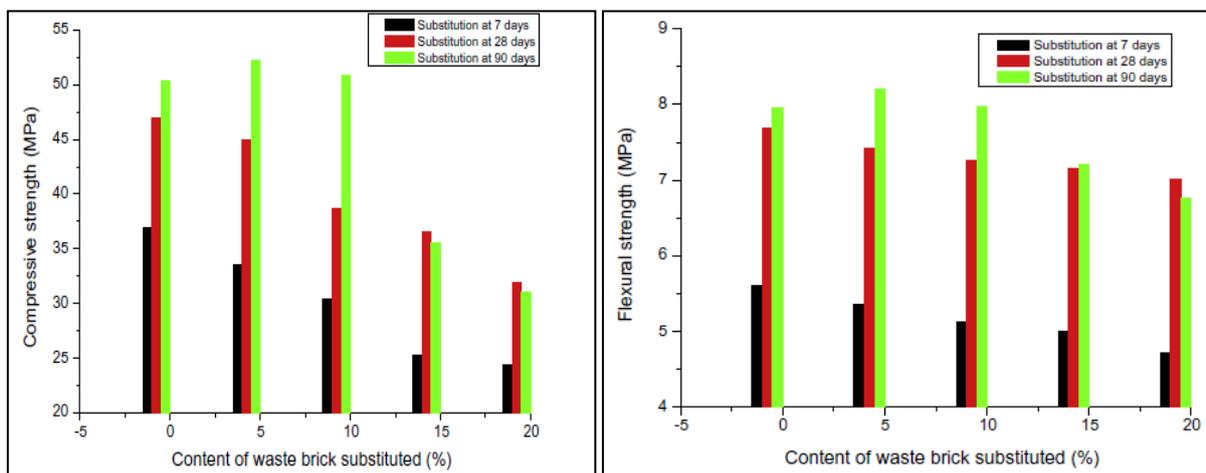


Figure 2-11: résistances mécaniques en fonction du pourcentage de brique [19]

Debieb et al. 2008 [20] ont étudié l'utilisation des déchets de brique comme substituant des gros et fins agrégats dans la formulation des bétons. Ils ont formulés des bétons en substituant, 25, 50, 75 et 100% de granulats gros et des bétons formulés avec 25, 50, 75 et 100% de granulats fins et d'autres bétons avec des substitutions variantes des gros et fin granulats 100/100%, 50/50%, 75/25%, 25/75%. La

comparaison des résultats des différents types de bétons avec le béton de référence formulé avec des granulats naturel 0/0% a aboutie aux résultats suivants:

- 1) la résistance à la compression à l'âge de 28 jours diminue de 35, 30 et 40% lorsque les gros, les fins et les deux granulats respectivement sont substitués par les déchets de brique.
- 2) la résistance à la flexion diminue de 15 à 40%.
- 3) le rapport résistance à la compression /résistance à la flexion varie de 8.1 à 11.8.
- 4) le module d'élasticité diminue de 30, 40 et 50% lorsque les gros, les fins et les deux granulats respectivement sont substitués par les déchets de brique.

Due aux performances dégradées des bétons avec granulats recyclés de brique, les auteurs ont recommandé de limiter le pourcentage des agrégats recyclés à 25% et 50% des agrégats gros et fin respectivement et d'utiliser la formulation de Dreux pour avoir le maximum de performances.

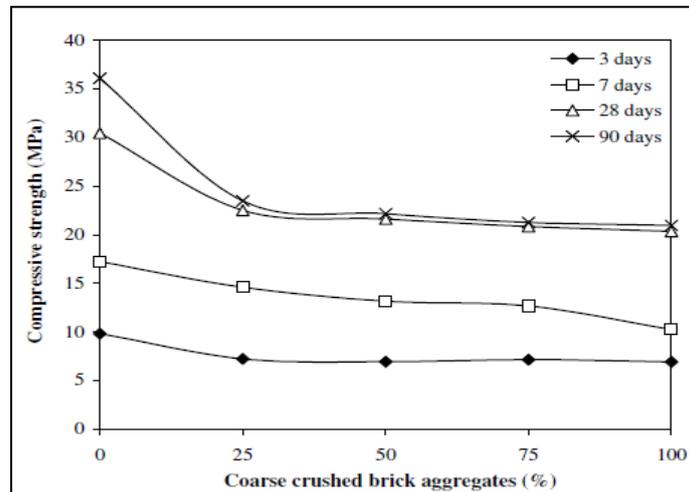


Figure 2-12: résistance à la compression du béton avec gros granulats de brique [20]

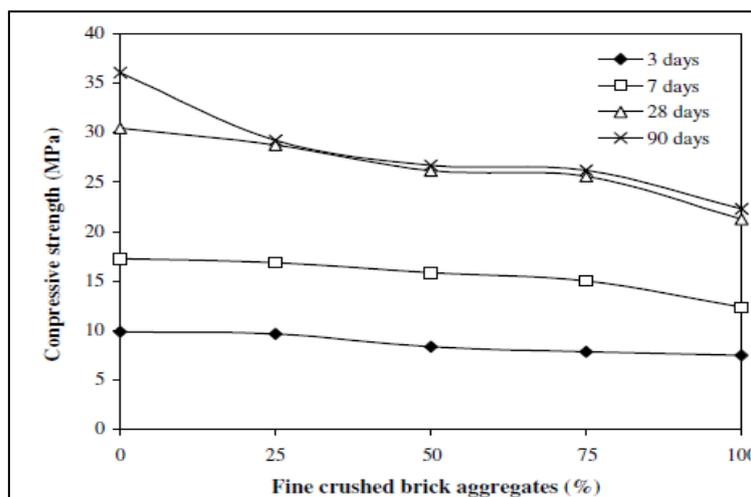


Figure 2-13: résistance à la compression du béton avec granulats fins de brique [20]

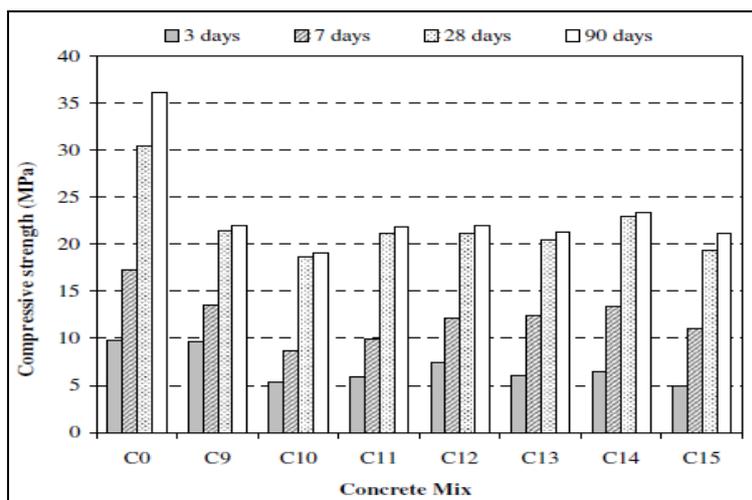


Figure 2-14: résistance à la compression du béton avec gros et fin granulats de brique [20]

Une autre recherche a été faite par Hyung et al. 2002 [21] qui ont étudié la valorisation des déchets de brique comme granulats fins (substitution du sable de rivière de 0, 50 et 100%) et comme gros granulats (substitution du gravier de 0, 50 et 100%) dans le béton. Les auteurs ont conclu que:

- 1) la résistance à la compression est inférieure à celle du béton de référence (100% de gravier) pour les bétons formulés à base de gros granulats de déchets de brique.
- 2) la résistance à la compression des bétons à base de granulats de déchets de brique fins est similaire à celle du béton de référence (100% de sable de rivière) à l'âge de 7 jours mais la résistance augmente pour dépasser celle du béton de référence à l'âge de 28 et 91 jours. Cette augmentation selon les auteurs est due aux caractéristiques chimiques et physiques des fines de brique (propriété pouzzolanique).
- 3) la résistance à la flexion des bétons confectionnés avec des granulats de déchets de brique est supérieure à celle des bétons de référence pour les deux types de granulats.

Zhi Ge et al. 2012 [22] ont étudié: l'influence des facteurs suivants : rapport E/C, pourcentage du sable, la finesse des particules de la poudre de brique (CBP) et le pourcentage de substitution de ciment par la poudre de brique sur les propriétés mécaniques (la résistance à la compression, la résistance à la flexion et le module d'élasticité). Ils ont formulé 17 échantillons de béton, y compris un échantillon de référence formulé avec un ciment portland de classe 42,5. Les briques recyclées ont été concassées et broyées jusqu'à quatre différentes granulométries (0.3, 0.1, 0.06 et 0.04mm). Les auteurs ont fait varier le pourcentage de remplacement du ciment de 10, 20, 25 et 30%. Le tableau 2-3 résume les mélanges et les paramètres utilisés.

Tableau 2-3: les variables expérimentales

les variables expérimentales				
Séries	Variable			
	W/C (A)	% du sable (B) (%)	Diamètre moyen des particules (mm) (C)	Rapport de remplacement (%) (D)
1	0.26	31	0.04	10
2	0.28	33	0.06	20
3	0.30	35	0.1	25
4	0.32	37	0.3	30

Tableau 2-4: propriétés mécaniques des bétons formulés avec des ciments contenant la brique [22]

Propriétés mécaniques du béton				
N° du mélange	Résistance à la Compression à 7 jours (MPa)	Résistance à la Compression à 28 jours (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la flexion (MPa)
1	42.2	53.5	21.5	12.2
2	47.1	57.9	25.3	10.8
3	43.3	54.4	24.9	10.3
4	39.5	52.3	25.2	9.8
5	33.4	50.2	20.7	10.2
6	45.0	56.2	20.9	11.1
7	36.6	50.1	21.0	9.1
8	40.5	49.2	21.7	8.5
9	29.5	41.9	16.5	10.4
10	31.7	39.9	15.2	9.9
11	33.9	44.7	15.9	9.7
12	32.3	43.9	17.6	10.3
13	28.0	39.1	16.9	8.4
14	32.1	43.2	18.2	9.4
15	26.9	34.3	17.1	8.8
16	28.7	36.1	16.4	11.1
17	41.6	55.1	32.4	12.2

Les résultats expérimentaux représentés dans le tableau 2-4 montrent clairement que:

- 1) le rapport E/C est le facteur le plus significatif sur les propriétés mécaniques des bétons à base de (CBP) et que les autres paramètres ont une influence moindre.
- 2) les résistances à la compression sont supérieures à 50MPa (formulation optimale de la résistance à la compression: E/C = 0.26, teneur en sable de 33%, finesse (CBP) de 0.06mm et 25% de poudre de brique soit l'échantillon (A1B2C2D3)).
- 3) la résistance à la flexion entre 10 à 12 (la composition optimale est A1B2C3D1 soit E/C=0,26, 33% de sable, finesse (CBP) de 0,1mm et 10% de (CBP))

- 4) les modules d'élasticité des bétons contenant la poudre de brique sont supérieurs à 20GPa à 28 jours (la composition optimale est (A1B4C2D3) soit $E/C = 0,26$, 33% de sable, finesse (CBP) de 0,06 et 25% de substitution de ciment).
- 5) le béton préparé à base de ciment ordinaire a un module d'élasticité plus grand (32,4GPa) que celui des bétons préparés avec ajout de brique. Cette diminution du module d'élasticité est due selon les auteurs au faible module d'élasticité de l'argile (la matière première de fabrication de la brique).

2.4.2.3. Le retrait libre

Le retrait correspond à une diminution des dimensions des éléments en ciment ou en béton, et ce en l'absence de tout chargement extérieur. Nacéri et al.2009 [19] ont étudié l'effet de la substitution du clinker par les déchets de brique jusqu'à 20% dans le ciment. Ils ont observé que le retrait des mortiers normalisés préparés à base de ciments contenant la brique augmente presque d'une façon linéaire avec l'augmentant du pourcentage de l'ajout à l'âge de 3, 7 et 28 jours. Cette augmentation selon les auteurs est due à l'évaporation significative de l'eau de gâchage des mortiers préparés.

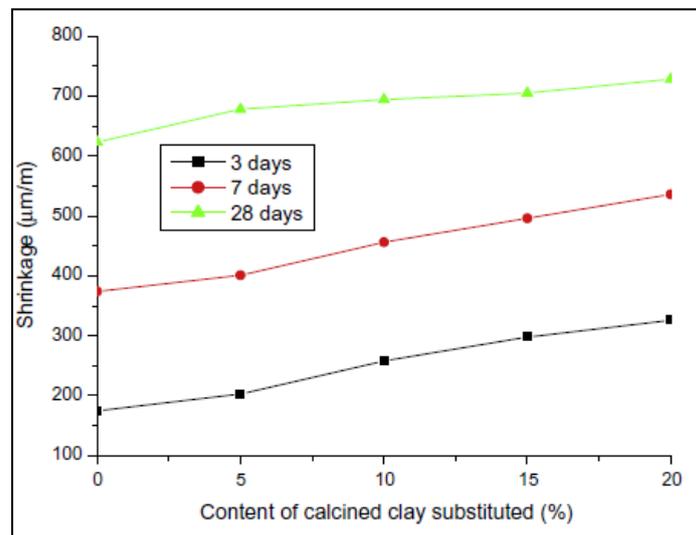


Figure 2-15: variation du retrait en fonction du pourcentage du déchet de brique [19]

Debieb et al 2008 [20], ont étudié le retrait des échantillons de béton formulés avec substitution des granulats naturels par des granulats recyclés de brique. Les résultats de cette recherche montre que:

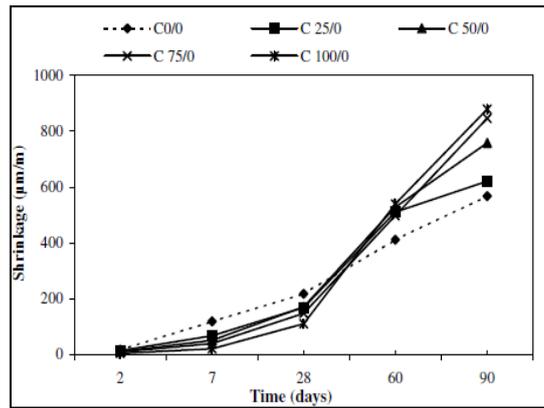


Figure 2-16: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions des gros granulats par la brique [20]

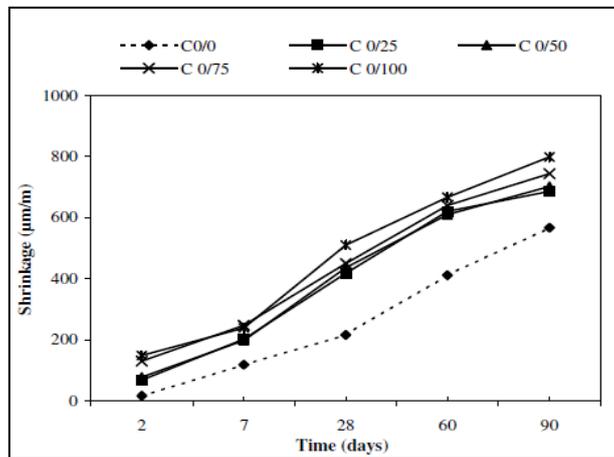


Figure 2-17: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions du gros granulat par la brique [20]

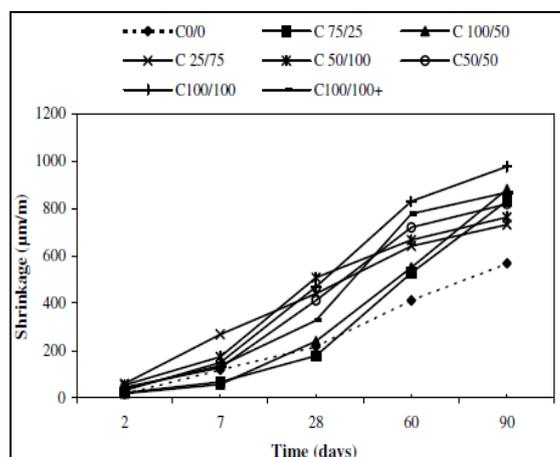


Figure 2-18: retrait des bétons formulés avec différents pourcentages de substitutions des gros et fins granulats par la brique [20]

À l'âge de 28 jours, le béton avec (100%) de gros granulats de brique présente un retrait inférieur à celui du béton à base de granulat naturel, après 28 jours le retrait augmente rapidement et dépasse celui de béton avec granulats naturel à 90 jours. Cette augmentation a été estimée à 80%.

Pour les bétons formulés de granulats fin (100%) de brique, le retrait est totalement supérieur à celui du béton avec granulats naturel jusqu'à l'âge de 90 jours. Pour les bétons formulés avec granulats gros et fins de brique, le retrait à cours terme est comparable au retrait des bétons de granulats naturels pour le dépassé à long terme.

2.4.2.4. La densité

Paulo B. Cachim, 2008 [23], a mesuré la densité du béton à l'état frais selon la norme EN12350- 6 (2002). Les résultats obtenus montrent clairement une réduction de la densité du béton formulé à base de granulats recyclés de brique. La réduction est de l'ordre de 5 et 6% pour les bétons dont E/C = 0,45 et 0,5 respectivement.

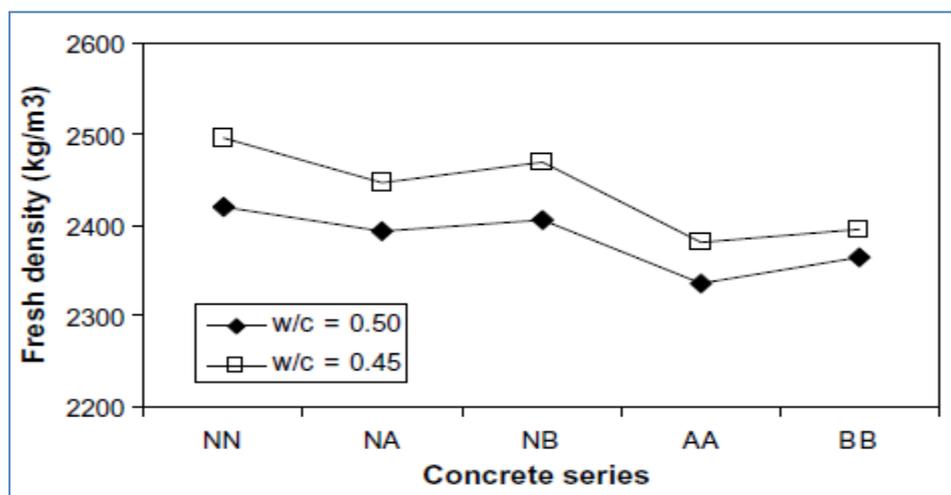


Figure 2-19: densité à l'état frais des bétons [23]

Des résultats semblables ont été trouvés par Debieb et al 2008 [20], qui ont remarqué une diminution de la densité jusqu'à 17% lorsque les granulats naturels sont substitués par les granulats de brique.

2.4.2.5. Temps de prise

Chicouhe, 2004 [24], ont rapporté que la substitution partielle du ciment Portland par différents pourcentages (5, 10, 15 et 20%) de déchets de brique conduit à une diminution du temps de début et fin de prise. Ainsi, le ciment contenant 10 et 20% de pouzzolane artificielle présente une diminution

de 17 et 23% pour le début de prise et de 9 et 11% pour la fin de prise par rapport au ciment sans ajout.

2.4.2.6. La durabilité

▪ L'absorption d'eau

Debieb et al.2008 [20], ont trouvé que les bétons à base de granulats recyclés de brique présentent une grande absorption comparée avec celle des bétons à base de granulats naturels due essentiellement à la grande capillarité de ces bétons par rapport au béton ordinaire. L'essai d'absorption d'eau explique clairement la grande diminution de résistance du béton formulé avec des granulats recyclés qui est due à sa grande porosité et surtout sa large capillarité.

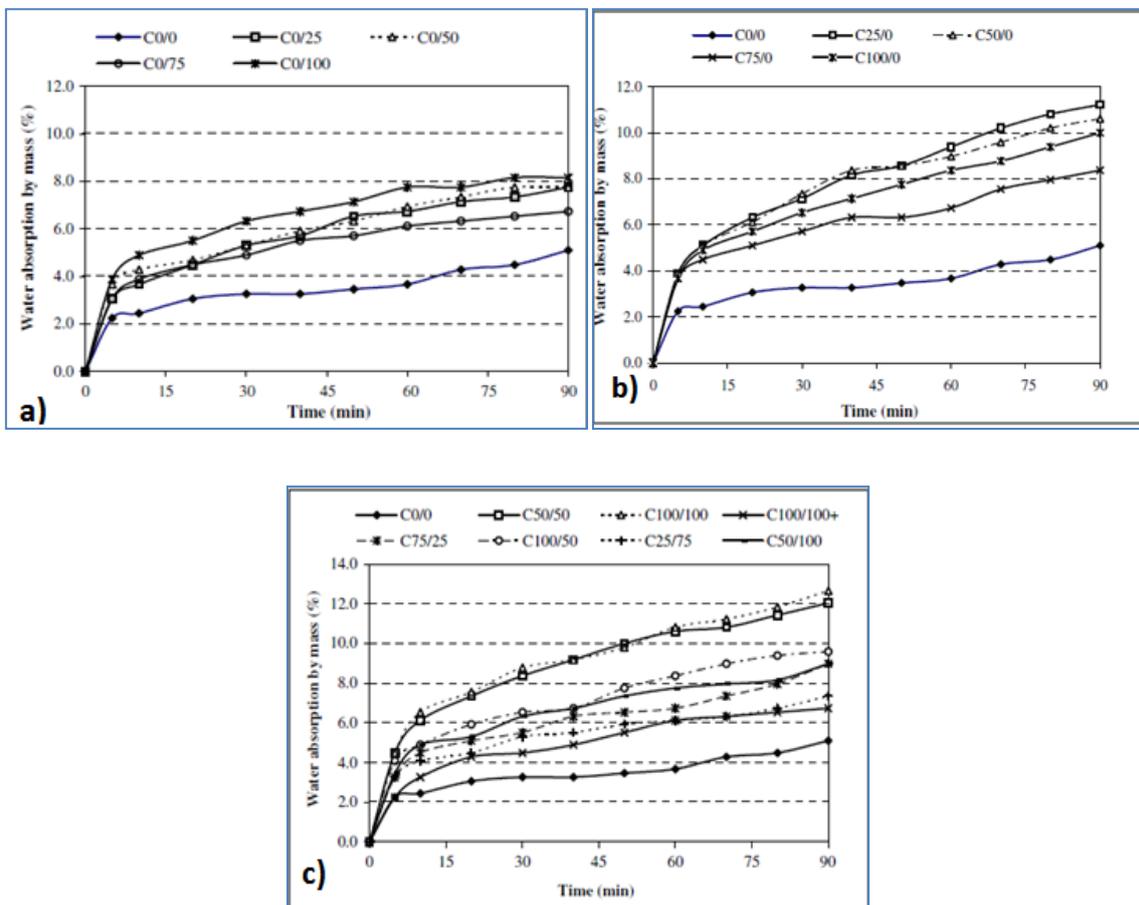


Figure 2-20: absorption capillaire a) bétons avec gros granulat de brique, b) bétons avec fins granulat de brique et c) bétons avec gros et fin granulats de brique [20]

▪ La sorptivité

Tolido et al 2007 [18] ont mesuré la sorptivité de deux séries de mortiers confectionnés avec $E/C = 0.4$ et $E/C = 0.5$. Chaque série est préparée avec 0, 10, 20, 30 et 40% de substitution du ciment par la

brique broyée. Les auteurs utilisent la méthode de l'eau saturée (technique gravimétrique) Les résultats de cette recherche représentés dans la figures 2-21 pour les mortiers préparés avec E/C=0.4 et la figure 2-22 pour les mortiers préparés avec E/C=0.5 respectivement, montrent que la sorptivité des deux séries de mortiers diminue avec l'augmentation du taux de substitution. Cette diminution selon les mêmes auteurs est due à l'affinage des pores de la structure des mélanges contenant la brique. Cet affinage est produit par un effet filler et un effet pouzzolanique de la brique.

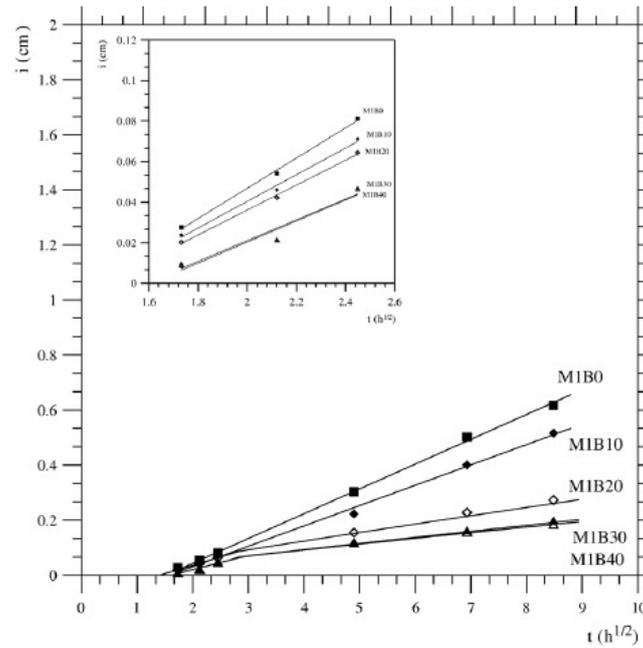


Figure 2-21: Sorptivité des mortiers M1B0, M1B10, M1B20, M1B30 et M1B40 [18]

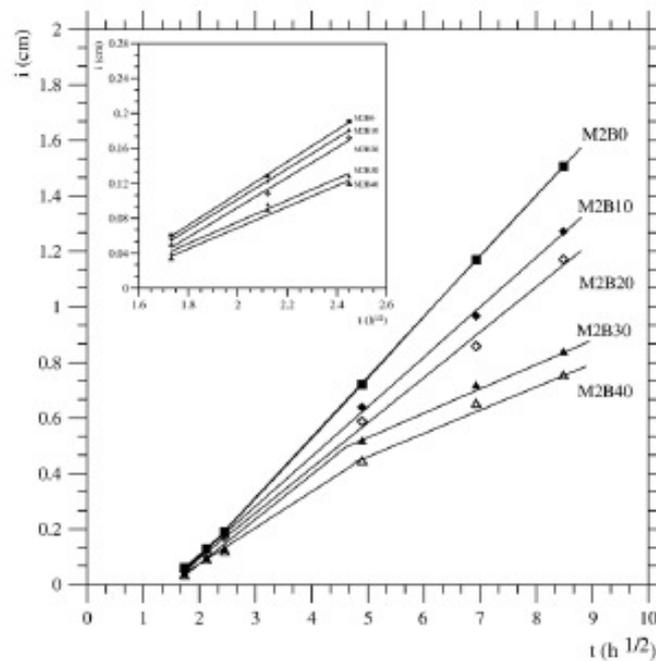


Figure 2-22: Sorptivité des mortiers M2B0, M2B10, M2B20, M2B30 et M2B40 [18]

▪ Expansion

O'Farrell et al. 2000 [25] ont utilisé quatre séries de mortier contenant 0, 10, 20, 30% de déchet de brique, chaque série est formulée de quatre types de brique B, D, L and P. Les auteurs ont suivi l'expansion et la variation de masse des éprouvettes de forme prismatique (4.4.16)cm³ qui ont été placées sous l'eau potable pendant 28 jours et ensuite dans une eau de mer. Les résultats trouvés par ces auteurs sont représentés dans la figure 2-22 Les auteurs ont conclu que l'expansion et les pertes de masses des mortiers à base de brique augmentent avec le temps et diminues avec l'augmentation du pourcentage de brique. La présence de la brique jusqu'à 30% dans les mortiers testés réduit considérablement la perte de résistance par rapports au mortier de référence.

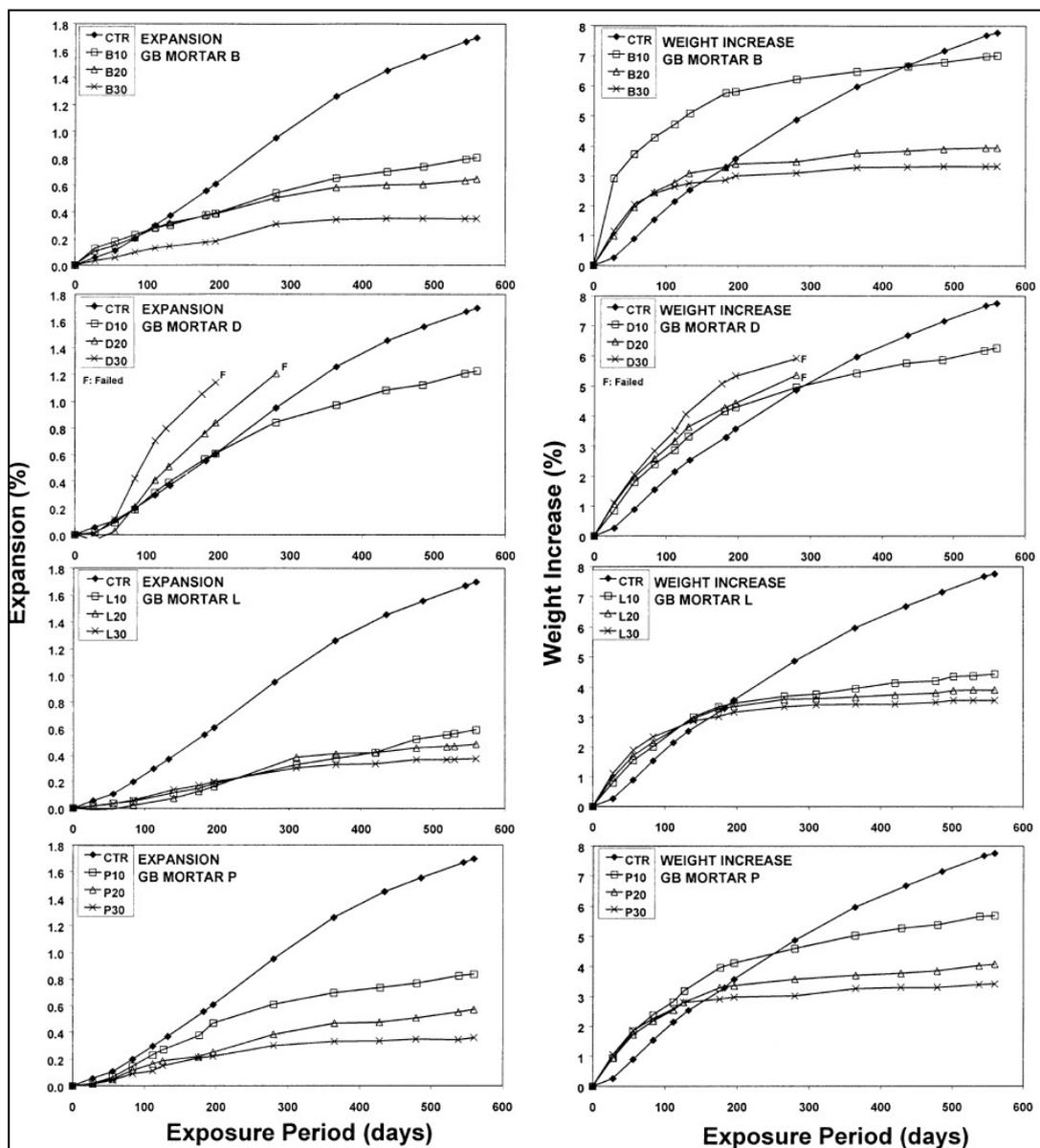


Figure 2-23: expansion et perte de masse des mortiers contenant des déchets de brique B, D, L et P [25]

▪ **La résistance à l'attaque des acides**

Le mécanisme de dégradation du béton, provient des gradients de concentration entre les eaux agressives (milieu acide) et la solution interstitielle du béton (milieu basique dont le PH est supérieur à 12, riche en calcium) Les principales espèces lixiviés sont les ions calcium Ca^{+2} et l'hydroxyde OH^- . Leurs transport vers le milieu extérieur est donc diffusif.

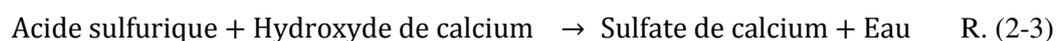
Les milieux acides les plus fréquents sont:

- Les eaux naturelles dans les tourbières et les marécages, ou le PH peut descendre jusqu'à 4;
- Les milieux industriels: dans les industries chimiques ainsi que les industries agroalimentaires.
- Les réseaux d'égouts: l'activité bactérienne conduit au dégagement d'hydrogène sulfuré par la transformation des produits soufrés qui, combiné à l'humidité atmosphérique se condensent sous forme d'acide sulfurique qui va attaquer le béton.
- Les pluies acides, qui contiennent principalement de l'acide sulfurique et de l'acide nitrique, ayant un PH entre 4 et 4,5, peuvent provoquer de la dégradation de la surface exposée du béton.

L'attaque du béton par l'acide est provoquée par la réaction d'un acide et la partie d'hydroxyde de calcium ($Ca(OH)_2$) de la pate de ciment qui produit un sous-produit de sel de calcium fortement soluble. Ces derniers sont facilement enlevés de la pate de ciment et affaiblissent la structure de la pate de ciment et sel du béton. La réaction de base est la suivante :



L'attaque du béton par l'acide sulfurique est le cas le plus agressif et le plus destructif. Le sel de calcium ainsi produit est un sulfate de calcium qui cause alternativement une dégradation accrue selon la réaction suivante:



La dissolution de l'hydroxyde de calcium provoquée par l'attaque de l'acide procède en deux phases. La première phase est la réaction acide-hydroxyde de calcium dans la pate de ciment. La deuxième phase est la réaction acide- silicate de calcium hydraté, cette phase n'aura lieu que lorsque l'hydroxyde de calcium soit totalement consommé. La dissolution de silicate de calcium hydraté, dans les cas les plus avancés de l'attaque par l'acide peut endommager considérablement le béton.

Tolido et al [18], ont étudié la résistance aux sulfates de magnésium, les échantillons de mortiers sont immergés dans une eau potable jusqu'à 28 jours puis dans une solution de 5% de sulfate de magnésium ($MgSO_4$) pendant 100 et 200 jours. Les résultats de cette recherche montrent que la perte de résistance des mortiers formulés de 10 et 20% de brique est presque la même que celle de mortier de référence après 100 jours d'immersion dans la solution de sulfate de magnésium, cependant après 200 jours d'immersion, les mélanges de brique présentent des pertes de résistances inférieures à celle de référence par exemple: la perte de résistance de l'échantillon de référence (0%) est de 12% alors les échantillons formulés avec 10 et 20% de brique ont une perte de 3 et 5% respectivement. Les auteurs ont expliqué ce phénomène par la réduction de l'hydroxyde de calcium ($Ca(OH)_2$), par la réduction du C_3A due à la substitution du clinker (le C_3A donne l'ettringite après hydratation) et par la formation des hydrates additionnels qui réduit la perméabilité et densifie la structure (création des difficultés de pénétration des agents agressifs).

▪ Pénétration des ions chlore

Tolido et al, 2007 [18] ont étudié la pénétration des ions chlore dans des mortiers contenant 10 et 20% de déchets de brique formulés avec un rapport E/C = 0,5. Ils ont trouvé que la pénétration des ions chlore est réduite de 13500 C pour le mortier de référence (0% d'ajout) à 8250C et 2000C pour les mortiers formulés de 10 et 20% de déchets de brique respectivement. Cette réduction est due au raffinement des pores par l'ajout qui a créé des difficultés au transport des ions chlores.

2.5. Analyse

Cette synthèse sur l'utilisation des déchets de briques dans l'élaboration des mortiers et des bétons permet de dégager les constats suivants:

► **A l'état frais:** l'ajout de déchets de brique réduit la densité des bétons et, ce qui a pour conséquence une réduction des charges dues aux poids propres des éléments de structure,

► **A l'état durci:** l'ajout de brique réduit la teneur en hydroxyde de calcium dans le béton avec des conséquences très bénéfiques. Il réduit la porosité par densification de la matrice ciment et qui se traduit par une série d'effets très favorables à savoir:

- accroissement de la résistance finale;
- légère diminution du retrait;
- réduction de la perméabilité à l'eau;
- amélioration de la résistance aux sulfates, aux chlorures et à d'autres types d'agressions chimiques (protection des armatures contre la corrosion).

2.6. Orientation de la thèse

La protection de l'environnement devient de plus en plus collective. Dans une vision intégrée de développement durable, la problématique des déchets doit être placée dans une perspective holistique de gestion des risques et des ressources, qui couvre tout le cycle de vie des déchets, depuis sa génération jusqu'au traitement ultime. Elle anticipe le déchet dès le stade projet, inclut les stratégies de réduction à la source, de valorisation et d'élimination.

Le recyclage permet une meilleure gestion des ressources, par valorisation des déchets et par économie des granulats naturels. Nous allons exposer sommairement les différents déchets utilisés dans le domaine du génie civil.

Selon la loi Française de 1975 sur l'environnement, un déchet correspond à tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau ou plus généralement tout bien abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon.

Ainsi la valorisation des déchets est devenue une nécessité absolue pour tous les pays. C'est dans cette optique que s'inscrit notre recherche. Elle vise à élaborer un nouveau type de liant hydraulique à partir de déchets de l'industrie rouges et plus particulièrement les briques cassés qui représentent en général 10 à 15% de la production de chaque briqueterie. Ce choix se justifie pour les raisons suivantes:

Intérêt technique (fonctionnels) : l'incorporation des particules fines améliore la maniabilité et réduit la demande en eau (à l'exception des ajouts d'une grande finesse); il y a une amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton (amélioration de l'imperméabilité, la ténacité aux attaques chimiques et de la résistance à la fissuration); il y a une diminution de la chaleur d'hydratation dégagée du béton, ce qui diminue la fissuration d'origine thermique; ils peuvent modifier la nature et la texture des hydrates formés [26, 27].

Intérêt économique: le ciment portland est le composant le plus onéreux au cours de la production du béton, puisqu'il est un matériau à forte intensité d'énergie. La plupart des ajouts susceptibles de remplacer le ciment dans le mortier ou le béton sont des sous-produits qui nécessitent relativement moins d'énergie (coût énergétique pratiquement nulle, et une économie des coûts de combustible).

Intérêt écologique: La production d'une tonne de ciment portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique (CO₂). En effet, la substitution d'une fraction de clinker permet d'obtenir des ciments aux propriétés mécaniques exploitables, ce qui permet une diminution de rejets de (CO₂). Le taux de substitution de clinker est du même ordre que la diminution de rejet de

(CO₂) [18]. D'un point de vue esthétique, l'utilisation du ciment à brique donne au béton à base de brique une teinte rouge claire.

Cependant, étant un ajout cimentaire "non conventionnel", les déchets de briques doivent être avant tout entièrement caractérisés et être apte à intégrer le processus traditionnel de fabrication des ciments. Par la suite se pose le problème de l'élaboration du nouveau liant qui doit répondre à l'ensemble des normes actuelles qui régissent ce type de produit.

Références bibliographiques du deuxième chapitre

- [1] Bourmate N., Granulats recyclés de substitution pour bétons hydrauliques, Thèse de Doctorat, Université des frères Mentouri de Constantine, 2017.
- [2] Fédération Belge de la brique. www.brique.be.
- [3] Emile O., Technologie des matériaux de construction, Tome II, Editions entreprise moderne 1969.
- [6] Mansour M.S., Influence du Métakaolin sur le comportement rhéologique et mécanique des bétons à haute performance. Thèse de doctorat. Université de Blida. Algérie. (2010).
- [7] Garcia-Diaz E., Réactivité pouzzolanique des métakaolinites: Corrélations entre les caractéristiques minéralo-géologique des kaolins. Thèse de doctorat de l'école des Mines de St Etienne. (1995).
- [8] Morsy M.S., Alsayed S.H., Salloum Y.A., Development of eco-friendly binder using -fly ash-lime-anhydrous gypsum. *Construction and Building Materials*. 35 (2012), 772–777. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.04.142
- [9] Oshawa S., Asaga K., Goto S., Daimon M., Quantitative determination of fly ash in the hydrated fly ash-CaSO₄-Ca(OH)₂ system. *Cement and Concrete Research*. 15 (2). (1985). 357-366.
- [10] Sanchez de Rojas M.I., Marin F., Rivera J., Frias M., Morphology and properties in blended cements with ceramic wastes as a pozzolanic material.(2008)
- [11] Sabir B.B., Wild S., and Bai J., Metakaolin and Calcined Clays as Pozzolans for Concrete: A Review. *Cement and Concrete Composite*, 23 (2001) 441-454. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00092-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00092-5)
- [12] O'Farrell M., Sabir B.B., Wild S., Strength and chemical resistance of mortars containing brick manufacturing clays subjected to different treatments. *Cement and Concrete Composite*. 28 (2006) 790-799. DOI:10.1016/j.cemconcomp.2006.05.014
- [13] Samet B., Mnif T., Chaabouni M., Use of kaolinitic clay as a pozzolanic material for cements: Formulation of blended cement. *Cement and Concrete Composite*, 29 (2007), 741-749.
- [14] Shi C., Day R.L., Pozzolanic reactions in the presence of chemical activators: Part I. Reaction kinetics. *Cement and Concrete Research*, 30(2000), 51–58.
- [15] Bouhmid M., Elaboration d'un éco-ciment pouzzolanique à base de vase de Barrage hydraulique traitée et déchet de brique de construction., *Mémoire de magister*. Université Mohamed Boudiaf. Oran. 2011
- [16] ElFgaier F., Conception, production et qualification des briques en terre cuite et en terre crue., Thèse de doctorat., Ecole de Lille, 2013.
- [17] Michel M., Accélération de ciment au laitier par du ciment sulfo-alumineux. Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.2009.

- [18] Tolido Filho RD., Gonçalves JP., Americano BB, Fairbairn EM R. Potential for use of crushed waste calcined-clay brick as a supplementary cementitious material in Brazil, *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 1357-1365.
- [19] Naceri AG., Hamina M., Use of waste brick as a partial replacement of cement in mortar, *Waste Management* 29 (2009) 2378–2384.
- [20] Debieb F., Kenai S., The use of coarse and fine crushed bricks as aggregate in concrete. *Construction and Building Materials* 22 (2008) 886–893
- [21] Choi, Yun Wang, Kim, Young Jic, Shin, Hwa Cheol, Moon, Han Young., An experimental research on the fluidity and mechanical properties of high-strength lightweight self-compacting concrete, *Cement and Concrete Research*. 36 (9) (2006) 1595-1602.
- [22] Zhi Ge., Zhili Gao., Renjuan Sun., Li Zheng., Mix design of concrete with recycled clay-brick-powder using the orthogonal design method. *Construction and Building Materials* 31 (2012) 289–293.
- [23] Paulo B., Cachim., Mechanical properties of brick aggregate concrete. *Construction and Building Materials* 23 (2009) 1292–1297
- [24] Chicouhe MA. Influence de l'ajout pouzzolnique(argile cuite) sur les caractéristique physico-chimiques des ciments, (2004).Université de Mohamed Boudiaf Msila.
- [25] O'Farrell .M., Wild S., Sabir B., Resistance to chemical attack of ground brick. PC mortar Part II. Synthetic seawater. *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 757-765
- [26] Wild S., Khatib JM., O'Farrell M., Sulphate resistance of mortar containing ground clay brick calcined at different temperatures. *Cement and Concrete Research*, 28 (1) (1998) 83-92.
- [27] O'Farrell M., Khatib JM., Wild S., Porosity and pore size distribution of mortar containing ground calcined brick clay. In: *Proceedings of the fifth international conference on modern building materials, structures and techniques*, vol. 1. Lithuania, Vilnius. (1997) 33–8.

CHAPITRE 3. MATIERES PREMIERES: CARACTERISATION ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

Le troisième chapitre est scindé en deux parties. La partie A expose les matières premières utilisées pour l'élaboration du nouveau ciment. Il est important de maîtriser l'ensemble des propriétés intrinsèques des matières premières (granulométrie, composition chimique et minéralogique, etc.). En effet, la connaissance des propriétés et des spécificités de ces matériaux est essentielle pour l'identification de potentielles performances comptabilisées dans la confection des nouveaux produits ou des produits existants améliorés, comme les ciments composés.

La partie B présente les différentes techniques utilisées pour la caractérisation du nouveau produit. Les principaux essais de caractérisation physico-chimique mécaniques ont été effectués sur les échantillons, selon les recommandations et les normes Algériennes et internationales. Ceci a permis de les identifier.

PARTIE A. MATIERES PREMIERES UTILISEES

3.1. INTRODUCTION

Cette première partie du troisième chapitre est destinée à la caractérisation des échantillons de matières premières prélevées. Ces matériaux seront utilisés principalement pour la fabrication du nouveau ciment composé au niveau du laboratoire de recherche de génie civil et hydraulique de l'université 08 mai 1945 Guelma.

Il est important de maîtriser l'ensemble des propriétés intrinsèques des matières premières (granulométrie, composition chimique et minéralogique, etc.). En effet, la connaissance des propriétés et des spécificités de ces matériaux est essentielle pour l'identification de potentielles performances comptabilisées dans la confection des nouveaux produits ou des produits existants améliorés, comme les ciments composés. Les principaux essais de caractérisation physico-chimique mécaniques ont été effectués sur les échantillons, selon les recommandations et les normes Algériennes et internationales. Ceci a permis de les identifier.

3.2. Matières premières: Description, origine et échantillonnage

Cette étude a pour objectif de présenter l'ensemble des techniques et méthodologie expérimentales suivies pour l'obtention des échantillons, une description des matériaux utilisés, un aperçu sur les essais expérimentaux ainsi que la préparation des mélanges et les variables étudiés.

3.2.1. Déchets de briques

L'entreprise Briqueterie de Bendjerrah est implantée dans l'Est Algérien et plus exactement dans la Wilaya de Guelma. Elle a été créée en 1995 et produit essentiellement des briques en terres cuites (brique 12 Trous et 8 Trous). Le site de production exploite une carrière d'où sont extraits les matériaux exploités pour la production des briques.

La figure 3-1 présente la briqueterie et la carrière associée, qui occupent une situation géographique intéressante dans l'est de l'Algérie permettant d'être au plus près des chantiers.

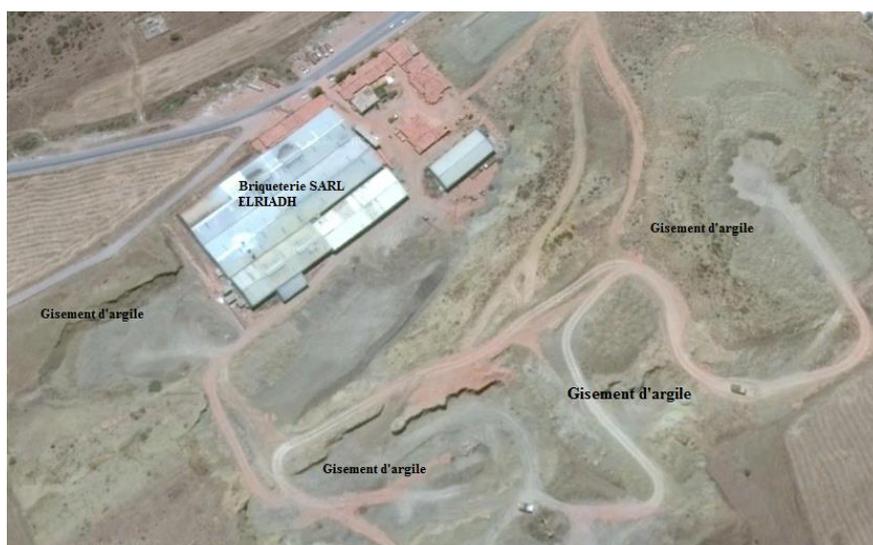


Figure 3-1: photo de la briqueterie de Bendjerrah et sa carrière d'exploitation

La localisation géographique du site du gisement d'argile présentée dans la figure 3-1, permettra de réduire significativement le coût de transport pour ce type de matériau pondéreux. En effet, leur coût de revient double tous les 50 kilomètres, compte tenu de leur poids et du coût des transports.

Rappelons que les déchets de briques sont les chutes (briques non conformes où cassées) de la fabrication de la brique. Ils se trouvent relativement en grande quantité au niveau national à cause du nombre élevé de briqueteries et des taux de rejets qu'elles génèrent. Ces rejets représentent, en moyenne entre 10 et 15% de la production.

Une fois réceptionnés de la briqueterie de Bendjerrah, les déchets ont fait l'objet d'un broyage énergétique (figure 3-2), pour les transformer en poudre extrêmement fine. Pour le broyage, nous avons utilisé un broyeur à boules, et les déchets ont été broyés à la fraction granulaire inférieure à 80 μ m au laboratoire des matériaux du département de génie civil de l'Université de Badji Mokhtar d'Annaba.

Les trois photos suivantes présentent l'opération de broyage des déchets de briques.



Figure 3-2: opération de broyage des déchets de brique

3.2.2. Clinker utilisé

Le clinker portland est obtenu par la cuisson des matières premières qui apportent de la chaux, de la silice, de l'alumine et de l'oxyde de fer. Les matières premières que nous avons utilisées sont issues essentiellement de l'est Algérien à savoir:

- ✚ le calcaire utilisé est extrait de la carrière de Djebel Safia (Wilaya de Skikda),
- ✚ l'argile de l'Oued El-Kebir (wilaya de Skikda),
- ✚ les deux adjuvants corrigeant :
 - ✓ le sable issus de la carrière de Kef Fatma (wilaya de Skikda),
 - ✓ le minerai de fer extrait de la région d'El Ouenza (Wilaya de Tébessa)

3.2.3. Gypse utilisé

Dans le présent travail, un gypse naturel extrait de la carrière d'Ain M'lila a été broyé et tamisé avec le tamis 100 μ m. Le tamisât ainsi obtenu est ajouté au clinker et à la brique en raison de 5% de la masse du ciment. Le pourcentage de cet ajout est fait de telle façon à ne pas dépasser une teneur en SO₃ de 3,5% valeur exigée par la norme NA442 [1] (EN 197-1: 2001, P 15-101-1).

3.3. Préparation du ciment

La préparation des nouveaux ciments est effectuée par un broyage et un tamisage (tamis 100 μ m) séparé du clinker, des déchets de briques et du gypse. Après dosage et homogénéisation, nous avons élaboré white échantillons de ciments composés en faisant varier la proportion des déchets de briques de 0 à 35%, toute en conservant parallèlement le dosage en gypse à 5%. Le tableau 3.1 regroupe les ciments élaborés et la teneur de chaque constituant.

L'utilisation de la brique rouge dans la fabrication du ciment n'entre pas dans le champ de la norme Algérienne du ciment NA442 [1], mais il répond à la démarche environnementale adoptée par les cimentiers pour réduire l'émission des gaz à effet de serre.

Tableau 3.1: désignation et dosage des ciments élaborés

Ciment	C0	C5	C10	C15	C20	C25	C30	C35
Clinker (%)	95	90	85	80	75	70	65	60
Brique (%)	0	5	10	15	20	25	30	35
Gypse (%)	5	5	5	5	5	5	5	5

PARTIE B. PROCÉDURES EXPERIMENTALES

3.1. Introduction

Cette partie décrit en détails tous les essais réalisés au cours de la présente recherche, l'ensemble des matériaux utilisés ainsi que les résultats de leur caractérisation en les comparant aux différentes valeurs imposées par les normes en vigueur.

3.2. Caractérisation chimique des ciments

3.2.1. Analyse chimique par fluorescence X

L'analyse chimique par spectromètre à fluorescence X [2] consiste à déterminer le pourcentage des différents oxydes dans la matière à étudier (SiO_2 , AlO_3 , Fe_2O_3 , MgO , Cl^- , Na_2O , K_2O , SO_3) ainsi le calcul des modules et des indices. Dans son principe, un faisceau des rayons X est dirigé sur l'échantillon à analyser, provoquant l'émission par ce dernier des radiations X secondaire, dites de fluorescence. Ces radiations ont les longueurs d'onde caractéristiques de chaque élément contenu dans l'échantillon. La radiation est canalisée vers un cristal analyseur qui sépare les diverses longueurs d'ondes et les diffracte vers un détecteur. Les couches d'électrons concernées sont principalement les couches inertes (K, L). La mesure de l'intensité de chacune des raies caractéristiques des éléments à analyser (Ca, Si, Al, Fe, etc.) est faite par spectromètre. Pour obtenir une moyenne, l'analyse de chaque échantillon est répétée trois fois.

3.2.2. Teneur en (CaO) libre

La teneur en chaux libre dans le clinker et les ciments élaborés est déterminée conformément à la norme NA2187 [3].

3.2.3. Perte au feu (PAF)

La perte au feu est l'élimination de CO₂, 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 [4] et sa vérification est faite selon la norme NA442.



Photo 3-3: four de calcination pour PAF

3.3. Caractérisation physique des ciments

Dans le présent travail, après le broyage, les matières premières (clinker, brique et gypse) sont tamisées en utilisant un tamis 100 μ m. Les tamisât ainsi obtenus sont dosées et homogénéisées dans un homogénéisateur.

3.3.1. Analyse granulométrique des éléments fins

La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte couramment utilisée pour déterminer la distribution de taille des matériaux granulaires pulvérulents. Le principe de la méthode est le suivant :

- l'unité optique du granulomètre enregistre l'image de la diffusion (diffraction, réflexion, réfraction) d'un rayonnement monochromatique par une suspension de particules (figure 3-4),
- des images de diffusion sont calculées à partir d'un modèle de diffusion, en fonction de distributions granulométriques théoriques,
- les images calculées et l'image mesurée sont ajustées par la méthode des moindres carrés.

Les logiciels commerciaux pour granulomètre intègrent généralement deux modèles mathématiques.

Le modèle le plus complet est basé sur la théorie de la diffusion de Mie. Il prend en considération l'ensemble des phénomènes optiques liés à la diffusion des particules (diffraction, réfraction,

réflexion). Le calcul de l'image de diffusion dépendra dans ce cas non seulement de la distribution granulométrique théorique considérée, mais également de la nature du matériau diffusant, par l'intermédiaire de ses propriétés optiques :

$$m = n - ik \quad \text{Eq. (3-1)}$$

Avec

m : l'indice de réfraction complexe

n : la partie réelle de l'indice de réfraction

k : la partie complexe de l'indice de réfraction, appelée indice d'absorption.

L'approximation de Fraunhofer implique par contre des simplifications importantes de la théorie de Mie. Les particules sont considérées par l'algorithme comme des disques plats et opaques : seule la diffraction est prise en compte et la connaissance de la nature du matériau et de ses propriétés optiques n'est pas nécessaire.

Van de Hulst (1957) quantifie le domaine de validité du modèle de Fraunhofer à partir d'un paramètre appelé variation de phase p , fonction de la longueur d'onde λ du rayon incident, du diamètre d de la particule, et de l'écart entre les indices de réfraction n_s du matériau et n_f du fluide porteur de la suspension. Dans le cas des matériaux courants du génie civil (n_s compris entre 1,5 et 1,7) en suspension dans l'eau, Cyr (1999) calcule que la limite de validité de l'approximation de Fraunhofer est atteinte pour des particules de diamètre compris entre 1 et $10\mu\text{m}$. Dès lors, l'emploi du modèle de Mie se justifie lorsque l'on désire caractériser la distribution de taille d'un matériau constitué de particules microniques.

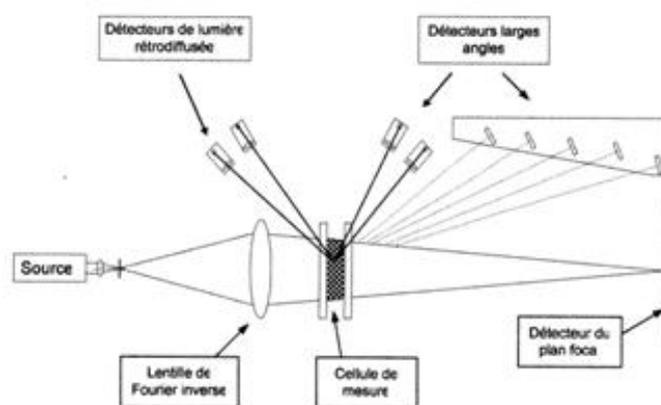


Figure 3-4: Schéma simplifié de l'unité optique d'un granulomètre laser

La technique la plus utilisée pour les poudres est la granulométrie laser du fait de sa rapidité et de l'étendue de la plage de mesure. Mais de nombreux paramètres sont à prendre en compte [5], lorsqu'on

analyse une mesure et on ne peut donc pas considérer que cette technique donne toujours une image représentative de la distribution réelle des particules.

Les distributions granulométriques des ciments utilisée ont été déterminées à l'aide d'un granulomètre laser à diffraction de type Malvern Master sizer 2000 montré sur la figure 3-5. L'analyse granulométrique permet d'accéder à la dimension moyenne des grains ainsi que leur distribution en taille dans le matériau. Les mesures nécessitent la connaissance des indices de réfraction des deux phases continue et dispersés (particules) solide et gouttes, elle nécessite également une importante dilution. Les dispersions sont d'abord diluées puis mise en circulation dans une cellule appropriée. Les particules éclairées par un fuseau laser He/Ne dévient la lumière de son axe principale. La quantité de lumière déviée et l'importance de l'angle de déviation per de l'analyse, mettent de mesurer avec précision la taille des particules avec le Master sizer 2000. La gamme des diamètres mesurables s'étend de 0.02 à 2000 μm . Le résultat de l'analyse, traité avec le logiciel Master sizer 2000 Version 5.12 F, est représenté sous forme d'histogrammes.

Caractéristiques techniques:

- Analyses granulométriques des particules en solution (voie humide)
- Diamètres: 0,2 μm - 2000 μm
- Source Laser He/Ne, $\lambda=633\text{nm}$



Figure 3-5: granulomètre laser à diffraction de type Malvern Master Sizer 2000

3.3.2. Masses volumiques absolues et apparentes des ciments

Les masses volumiques sont mesurées sur poudre de ciment anhydre conformément à la norme NA2595 [6]. La masse volumique absolue est mesurée à l'aide densimètre Le Chatelier en utilisant le benzène comme solution inerte. La masse volumique apparente est mesurée avec l'équipement illustré dans la figure 3-6.



Figure 3-6: mesure de la masse volumique absolue des ciments

3.3.3. Consistance normale des ciments

La consistance normalisée d'une pâte de ciment caractérise sa plus au moins grande fluidité. Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres il faut pouvoir partir d'une même consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées. Elle est nécessaire pour déterminer les temps de début et fin de prise ainsi que l'essai de stabilité. La variation de la consistance normale est déterminée conformément à la norme NA229 [7] à l'aide de l'appareil de Vicat qui se compose d'un moule tronconique de 40mm de hauteur et d'une tige coulissante équipée à son extrémité par une sonde d'un diamètre $\varnothing = 10\text{mm}$. La partie coulissante a une masse de 300g (y compris la sonde amovible). Après avoir préparé la pâte pure de ciment, elle placée dans le moule. Lorsque la sonde s'arrête à une distance $d=6\pm 1\text{mm}$ de la plaque de base plane, la consistance est considérée comme consistance normale.



Figure 3-7: appareil de Vicat.

3.3.4. Prise des ciments

Dans son principe, le temps de début de prise correspond à peu près au moment où la pâte cesse d'être mouillable et commence à se comporter comme un solide mécaniquement résistant. La fin de prise correspond à la transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide. L'essai du temps de début et de fin de prise est réalisé suivant la norme NA230 [8] grâce à l'appareil de Vicat (figure 3-7), dans une enceinte dont la température est maintenue à $24 \pm 3^\circ\text{C}$. L'on mesure l'enfoncement d'une aiguille de diamètre $\varnothing = 1,13\text{mm}$, fixée à la partie mobile de l'appareil de Vicat, dont la masse totale est de 300g, dans une pâte pure de ciment maintenue dans un moule tronconique de 40mm de hauteur. Lorsque l'aiguille s'arrête à une distance $d = 4 \pm 1\text{mm}$ de la plaque de base plane, le temps de début de prise est enregistré. La fin de prise correspond au moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans l'anneau c'est-à-dire une transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide.

3.3.5. Expansion des ciments

Les essais d'expansion, à froid ou à chaud, ont pour but de déterminer la stabilité aux expansifs des liants hydrauliques; ils sont effectués sur une pâte de consistance normale de ciment selon la norme NA232 [9]. Le ciment est coulé dans un moule cylindrique formé par une feuille de laiton enroulée, et fendue suivant une génératrice, l'expansion de l'éprouvette provoque l'ouverture de la fente; deux aiguilles soudées à la feuille de laiton amplifient l'ouverture, et permettent une mesure commode de l'expansion.

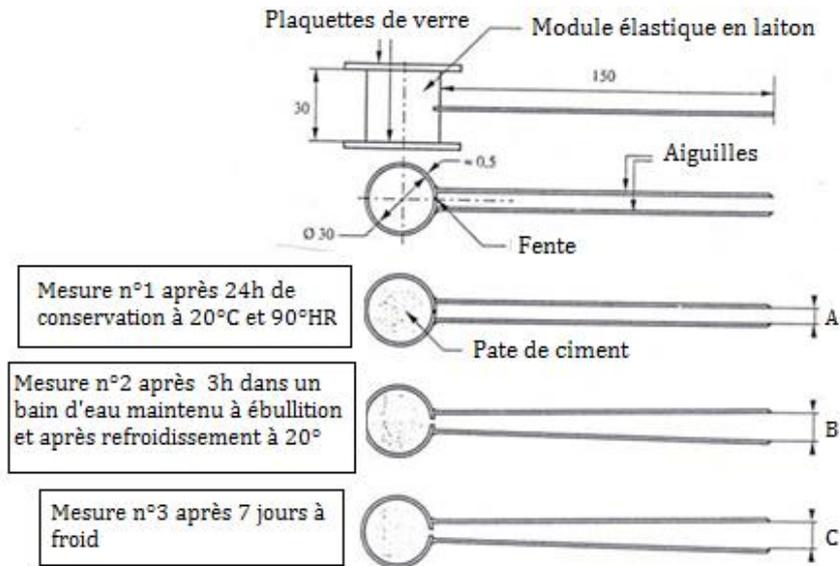


Figure 3-8: Anneau utilisé pour la mesure de l'expansion des ciments

3.3.6. Retrait libre des ciments

Tous les mélanges de mortiers normalisés (la composition du mortier nécessaire à la réalisation des 3 éprouvettes que comporte un moule est la suivante: Liant: 450g, Eau déminéralisée: 225g et sable normalisé: 1350g (conforme à la norme EN 196-1) ont été gâchés dans un malaxeur de mortier à axe vertical d'une capacité de 5 litres. Le retrait a été mesuré sur des éprouvettes de forme prismatique (40x40x160)mm³ selon la norme NA440 [10], exposées après vingt quatre heures à une hygrométrie relative de 50% et à une température de 20°C jusqu'à l'échéance déterminée (3, 7 et 28 jours). Les déformations ont été mesurées à l'aide d'un rétractomètre digital à haute sensibilité. La figure 3-9 présente la méthode utilisée pour la mesure du retrait.



Figure 3-9: Mesure du retrait libre par un rétractomètre digital

3.4. Caractérisation mécanique des ciments

Les résistances à la compression et à la flexion ont été déterminées sur des éprouvettes de forme prismatiques (40.40.160)mm³ confectionnées sur mortier normal, conformément à la norme NA234 [11]. Le ciment et le sable normalisé sont gâchés avec l'eau dont le rapport (E/C = 0,5). Le malaxage du mortier a été réalisé dans un malaxeur à axe vertical d'une capacité de 5 litres selon les prescriptions de la norme NA234 [11]. Après moulage, les éprouvettes ont été compactées à l'aide d'une table à chocs. Les moules contenant les échantillons sont ensuite couvertes de film en plastique et placées dans la chambre humide à une température de $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Après 24 heures, les échantillons sont démoulés et conservés dans une atmosphère saturée dans la chambre humide pendant respectivement 2, 7, 28 et 90 jours. A l'âge d'essai, les éprouvettes sont soumises à l'écrasement par flexion en suite, les demi-éprouvettes obtenues sont soumises à l'essai de résistance à la compression.

On signalera toutefois que la valeur obtenue pour chaque échantillon ciment est une moyenne de 3 essais.

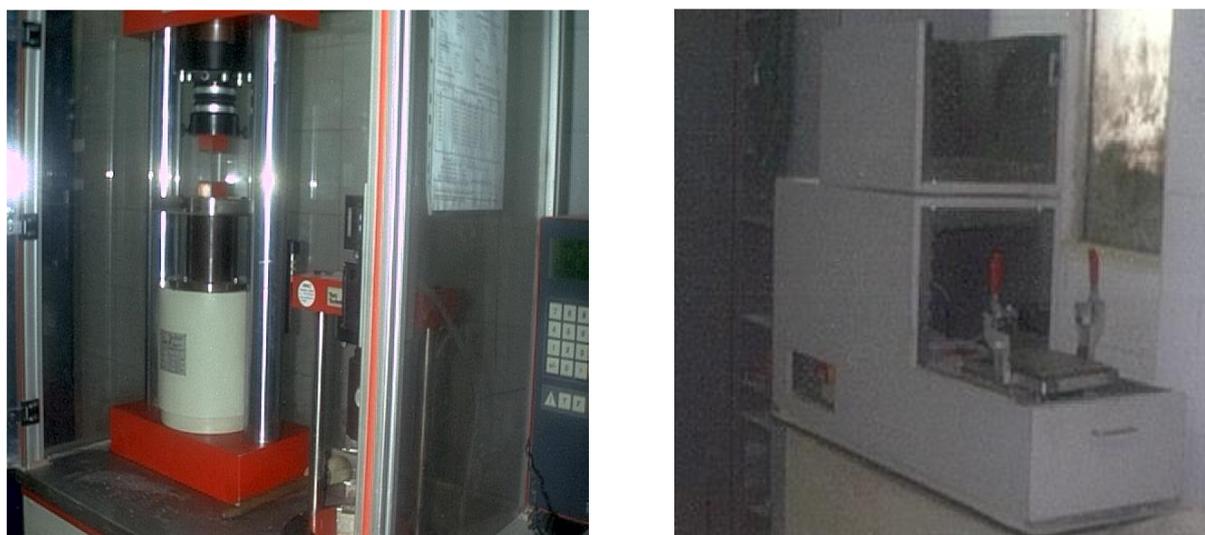


Figure 3-10: presse d'essai de résistance mécanique et table à chocs utilisées

3.5. Caractérisation minéralogique et morphologique des ciments

3.5.1. Analyse par diffraction X

La diffractométrie des rayons X a été utilisée pour caractériser les matières premières utilisées pour la préparation des échantillons de ciments composés à savoir le clinker, les déchets de brique et le gypse.

La diffractométrie des rayons X est une méthode d'analyse physico-chimique. Elle ne fonctionne que sur la matière cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, produits organiques cristallisés), mais pas

sur la matière amorphe (liquides, polymères, verres); toutefois, la matière amorphe diffuse les rayons X, et elle peut être partiellement cristallisée, la technique peut donc se révéler utile dans ces cas-là. Par contre, elle permet de reconnaître des produits ayant la même composition chimique brute, mais une forme de cristallisation différente, par exemple de distinguer les différentes silices (qui ont toutes la même formule brute SiO_2 :quartz, cristobalite, etc.), les différents aciers (acier ferritique, austénite, etc.) ou les différentes alumines (qui ont toutes la même formule brute Al_2O_3 : corindon/alumine α , γ , δ , θ).

Principe de fonctionnement du diffractomètre

Un diffractomètre est composé d'une source de rayon X; d'un monochromateur; d'une platine goniométrique assurant le déplacement angulaire de l'échantillon et du détecteur associé à la chaîne de mesure (figure 3-11). Quand le faisceau de rayon X monochromatique est dirigé sur un matériau une partie de l'énergie est diffusée, c'est à dire qu'un rayonnement de même longueur d'onde que le rayonnement incident est émis dans des directions différentes de celles du faisceau primaire.

Chaque atome va alors être la source d'un rayonnement diffusé. Toutes les sources sont cohérentes, donc susceptibles d'interférer. Le signal obtenu suivant une direction donnée sera la résultante des ondes émises par chaque atome. Si les atomes sont repartis irrégulièrement, comme dans le cas des couches amorphe, l'accord de phase entre les ondes diffusées ne peut être réalisé que partiellement. Au contraire, la régularité des dispositions des atomes dans les cristaux fait que cette condition d'accord peut être effective, d'où la possibilité d'obtenir des phénomènes de diffraction intenses avec les cristaux. L'état cristallin est caractérisé par une distribution périodique des atomes que l'on peut grouper en famille de plans réticulaires. La diffraction est obtenue si la condition de Bragg est vérifiée:

$$2 \times d_{hkl} \times \sin(\theta) = n \cdot \lambda \quad \text{Eq. (3.2)}$$

Où d_{hkl} est la distance réticulaire séparant les plans définis par les indices de Miller h, k, l.

θ : l'angle d'incidence

λ : la longueur d'onde des photons X.



Figure 3-11: schéma d'un diffractomètre

3.5.2. Préparation des échantillons de ciments

Pour l'essai d'analyse spectroscopie infrarouge et l'essai d'observation au Microscopie électronique à balayage, une pate de ciment a été confectionnée avec un rapport E/C = 0.4 et soigneusement mélangée en utilisant :

3.5.2.1 Eau de gâchage

L'eau utilisée est celle disponible au laboratoire de génie civil et d'hydraulique. Elle a fait l'objet d'une analyse chimique conformément à la norme NA1966 [12] (FP 18-303). Les résultats seront présentés ultérieurement au cinquième chapitre.

3.5.2.2 Poudre de ciment

On a effectué deux essais correspondant aux échantillons C0 et C10.



Figure 3-12: pâtes pures de ciment préparées avec ($E/C=0,4$) pour les échantillons C0 et C10

3.5.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF)

Le but principale de l'utilisation de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) dans notre travail de recherche est le suivi de la prise du ciment qui n'est pas un séchage de la pâte après

ajout de l'eau; mais 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 à l'état solide.

Cette méthode basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé, permet d'identifier les fonctions chimiques présentes au sein d'un produit et d'identifier certains produits mal cristallisés ou présents en faible quantité, et qui ne sont pas donc détectables par la diffraction des rayons X.

Principe

La spectroscopie Infrarouge est basée sur le phénomène d'absorption qui se produit lorsqu'un rayonnement infrarouge (domaine infrarouge entre 4000cm^{-1} et 400cm^{-1} ($2.5\text{--}25\mu\text{m}$)) traverse le matériau à étudier. Le rayonnement est alors absorbé sélectivement, en fonction des vibrations excitées dans l'échantillon. En effet, chaque molécule ou groupement constituant le matériau possèdent des niveaux de vibrations correspondant à des énergies précises. Lorsque la molécule est excitée à son énergie de vibration propre, elle absorbe l'énergie incidente, permettant ainsi l'étude des différentes liaisons présentes dans le matériau.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la théorie des groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse.

Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. La figure 3-13 décrit le principe d'un spectromètre à transformée de Fourier.

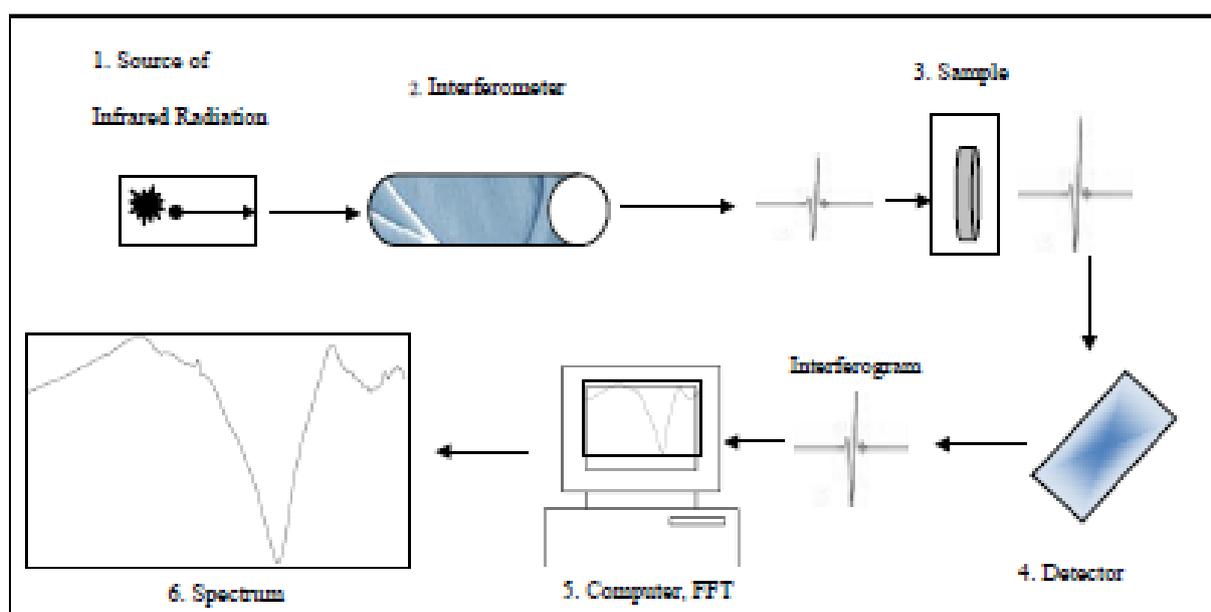


Figure 3-13: principe de la spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IR-TF)

Le faisceau infrarouge provenant de la source (1) est dirigé vers l'interféromètre de Michelson (2) qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon (3), où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur (4) pour être transformé en signal électrique.

Le signal du détecteur apparaît comme un interférogramme, c'est à dire une signature de l'intensité en fonction de la position du miroir. L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau. Cet interférogramme est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelée transformée de Fourier (logiciel : Spectrum for Windows (Perkin-Elmer)).

Les informations tirées des spectres sont de deux sortes :

Informations qualitatives: Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé,

Informations quantitatives: L'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption.

Matériels utilisés

Cette étude a été effectuée au Laboratoire d'Analyses Industrielles et Génie des Matériaux de la Faculté des Sciences et technologie de l'Université de Guelma. L'analyse est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre IR Spectrum one de marque Perkin Elmer en mode absorbance pour un balayage dont le nombre d'onde varie entre 4000 et 450cm^{-1} . Les échantillons sont sous forme de poudre.



Figure 3-14: essai IR-TF (matériels et échantillons utilisés)

Mode opératoire

Pour notre étude environ 1mg de poudre de matériaux à analyser (clinker, gypse, brique, ciments anhydres et ciments hydratés obtenus) est mélangé avec environ 300mg KBr dans un mortier en agathe. Le mélange est broyé très finement, il est déposé dans une moule puis soumis à une très forte pression dans une presse hydraulique. Il est ensuite extrait du moule sous forme d'une pastille de solide qui devrait être transparente. Le porte échantillon contenant la pastille Br/produit est placé dans le compartiment de mesure du spectrophotomètre sur le trajet du faisceau incident, l'enregistrement du spectre est directement réalisé.

3.5.4. Microscope électronique à balayage

La technique de la microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée pour la détermination de la morphologie des ciments élaborés après hydratation et durcissement. Les deux échantillons de ciment C0 et C10 à l'âge de 90 jours ont été observé à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type VIGA 3 TESCAN. Les éprouvettes cylindriques (15mm de diamètre, 4mm de hauteur) de ciment sont métallisées au carbone avant leur introduction dans la chambre d'analyse. Cette métallisation permet d'éviter une accumulation de charges importante à la surface de nos échantillons (qui est un isolant) et réduit la profondeur de pénétration du faisceau améliorant ainsi la qualité de l'image. Une fois l'échantillon placé dans l'enceinte, le vide secondaire est réalisé puis le balayage par un faisceau d'électrons est effectué. L'interaction électrons-matière provoque différentes réactions (diffraction, diffusion et émission d'électrons secondaire). L'obtention d'images s'effectue par la collecte des électrons secondaires ou rétro diffusés, émis par la surface du matériau.

Principe de base

Un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balaie la surface d'un échantillon où se produisent des électrons secondaires ou rétrodiffusés ainsi que d'autres phénomènes liés aux interactions électron-matière (Rayons X, lumière, électrons Auger, etc.). Ces interactions sont détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons. On peut ainsi comparer le MEB à un système de télévision en circuit fermé. La figure 3-15 représente un schéma général du microscope électronique à balayage qui comporte deux parties distinctes : la colonne à gauche du schéma, l'écran cathodique à droite.

Cette analyse a été réalisée dans le laboratoire de recherche de chimie de l'université de Skikda.



Figure 3-15: microscope électronique à balayage (MEB)

3.6. Normes utilisées

La plupart des essais ont été conduits conformément aux normes algériennes sur les ciments (voir annexe 1). Ces normes sont éditées principalement par l'institut Algérien de la normalisation IANOR [12]. Cependant nous avons également utilisés d'autres normes et plus particulièrement les normes ASTM, qui sont actuellement les plus utilisées pour le commerce mondial du clinker et du ciment. Elles font une distinction entre les ciments Portland et les ciments composés.

3.7. Conclusions

Nous avons exposé dans ce chapitre, les matières premières utilisées pour la fabrication du nouveau liant, ainsi que l'ensemble des procédures expérimentales effectuées.

Sur les matières premières (déchets de briques, sable, argile, calcaire, et minerai de fer) le choix s'est porté sur la proximité de la cimenterie et ce pour des raisons évidentes d'économie de transport.

Par ailleurs, les différents essais d'identification, qui ont été conduits conformément aux différentes normes Algériennes ont permis de déterminer les propriétés de chacune de ces matières premières, qui sont utilisées principalement dans l'industrie du ciment. En effet, la connaissance des caractéristiques de la matière première permet de bien comprendre leur comportement lors de la production du ciment. Ce travail est essentiel pour le développement et l'amélioration des performances du nouveau produit, conformément aux normes et aux exigences du développement durable.

Références bibliographiques du troisième chapitre

[1] Norme NA442: Ciment - Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Institut Algérien de la normalisation.

[2] Norme NA5044: Liants hydrauliques - Méthode pratique instrumentale d'analyse des ciments par spectrométrie de fluorescence des rayons X. Institut Algérien de la normalisation.

[3] Norme NA2187: Liants hydrauliques - Détermination de la chaux libre. Institut Algérien de la normalisation.

[4] Norme NA235: Liants hydrauliques - Détermination de la perte au feu. Institut Algérien de la normalisation.

[5] Jillavenkatesa A., Dapkunas SJ., Lum LSH., Particle Size Characterization, NIST Recommended Practice Guide, 2001.

[6] Norme NA2595: Granulats - Détermination de la masse volumique absolue des fines Institut Algérien de la normalisation.

[7] Norme NA229: Ciments – Détermination de la consistance normale. Algérien de la normalisation.

[8] Norme NA230: Ciments – Détermination du temps de prise. Institut Algérien de la normalisation.

[9] Norme NA232: Ciments – Détermination de l'expansion à chaud et à froid. Institut Algérien de la normalisation.

[10] Norme NA440 Ciment - Méthodes d'essais des ciments – Détermination du retrait et du gonflement. Institut Algérien de la normalisation.

[11] Norme NA234: Méthodes d'essais des ciments - Détermination des résistances mécaniques. Institut Algérien de la normalisation.

[12] Norme NA1966: Eau de gâchage pour bétons spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux de processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton. Institut Algérien de la normalisation.

CHAPITRE 4. CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES

La poudre de briques utilisée dans cette étude dispose d'une composition chimique qui lui permet, selon les normes Américaines et Indiennes, d'être considérée comme un matériau active. Cette importante propriété lui ouvert ainsi la porte pour une utilisation dans le domaine des ajouts cimentaires.

Par ailleurs, le dosage précis de matières premières et le contrôle de la cuisson, le clinker Portland répond à des critères précis qui lui procurent la réactivité optimale dans un domaine choisi. L'objectif du processus de cuisson est de transmettre à la matière à cuire, pour une qualité donnée du cru, la quantité de chaleur qui assure la qualité désirée du produit cuit en vue de fabriquer des ciments hydrauliques suivant les spécifications des normes en vigueur.

CHAPITRE 4. CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES

4.1. Introduction

La thématique de l'élaboration de nouveaux ciment à base d'ajouts naturels (pouzzolane, calcaire, etc.) ou de sous produits industriels (laitier, cendre volante, etc.) est un sujet très vaste qui couvre un grand nombre de travaux de recherches entreprises partout dans le monde. Cette partie expérimentale présente les résultats d'essais physiques, mécaniques et chimiques entrepris sur les matières premières utilisées en vue de la fabrication d'un nouveau ciment composé élaboré à base de poudres de briques. Cette première phase est essentielle pour la suite des travaux.

4.2. Caractéristiques des matières premières utilisées

4.2.1. Poudres de brisques

Les déchets proviennent de Bendjerrah de Guelma. Après transport, ils ont fait l'objet d'un broyage et d'une caractérisation complète.

4.2.1.1. Masses volumique et coefficient d'absorption

Les valeurs de ces deux caractéristiques physiques sont illustrées dans le tableau 4-1 et le tableau 4.2.

Tableau 4-1: Masses volumiques absolue et apparente de la brique utilisée

Masse volumique absolue (g/cm ³)	Masse volumique apparente (g/cm ³)
2.65	0.71

Les valeurs trouvées correspondent aux valeurs standards pour ce type de matériau.

Tableau 4-2: coefficient d'absorption d'eau de la brique utilisée

Coefficient d'absorption d'eau (%)
16.1

4.2.1.2. Composition chimique des déchets de brique

La composition chimique de la brique déterminée par fluorescence X, dont les résultats obtenus, présentés en tableau 4-3, mettent en évidence des pourcentages élevés en silice et en alumine avec un rapport:

$$\left(\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}\right) = 4.89 \quad \text{Eq. (4-1)}$$

Tableau 4-3: composition chimique des déchets de briques utilisés

Eléments	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
(%)	4.28	14.17	6.30	69.26	2.25	0.28	1.34	0.02	1.96

Commentaires:

Comme il fallait s'y attendre, on constate que notre brique est riche en silice et en alumine. Pour être utilisé comme, constituant secondaire actif, dans l'industrie du ciment, la poudre de briques doit répondre à certains critères chimiques. Ainsi et selon la norme Américaine STM-C-618 (1980) [1], les minéraux provenant de l'argile cuite doit répondre aux trois conditions suivantes:

- 1) La somme totale des trois oxydes **(%SiO₂) + (% Al₂O₃) + (% Fe₂O₃)** supérieure à 70%,
- 2) Le taux de dioxyde de soufre inférieur à 4%,
- 3) La perte au feu inférieur 10%.

Si les trois conditions citées précédemment sont vérifiées, le matériau sera déclaré "pozzolanique actif".

En accordance avec les trois critères de la norme ASTM-C-618 de 1998, les déchets de briques utilisés correspondent bien à un matériau pouzzolanique actif pour le béton. En effet:

- ❖ **(%SiO₂) + (% Al₂O₃) + (% Fe₂O₃) = 69.26 + 14.17 + 6.30 = 89.73% > 70%**
- ❖ **(%SO₃) = 0.02 < 4%**
- ❖ **P.A.F = 12.96 < 10%.**

Par ailleurs une deuxième norme Indienne [2] exige quant à elle, et ce afin d'assurer une bonne pouzzolanité les deux conditions suivantes:

- 1) La somme totale des deux oxydes **(%SiO₂) + (% Al₂O₃) > 50%**,
- 2) Le taux de **CaO** doit être inférieur à **10%**,

Concernant cette norme Indienne, l'on constate que ces deux conditions sont respectées, puisque:

$$\begin{aligned} (\% \text{SiO}_2) + (\% \text{Al}_2\text{O}_3) &= 69.26 + 14.17 = 83.43 > 50\%, \\ (\% \text{CaO}) &= 4.28\% < 10\% \end{aligned}$$

Ainsi, les résultats de l'analyse chimique confirment bien le caractère pouzzolanique des produits rouges, et les résultats obtenus répondent aux deux normes Américaine et Indienne.

Par ailleurs, en comparant la composition chimique obtenue avec celle d'une autre briqueterie implantée à Timgad, on peut remarquer une présence des taux d'oxydes nettement plus importants dans la poudre de briques de Bendjerrah, comme l'atteste les résultats du tableau suivant:

Tableau 4-4: composition chimique des déchets de briques des briqueteries Bendjerrah et de Timgad

Eléments	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
(%) Bendjerrah	4.28	14.17	6.30	69.26	2.25	0.28	1.34	0.02	1.96
(%) Timgad	12.88	16.61	6.22	53.78	2.20	0.87	2.13	0.65	//

4.2.1.3. Granulométrie laser de la poudre de brique utilisée

Tableau 4-5: paramètres physiques de la poudre de brique utilisée.

Surface spécifique m ² /g	Répartition granulométrique		
	D ₅₀	D ₁₀	D ₉₀
2.57	3.584	0.801	13.624

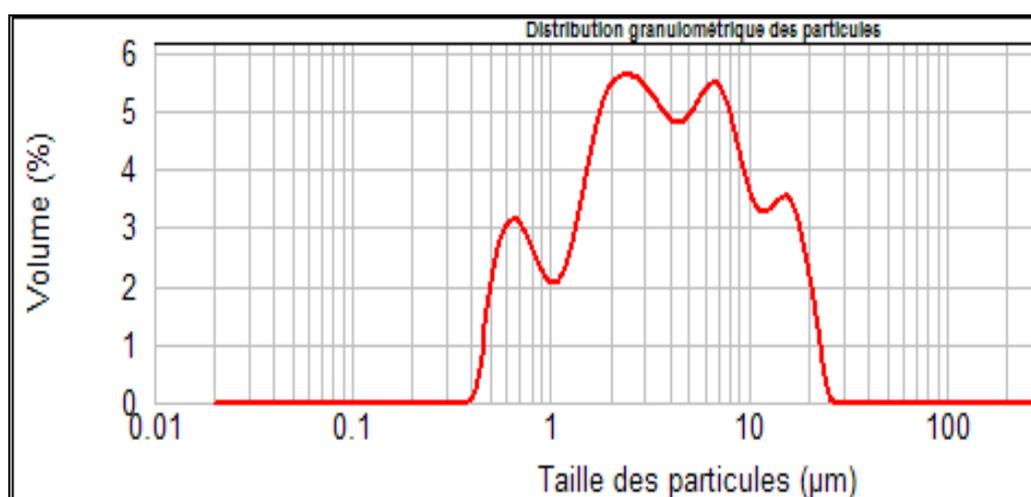


Figure 4-1: granulométrie laser de la brique utilisée

La répartition granulométrique des déchets de brique (figure 4-1) comporte quatre populations : la première population avec une famille de grains dont le diamètre moyen est centré sur 0,65µm, la deuxième et la troisième population, les plus importantes, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 2,5µm et 6,5µm respectivement, la quatrième comporte des grains dont le diamètre est compris entre 10 et 25µm.

Tableau 4-6: granulométrie laser de la poudre de brique utilisée

Taille (µm)	Volume en %										
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	1.53	7.096	4.01	50.238	0.00	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	1.72	7.962	3.59	56.368	0.00	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	2.20	8.934	3.04	63.246	0.00	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	2.85	10.024	2.60	70.963	0.00	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	3.49	11.247	2.46	79.621	0.00	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	3.94	12.619	2.54	89.337	0.00	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	4.17	14.159	2.66	100.237	0.00	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	4.22	15.887	2.56	112.468	0.00	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	4.19	17.825	2.56	126.191	0.00	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	4.09	20.000	2.07	141.589	0.00	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.19	3.170	3.92	22.440	1.38	158.866	0.00	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	1.04	3.557	3.72	25.179	0.46	178.250	0.00	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	1.83	3.991	3.61	28.251	0.00	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	2.26	4.477	3.62	31.698	0.00	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	2.36	5.024	3.77	35.566	0.00	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	2.21	5.637	4.00	39.905	0.00	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	1.91	6.325	4.14	44.774	0.00	316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	1.63	7.096		50.238	0.00	355.656	0.00		

4.2.1.4. Diffraction des rayons X de la poudre de briques

La figure 4-2 représente le diffractogramme des rayons X de la poudre de briques utilisées dans cette recherche.

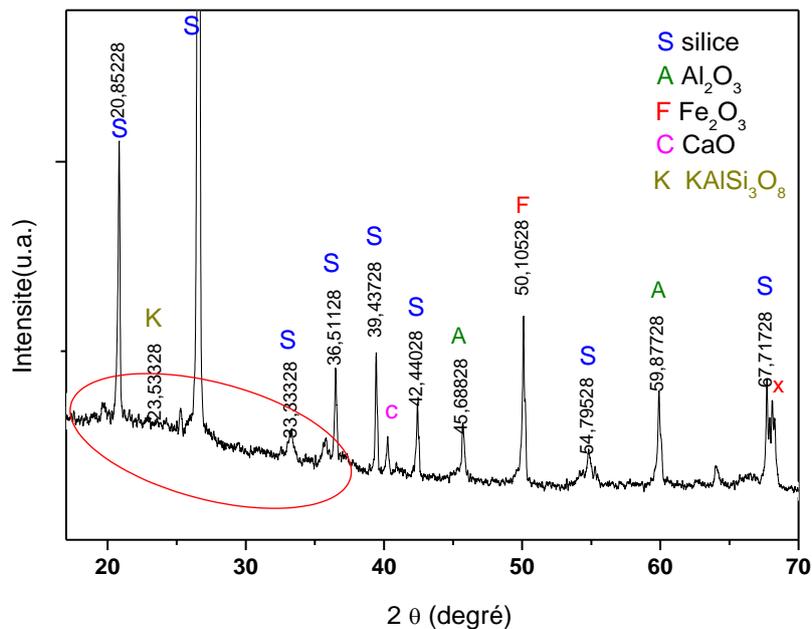


Figure 4-2: diffractogramme de rayons X des déchets de briques utilisés

Ce diffractogramme fait apparaître clairement selon les fiches ASTM [3]:

- La phase majoritaire représentée par la silice (SiO_2) dont les pics sont situés à:
 $2\theta = 20.81^\circ, 26.60^\circ, 33.55^\circ, 36.50^\circ, 39.44^\circ, 42.43^\circ, 67.76^\circ, 68.16^\circ$ et à $2\theta = 69.26^\circ$,
- L'alumine (Al_2O_3) dont les raies sont situées à:
 $2\theta = 14.17^\circ, 59.67^\circ$ et 68.26° ,
- L'oxyde de fer (Fe_2O_3) dont les raies sont à:
 $2\theta = 6.30^\circ$ et à $2\theta = 49.96^\circ$,
- L'orthoclase (KAlSi_3O_8) est détecté à :
 $2\theta = 23.53$
- La chaux (CaO) dont la raie est également détectée à:
 $2\theta = 39.50$

Enfin entre 17 et 40° , on observe la formation d'une phase amorphe qui apparait sous forme d'un halo.

4.2.1.5. Spectre IR-TF de la brique

Le spectre IR-TF de la brique représenté dans la figure 4-3 est caractérisé par la présence de la bande à 1086cm^{-1} qui caractérise la silice amorphe [4], une autre bande à 3525cm^{-1} attribuée à la vibration de la liaison (O-H) [5], des bandes observées à $796, 778$ et 693cm^{-1} sont due à la vibration des liaisons (Si-O) du quartz [5], finalement une bande à 462cm^{-1} est due à la vibration de la liaison de déformation du (Si-O-Si) [6].

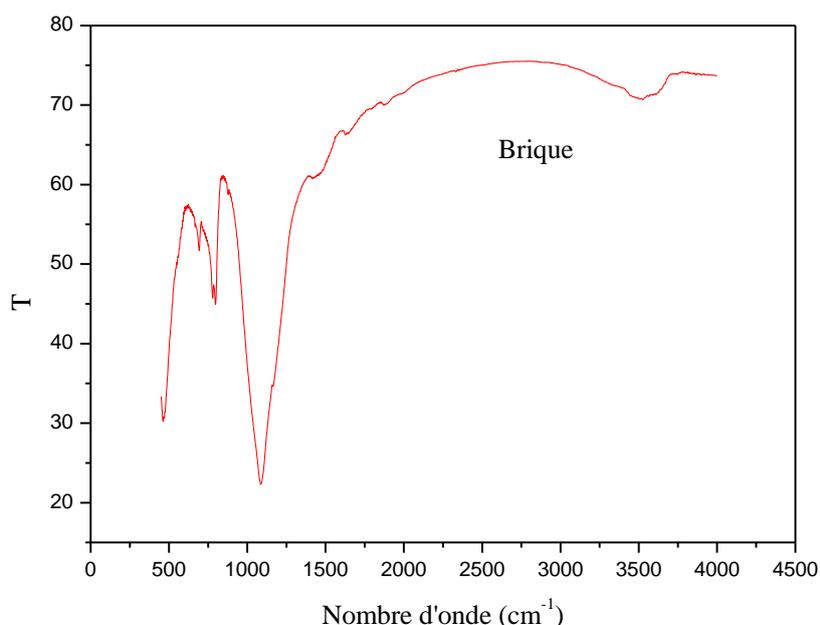


Figure 4-3: spectre IR-TF des déchets de briques utilisés

Les résultats acquis suite à la caractérisation du nouveau ajout, permettent de conclure que:

- ✓ La brique utilisée dans cette étude dispose d'une composition chimique qui selon la quelle la brique est classée comme ajout de lui offre des propriétés pouzzolaniques actives.
- ✓ La répartition granulométrique indique que la surface spécifique de la brique est plus élevée que la celle du clinker en plus la brique a la plus forte proportion en petits grains ($< 1\mu\text{m}$) et possède le diamètre moyen le plus faible; Ces caractéristiques physiques favorisent l'activation des propriétés pouzzolaniques de cet ajout.
- ✓ La détection de la phase amorphe dans la brique indique que l'argile a subi une cuisson suffisante (destruction des liaisons cristalline).

4.2.2. Caractérisation du gypse

Pour régulariser la prise du ciment, 5% de gypse naturel ($\text{CaSO}_4, \text{H}_2\text{O}$) de la carrière d'Ain M'lila a été rajouté au clinker et à la poudre de brique. Sa masse volumique absolue est de $2,91\text{g/cm}^3$.

4.2.2.1. Composition chimique du gypse

La composition chimique en oxydes déterminée par fluorescence X du gypse utilisé est consignée dans le tableau 4-7.

Tableau 4-7: composition chimique du gypse utilisé

Eléments	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O ₃	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
(%)	29.33	6.53	1.11	6.47	2.61	0.00	0.40	35.90	17.50

4.2.2.2. Diffraction des rayons X du gypse

La figure 4-4 représente le diffractogramme des rayons X du gypse utilisé dans la présente étude.

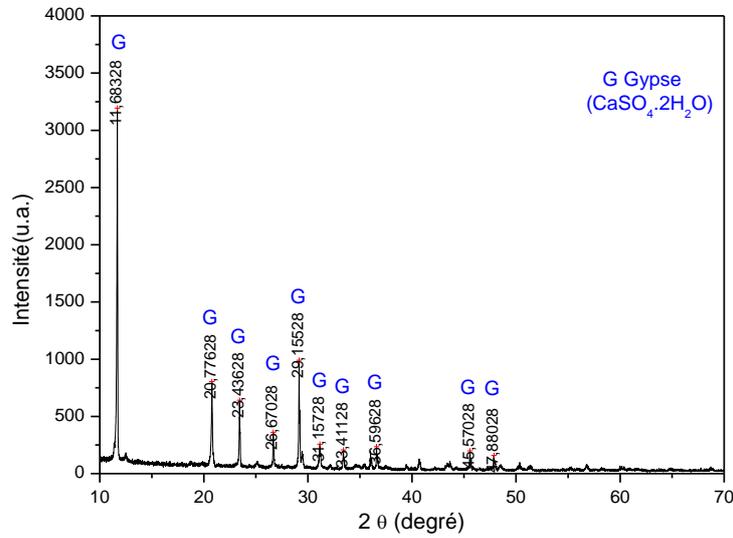


Figure 4-4: diffractogramme de rayons X du gypse utilisé.

Ce diffractogramme fait apparaître le gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dont les raies sont selon [3] à

$$2\theta = 11.68^\circ, 20.77^\circ, 23.43^\circ, 26.67^\circ, 29.15^\circ, 31.15^\circ, 33.41^\circ, 46.59^\circ, \text{ et à } 2\theta = 47.88$$

4.2.2.3. Spectre IR-TF du Gypse

Le spectre IR-TF du gypse utilisé est représenté dans la figure 4-5.

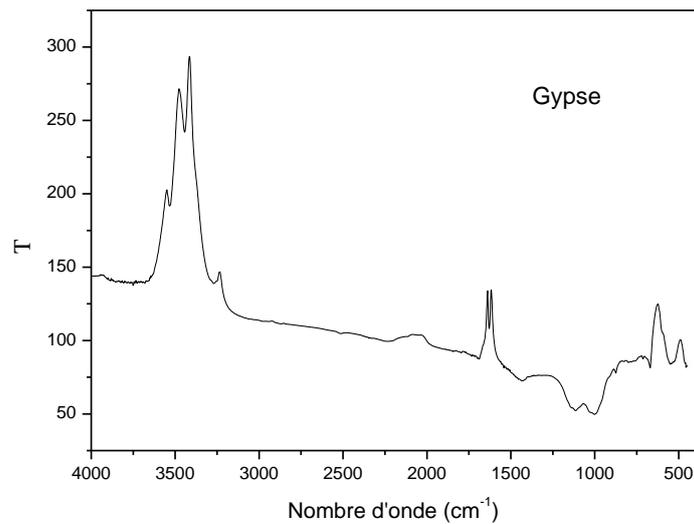


Figure 4-5: spectre IR-TF du gypse utilisé

Les vibrations d'élongation est de la déformation de la molécule d'eau dans le spectre IR-TF de gypse sont observées à 3750, 3533, 3443, et 3270 cm^{-1} et à 1688, 1628 cm^{-1} respectivement [6, 7]. La bande à 1434 cm^{-1} caractérise le CO_3 [7]. Les bandes de carbonate apparus à 874 cm^{-1} , 712 et 699 cm^{-1} sont due à la vibration de la liaison de déformation dans le plan ($\nu_2\text{CO}_3^{-2}$) et la vibration de déformation hors plan ($\nu_4\text{CO}_3^{-2}$), respectivement [8], la bande à 1114 cm^{-1} est due à la vibration d'élongation asymétrique de ($\nu_3\text{SO}_4^{-2}$) du groupe de sulfates [6, 7].

4.2.3. Caractérisation du clinker

4.2.3.1. Caractéristiques des matières premières utilisées dans la fabrication du clinker

Le clinker portland est obtenu par la cuisson des matières premières qui apportent de la chaux, de la silice, de l'alumine et de l'oxyde de fer. Les matières premières que nous avons utilisées pour la fabrication du clinker sont :

- **Le calcaire**

Dans le mélange des matières premières, le calcaire représente 78.5% du mélange du cru. Le calcaire utilisé dans la présente étude est extrait de la carrière Djbel Safia (wilaya de Skikda). Sa composition en oxyde déterminée par fluorescence X est présentée dans le tableau 4-8. On remarque que notre calcaire est riche en oxyde de calcium avec une perte au feu de l'ordre de 42,7%.

Tableau 4-8: composition en oxyde du calcaire utilisé

Elément (%)	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
Calcaire	55.0	0.22	0.13	1.0	0.79	0.04	0.06	0.015	42.70

- **L'argile**

Selon l'importance dans la fabrication du ciment portland, l'argile occupe la deuxième place après le calcaire. Elle est le produit d'altération des aluminosilicates alcalins et alcalinoterreux. L'argile utilisée en raison de 17% du mélange est extraite de la carrière d'Oued El-Kebir (wilaya de Skikda). Sa composition chimique set donnée dans le tableau 4-9.

Tableau 4-9 : composition en oxyde de l'argile utilisée

Elément (%)	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
Argile	0.66	13.80	6.87	56.84	1.66	0.66	2.44	0.48	9.53

L'argile utilisée est essentiellement composée de silice, de l'alumine et de l'oxyde de fer.

▪ Adjuvants corrigéant

Ils sont ajoutés au mélange de matières premières dans le cas où la composition chimique n'est celle voulue. Comme dans notre cas, l'argile utilisée est une argile pauvre en silice et en fer, pour cette raison, on ajoute au mélange (calcaire et argile) du sable et du minerai de fer.

✓ Le sable

Le sable utilisé est extrait de la carrière Kef Fatma (Ben Azouz wilaya de Skikda). Il représente 3,3% du mélange cru. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 4-10. Ce sable comme le montre le tableau est très riche en silice (92.43%).

Tableau 4-10 : composition en oxyde du sable utilisé

Elément (%)	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
Sable	3.47	1.15	0.70	92.43	0.30	0.09	0.30	0.30	0.47

✓ Le minerai de fer

Pour corriger le mélange cru en terme de l'oxyde de fer, 1.2% du minerai de fer est ajouté. Il est extrait de El'Ouenza (wilaya de Tebessa). Sa composition chimique est représentée dans le tableau 4-11.

Tableau 4-11: composition en oxyde du minerai de fer utilisé

Elément (%)	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P.A.F
Minerai de fer	1.35	11.74	53.0	25.43	0.41	0.08	0.82	0.11	6.55

▪ Le mélange cru

Le cru est le mélange homogène, dans les bonnes proportions des quatre oxydes non combinés destiné à être introduit dans le four. Sa composition chimique en oxyde détermine la composition minéralogique du clinker et donc son hydraulité, c'est-à-dire sa capacité à réagir avec l'eau [9].

Par ailleurs, la longue pratique industrielle de fabrication du clinker portland a permis de fixer les limites de variation des différents indices (Module hydraulique de Michaelis, Module silicique de Kühl, Module aluminoferrique de Kühl, etc.). Ces indices, dont certains seront développés un peu plus loin sont en règle générale préférés aux critères de composition chimique classiques car ils offrent l'avantage d'exprimer les plus importants critères chimiques sous la forme d'un ratio. Notons que

selon les affirmations des professionnelles de l'industrie cimentaire, Il n'y a pas de formule idéale ou de formule universelle pour le clinker.

La composition du ciment Portland varie d'une cimenterie à l'autre principalement à cause des spécifications locales du ciment et de la composition chimique et minéralogique des matières premières de l'usine.

Calcul de certains indices caractéristiques du clinker:

Pour avoir une bonne composition chimique du cru dépendant de la composition chimique de chaque matière et pour limiter les quantités des impuretés, on fait une optimisation chimique à l'aide des quatre module suivants:

- **Module de saturation en chaux :**

Ce module détermine la quantité de chaux nécessaire pour saturer les trois oxydes (SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3). Il exprime le rapport entre la chaux présente dans le mélange et la quantité de chaux qui peut être liée dans le clinker. Le standard de chaux permet de connaître le comportement du mélange à la cuisson et de prévoir la qualité du ciment. Plus le standard de chaux est élevé, plus les résistances du ciment le seront aussi, et plus la cuisson sera difficile et nécessitera un accroissement de la consommation calorifique nécessaire à la cuisson. Par ailleurs, un standard en chaux élevé influe négativement sur la stabilité de volume du ciment hydraté (teneur en chaux libre).

- ✓ **Module de saturation de Kühl : compris entre 0.85 et 1.**

$$LSF = \frac{CaO}{2.8 SiO_2 + 1.1 Al_2O_3 + 0.7 Fe_2O_3} \quad \text{Eq. (4-2)}$$

$$LSF = \frac{66,81}{2.8 \times 21.56 + 1,1 \times 5.82 + 0.7 \times 2.92} = 0.97$$

- ✓ **Module de saturation de Lea Parker : compris entre 0.85 et 1**

$$LSF = \frac{CaO}{2.8SiO_2 + 1.18Al_2O_3 + 0.65Fe_2O_3} \quad \text{Eq. (4-3)}$$

$$LSI = \frac{66,81}{2.8 \times 21.6 + 1.18 \times 5,82 + 0.65 \times 2.92} = 0,97$$

- **Le module hydraulique**

- ✓ **Module hydraulique de Michaelis : compris entre 1.7 et 2.3.**

$$HM = \frac{CaO}{SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3} \quad \text{Eq. (4-4)}$$

$$HM = \frac{66,81}{21,56 + 5,82 + 2,92} = 2,2$$

- **Module silicique :**

Les professionnels de la filière du ciment ont constaté qu'une valeur élevée correspond à une valeur élevée de silice au détriment des agents fondants. Alors qu'une valeur faible provoque un croûtage excessif dans la zone de clinkérisation et nuit à la bonne marche du four.

- ✓ **Module silicique de Kühl : compris entre 1.9 et 3.2.**

$$SM = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3} \quad \text{Eq. (4-5)}$$

$$SM = \frac{21,56}{5,82 + 2,92} = 2,47$$

- **Module aluminoferrique de Kühl : compris entre 1.5 et 2.5.**

$$TM = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3} \quad \text{Eq. (4-6)}$$

$$TM = \frac{5,82}{2,92} = 1,99$$

Après dosage, vérification des différents modules et homogénéisation des matières premières, on a obtenu la farine de cru dont la composition chimique est donnée dans le tableau 4-12.

Tableau 4-12: composition chimique de la farine (mélange cru) utilisé

Elément (%)	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃
Farine de cru	42.95	3.93	1.90	13.94	0.98	0.26	0.46	0.01

4.2.3.2. Technique utilisée pour la fabrication du clinker

Le clinker a été fabriqué au niveau de la cimenterie de Hadjar Soud, dont l'usine est implantée dans la Wilaya de Skikda, par la technique dite de la voie sèche. Dans cette technique les constituants sont concassés, échantillonnés, déversés dans des halls de pré-homogénéisation de façon à reconstituer une «carrière artificielle». Elles sont reprises afin d'être transformées en poudre sèche dans des broyeurs sécheurs puis parfaitement homogénéisées. La poudre obtenue passe ensuite dans des fours le plus souvent constitués de deux parties : une partie verticale (préchauffer) où elle se décarbonate et arrive ainsi vers 1000°C dans un four rotatif court (60 à 80 mètres de longueur).

A titre d'exemple un four de 4mètres de diamètre et 70mètres de longueur a une production de 2500 tonnes/jours. Il existe des fours capables de produire jusqu'à 8000 tonnes de clinker par jour. Ce procédé est économique et consomme une énergie de l'ordre de 800 à 900kcal/kg de clinker; soit environ 40% de moins que le procédé par voie humide (figure 4-6).

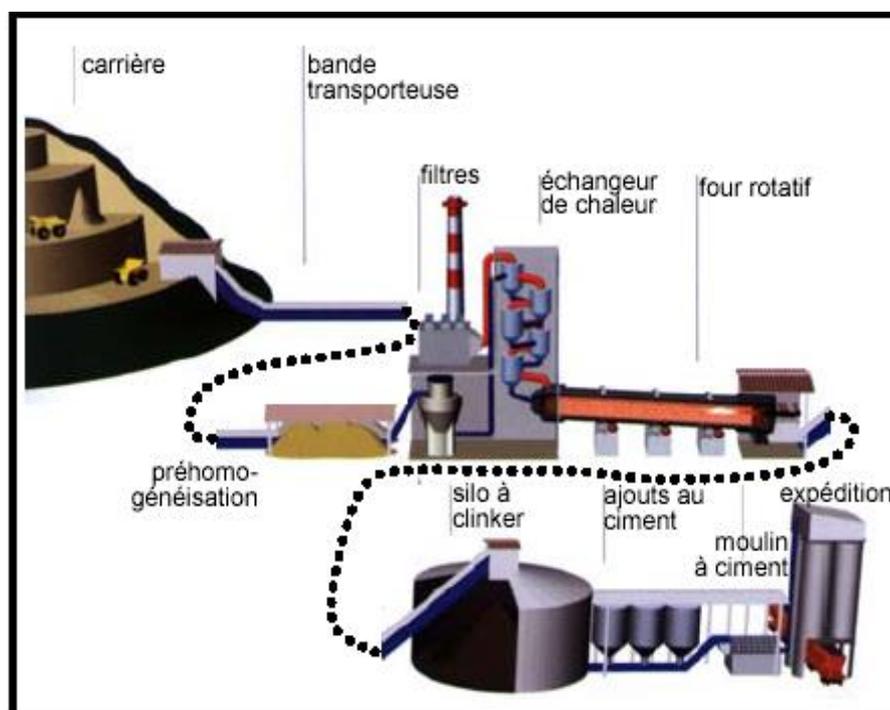


Figure 4-6: processus de fabrication du ciment par voie sèche

4.2.3.3. Critères chimiques et minéralogiques du clinker

Dans le four, le mélange cru après séchage et décarbonatation arrive sous la forme de poudre ou de petites granules dans la zone de cuisson. Les réactions chimiques commencent sous l'effet de la température. L'oxyde de fer se combine à l'oxyde d'aluminium et à l'oxyde de calcium pour former l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF). L'alumine restante réagit avec de l'oxyde de calcium pour former l'aluminate tricalcique (C_3A). Ces deux composants forment la phase liquide. Les oxydes de silicium et de calcium réagissent ensemble pour former le silicate bicalcique (C_2S) qui, lui-même, se transforme en silicate tricalcique tant qu'il reste de l'oxyde de calcium non combiné. A la sortie du four, l'oxyde de calcium non combiné s'appelle chaux libre.

La magnésie ne réagit pas avec les autres constituants. Elle cristallise sous forme de périclase ou reste en solution solide dans la phase liquide. Les alcalis et les sulfates forment 51% des sulfates alcalins ou réagissent avec l'aluminate tricalcique pour donner des cristaux d'alcali aluminate. Les métaux lourds peuvent remplacer le fer dans certains cristaux. Une variation des constituants principaux (oxydes de calcium, de silicium, de fer et d'aluminium) ou des éléments mineurs et secondaires (alcalis, sulfate, titane, phosphate, fluor, ...) modifie d'une part l'aptitude à la cuisson du mélange cru et d'autre part les caractéristiques hydrauliques du clinker produit.

4.2.3.4. Masses volumique du clinker obtenu

Une fois élaboré, nous avons procédé aux essais de caractérisation sur le clinker obtenu. Les valeurs des masses volumiques absolue et apparente du clinker sont représentées dans le tableau 4-13.

Tableau 4-13: masses volumiques absolue et apparente de la brique utilisée

Masse volumique absolue (g/cm ³)	Masse volumique apparente (g/cm ³)
3.38	0.99

4.2.3.5. Composition chimique du clinker

Le tableau 4-14 expose la composition en oxydes du clinker, composition déterminée par fluorescence X.

Tableau 4-14: composition chimique du clinker

Oxydes	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	CaO _{libre}
(%)	66.81	5.82	2.92	21.56	0.62	0.28	0.68	0.18	1.00

4.2.3.6 Granulométrie laser du clinker

L'analyse granulométrique laser permet d'établir la répartition granulométrique d'une poudre, très bon indicateur de la réactivité. Nous retiendrons comme valeurs significatives le diamètre moyen D50, qui correspond au diamètre pour lequel 50% des grains (en volume) ont un diamètre inférieur.

Le tableau 4-15 résume les paramètres physiques du clinker utilisé dans la présente étude à savoir : la surface spécifique, la répartition granulométrique et les masses volumiques.

Tableau 4-15: paramètres physiques du clinker utilisé

Surface spécifique m ² /g	Répartition granulométrique		
	D ₅₀	D ₁₀	D ₉₀
0,509	17.92	5.64	59.54

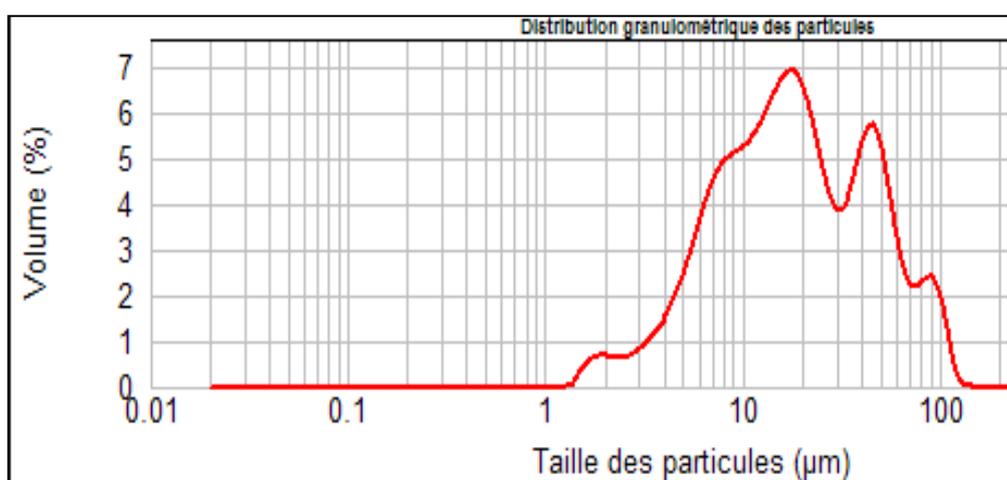


Figure 4-7: granulométrie laser du clinker utilisé

La répartition granulométrique du clinker se répartit selon quatre populations (figure 4-7): la première population avec une famille de grains dont le diamètre est inférieur à 2µm, la deuxième et la troisième population, les plus importantes, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 20 et 45 µm respectivement, la quatrième comporte des grains dont le diamètre est compris entre 70 et 120 µm.

Tableau 4-16: granulométrie laser du clinker utilisé

Taille (µm)	Volume en %										
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	3.53	50.238	3.69	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	3.76	56.368	2.70	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.01	8.934	3.88	63.246	1.89	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.05	10.024	4.00	70.963	1.64	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.46	11.247	4.23	79.621	1.78	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.51	12.619	4.56	89.337	1.78	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.50	14.159	4.91	100.237	1.25	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.48	15.887	5.16	112.468	0.35	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.52	17.825	5.14	126.191	0.02	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.63	20.000	4.75	141.589	0.00	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.79	22.440	4.05	158.866	0.00	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.98	25.179	3.33	178.250	0.00	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	1.23	28.251	2.92	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	1.58	31.698	3.00	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	2.05	35.566	3.52	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	2.59	39.906	4.14	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	3.13	44.774	4.30	316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	3.13	50.238	4.30	355.656	0.00		

4.2.3.7 Spectre IR-TF du clinker

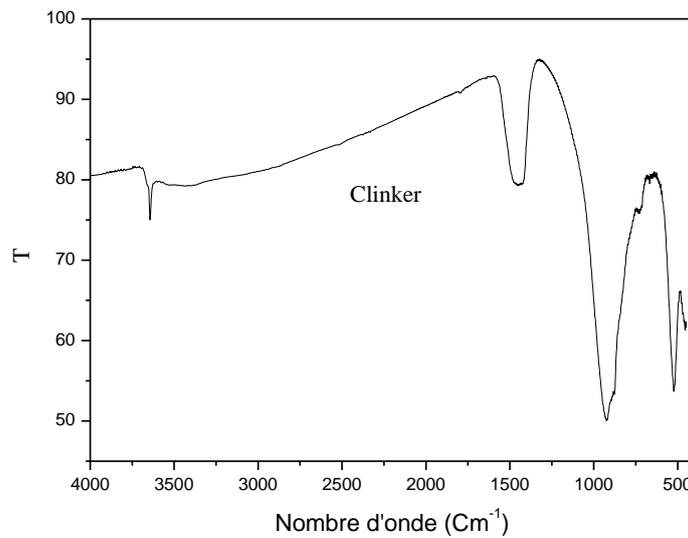


Figure 4-8: spectre IR-TF du clinker

Les bandes dans la poudre du clinker sont:

La bande à 3643cm⁻¹ indique la présence des traces d'eau, la bande de carbonate à 1454cm⁻¹ est due à la réaction du CO₂ de l'atmosphère avec le hydroxyde de calcium [3], autres bandes à 924cm⁻¹ et 522cm⁻¹ sont due respectivement aux vibrations d'élongation asymétrique (ν₃) et de déformation hors plan (ν₄) de la liaison Si-O des silicates [3].

Tableau 4-17: étendue de la composition chimique du clinker

	Valeur trouvée	Valeur minimale	Valeur maximale
Perte au feu	//	0.2	1.1
SiO ₂	21.56	20	24.3
Al ₂ O ₃	5.82	3.7	7.1
Fe ₂ O ₃	2.92	1.7	5.7
CaO	66.81	61	68.9
MgO	0.62	1.7	4
SO ₃	0.18	0.05	1.3
K ₂ O	0.68	0.05	1.4
Na ₂ O	0.28	0.05	0.7
CaO libre	1	0.6	2.8

4.2.3.8 Composition minéralogique du clinker obtenu

A partir des teneurs en oxydes contenus dans le clinker, la composition minéralogique potentielle de notre clinker a été déterminée en utilisant les formules de BOGUE (utilisées mondialement pour calculer la composition minéralogique d'un clinker ou d'un ciment portland) qui permettent de calculer avec une bonne approximation, les proportions théoriques des différents composés minéralogiques d'un clinker à partir de sa composition en oxydes. Ces formules sont exprimées par les quatre équations suivantes [9]:

$$C_3S = 4.0710.C - 7.6024.S - 6.7181.A - 1.4297.F \quad \text{Eq. (4-7)}$$

$$C_2S = 8.6024.S + 1.0785.F + 5.06863.A - 3.0710.C \quad \text{Eq. (4-8)}$$

$$C_3A = 2.6504.A - 1.6920.F \quad \text{Eq. (4-9)}$$

$$C_4AF = 3.0432.F \quad \text{Eq. (4-10)}$$

Après calcul, on aboutit ainsi à la composition minéralogique suivante:

Tableau 4-18: composition minéralogique du clinker

C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
60	16	10	9

Les quatre phases minérales à savoir les silicates tricalciques, les silicates dicalciques, les aluminates tricalciques et les aluminoferrite tétracalciques représentent environ 95% de la masse du clinker. Par ailleurs les deux phases silicatées (C₂S, C₃S), qui assurent les propriétés liantes du ciment, sont

présentes dans une proportion de 76%, valeur supérieure au seuil minimal préconisé par la norme NA233 [10] qui est de 66%. Enfin, l'étendue ainsi que la moyenne des constituants du clinker, pour les ciments composés sont représentées à travers le tableau suivant:

Tableau 4-19: étendue et moyennes pour les ciments composés courants

Composition minéralogique de clinker				
		Minimum	Maximum	Trouvée
Alite	C_3S	45	79.7	60
Bélite	C_2S	5.7	29.8	16
Aluminate	C_3A	1.1	14.9	10
Aluminoferrite	C_4AF	2	16.5	9
Périclase	MgO	0	5.8	0.62
Chaux libre	CaO	0.6	2.8	1.0

Ces composants minéralogiques sont accompagnés d'éléments mineurs tels que chaux libre (CaO libre), périclase (MgO), alcalis, métaux lourds, etc, qui influencent la qualité du clinker produit.

4.2.3.9. Diffraction des rayons X du clinker

La figure 4-9 présente les diffractogrammes de diffraction des rayons X du clinker. Le diffractogramme obtenu permet d'estimer la composition minéralogique de ce dernier. On constat que notre clinker est composé majoritairement selon [3] de :

- ❖ la phase silicate sous forme des silicates tricalciques et des silicates bicalciques C_3S et C_2S respectivement.
 - Les pics de la phase cristalline du silicate tricalcique C_3S apparaissent à :

$$2.\theta = 15.19^\circ, 29.40^\circ, 32.20^\circ, 34.33^\circ, 51.72^\circ, 62.35^\circ,$$
 - Les pics correspondant au silicate bicalcique C_2S apparaissent à:

$$2.\theta = 22.94^\circ, 26.05^\circ, 36.72^\circ, 38.76^\circ, 41.27^\circ, 44.12^\circ, 49.83^\circ, 59.94^\circ, \text{ et } 63.69^\circ.$$
- ❖ La phase aluminate sous la forme des aluminates tricalciques et des aluminoferrites tétracalciques C_3A et C_4AF respectivement est également détectée.
 - Les pics de la phase Aluminate tricalcique C_3A sont détectés à:

$$2.\theta = 17.48^\circ, 20.04^\circ, 21.09^\circ, 26.69^\circ, 45.82^\circ, 56.52^\circ, 59.02^\circ, 65.27 \text{ et } 69.70^\circ,$$
 - Les pics de la phase ferrite C_4AF sont détectée à :

$$2.\theta = 47.29^\circ, 67.31^\circ.$$
 - Formation d'une phase amorphe observée entre 0 et 25°.

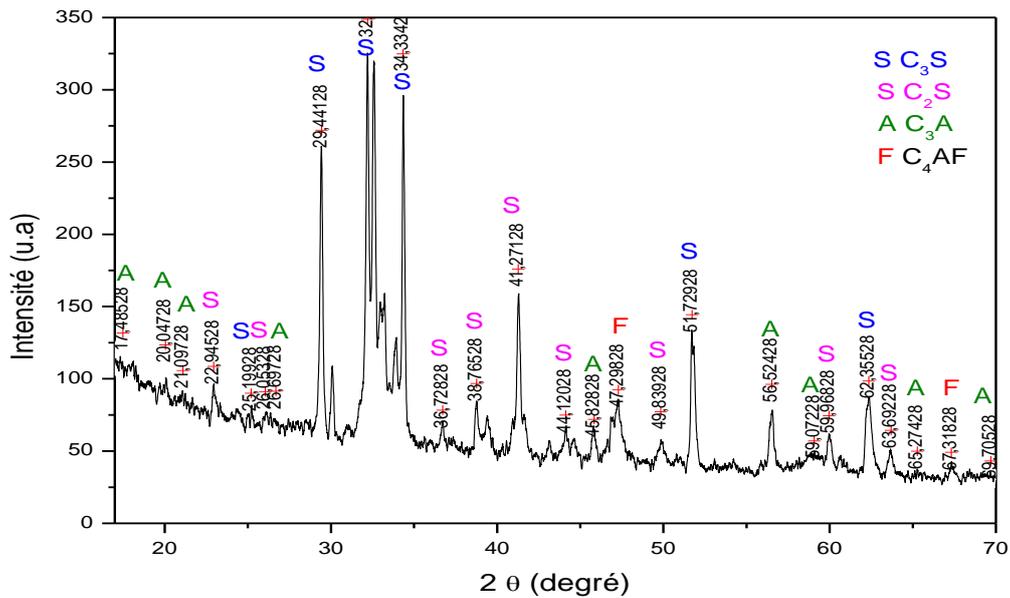


Figure 4-9: diffractogramme des rayons X du clinker élaboré

4.3. Analyses

La longue pratique industrielle de fabrication du clinker portland a fixé les limites de variation des différents indices. Ces indices sont en règle générale préférés aux critères de composition chimique car ils offrent l'avantage d'exprimer les plus importants critères chimiques sous la forme d'un ratio. Il n'y a pas de formule idéale ou de formule universelle pour le clinker. La composition du ciment portland varie d'une cimenterie à l'autre principalement à cause des spécifications locales du ciment et de la composition chimique et minéralogique des matières premières de l'usine. Chaque fabrication est un cas particulier et produit un clinker unique.

4.4. Conclusions

Ces essais d'identification sont complémentaires, ils permettent d'expliquer et d'analyser les résultats obtenus lors d'autres essais. Par exemple, la granulométrie, la composition minéralogique et chimiques, et les imageries microscopiques (MEB) contribuent dans la compréhension des résultats des essais.

Par le dosage précis de matières premières et le contrôle de la cuisson, le clinker Portland répond à des critères précis qui lui procurent la réactivité optimale dans un domaine choisi. L'objectif du processus de cuisson est de transmettre à la matière à cuire, pour une qualité donnée du cru, la quantité de chaleur qui assure la qualité désirée du produit cuit en vue de fabriquer des ciments hydrauliques suivant les spécifications des normes en vigueur.

- minimisant les coûts de production
- optimisant le débit du produit de cuisson
- minimisant la dépense d'énergie
- minimisant les variations de qualité.

Les principaux résultats acquis à travers cette expérimentale sont :

- La brique utilisée dans cette étude dispose d'une composition chimique qui selon la quelle la brique est classée comme ajout de lui offre des propriétés pouzzolanique actives.
- La répartition granulométrique indique que la surface spécifique de la brique est plus élevée que la celle du clinker en plus la brique a la plus forte proportion en petits grains ($< 1\mu\text{m}$) et possède le diamètre moyen le plus faible; Ces caractéristiques physiques favorisent l'activation des propriétés pouzzolanique de cet ajout.
- La détection de la phase amorphe dans la brique indique que l'argile a subi une cuisson suffisante (destruction des liaisons cristalline).
- D'après le diffractogramme de rayons X du gypse, on peut conclure que le gypse extrait de la carrière de Ain M'lila est un gypse pur.

Cette caractérisation est très importante pour la suite de nos travaux de recherche.

Références bibliographiques du quatrième chapitre

- [1] American Society for Testing and Materials, ASTM C-618: Specification for Flyash and raw or calcined natural pozzolan for use as mineral admixture in Portland cement concrete. American Society for Testing and Materials 1998.
- [2] Samet B., Mnif T., Chaabouni M., Use of kaolinitic clay as a pozzolanic material for cements: Formulation of blended cement. *Cement and Concrete Composites*. 29 (2007) 741-749.
- [3] JCPDS- International centre for diffraction data. PCPDFWIN. v 1.30. 1997.
- [4] Chakchouk A., Trifi L., Samet B., Bouaziz S., Formulation of blended cement: Effect of process variables on clay pozzolanic activity. *Construction and Building Materials* N°23 (2009) 1365-1373.
- [5] Ylme'n R., and Jaglid U., Steenari B.M., Panas.I., Early hydration and setting of Portland cement monitored by IR, SEM and Vicat techniques. *Cement and Concrete Reseache* . 39 (2009) 433-439.
- [6] Sheikh, Barua. X-RAY diffraction and FTIR of bricks. *Indian journal of pure & applied physics*, 51(2013) 745-748.
- [7] Thiruppathi K., Barathan S., Anandhan N., Sivakumar G., Effect of Fly Ash and Water in Hydrated Srpc-A Ftir Study. *Applied Physics Research*. 1 (2) (2009) 59-67.
- [8] Ylme'n R., and Jaglid U., Carbonation of Portland cement studied by diffuse reflection Fourier transform Infrared spectroscopy. *International Journal of Concrete Structures and Materials*. 7 (2) (2013) 119-125.
- [9] Baron J., Ollevier J.P., *Les bétons bases et données pour leur formulation*, Editions Eyrolles. Paris (1997).
- [10] Norme NA233., *Ciment - Détermination de la silice*. Editées par l'institut Algérien de la normalisation.

CHAPITRE 5. CARACTERISATION DES CEMENTS ELABORES

Dans ce cinquième et dernier chapitre, l'influence de la substitution d'une partie du clinker par les déchets de brique dans le ciment sur ces principales propriétés sera étudiée. Les résultats des différents essais de caractérisation seront représentés, discutés et comparés avec l'échantillon de référence (ciment sans ajout), à savoir, la caractérisation chimique, physique, mécanique et minéralogique. Les résultats obtenus ont permis l'élaboration d'une fiche technique d'un nouveau ciment composé.

CHAPITRE 5. CARACTERISATION DES CEMENTS ELABORES

5.1. Introduction

Dans ce cinquième et dernier chapitre, l'influence de la substitution d'une partie du clinker par de la poudre obtenues par broyage de déchets de brique dans le ciment sur ces principales propriétés, sera étudiée. Les résultats des différents essais de caractérisation seront présentés, discutés et comparés avec l'échantillon de référence (ciment sans ajout), à savoir, la caractérisation chimique, physique, mécanique et minéralogique. L'examen des recherches scientifiques sur le sujet nous permettra de définir l'état actuel de la connaissance et le point de départ de notre travail. La terminologie adoptée dans ce travail est également décrite.

5.1.1. Présentation de la cimenterie de Hadjar Soud [1]

L'élaboration des ciments s'est faite au niveau de la cimenterie de Hadjar Soud (figure 5-1). L'usine utilise la technique par voie sèche pour la fabrication de ses produits.



Figure 5-1: photo de la cimenterie de Hadjar Soud (SCHS)

La société des ciments de Hadjar Soud (SCHS) du groupe GICA de capital social de 1550 000 000 DA, à partir du 01 février 2008 a rentré en partenariat avec le partenaire social Italien BUZZI-UNICEM d'un pourcentage de 35%, le groupe GICA est majoritaire de 65%.

La cimenterie de Hadjar Soud est située sur l'axe de la route N°44 reliant Annaba - Constantine et Skikda, soit à 50km d'Annaba. La cimenterie fait partie de la commune de Bekkouche Lakhdar, Daira de Ben Azzouz (Wilaya de Skikda). La superficie de l'assiette du terrain de la cimenterie est de 29ha 52a. Elle longe la ligne du chemin de fer à laquelle elle est raccordée par un tronçon de voie interne.

► La cimenterie est opérationnelle depuis 1973 intègre dans sa globalité le processus de production du ciment : Gisements de matières premières,

► Transport - Production de clinker et ciment- stockage - Expédition,

► La cimenterie est constituée de deux lignes de fabrication avec une capacité contractuelle de production de 900000 tonnes.

La première ligne démarrée en 1973 avec une capacité de production de 1250 tonnes de clinker par jour.

La deuxième ligne est entrée en service en 1975 avec une capacité de production de 1800 tonnes de clinker par jours.

Approvisionnement en matières premières :

► La carrière argile : située à une distance de 4km de l'usine. Sa superficie est de 72ha. Elle renferme des réserves estimées à plus de 6 millions de tonnes. L'argile est extraite par ripage à l'aide d'une pelle mécanique, ensuite formée en tas, chargée sur camions à l'aide de chargeuse pour être acheminée vers l'usine.

► Le sable : il rentre dans la fabrication du mélange cru et présente un bon apport de silice. Il est approvisionné par la cimenterie Elma de la wilaya de Tébessa,

► Le minerai de fer : il est approvisionné de Ferphos (mine d'El Ouenza),

► Le gypse : il rentre dans la fabrication du ciment en pourcentage de 5%. Il est approvisionné par wagons et camions à partir des lacs de Ain m'lila,

► Le laitier : il est approvisionné à partir du complexe sidérurgique d'El Hadjar

L'usine utilise pour l'élaboration de ces produits la technique par voie sèche, et qui est de très loin la technique la plus employée, aujourd'hui, en Algérie. La matière première est préparée sous forme de poudre. La préhomogénéisation permet d'atteindre un dosage parfait des constituants essentiels du ciment, par superposition de multiples couches. Une station d'échantillonnage analyse régulièrement

les constituants et le mélange pour en garantir la régularité. À la sortie du hall de préhomogénéisation, le mélange est très finement broyé dans des broyeurs sécheurs, qui éliminent l'humidité résiduelle et permettent d'obtenir une poudre qui présente la finesse requise ; cette poudre, le « cru », est une nouvelle fois homogénéisée par fluidisation.

5.2. Caractérisation des ciments élaborés

Les essais de caractérisation entrepris sur les ciments confectionnés été déjà mentionnés dans le troisième chapitre. Les essais ont été conduits majoritairement conformément aux normes sur les ciments en vigueur en Algérie (voir annexe 1). D'autres essais non encore normalisés au niveau local tels que la granulométrie à laser, et l'infrarouge, ont été utilisés pour requérir principalement des informations sur la cinétique, et les composées de base des ciments élaborés.

Pour la préparation des échantillons du ciment, nous avons procédé à un broyage et à un tamisage séparés des matières premières (clinker, déchets de briques et gypse). Après dosage, les échantillons de ciment ainsi élaborés, contenant de 0 à 35% de déchets de briques, 5% de gypse et du 95 à 60% clinker sont ensuite homogénéisés.

Une fois élaboré, les mélanges ont fait l'objet de caractérisations chimiques, physiques et mécaniques.

5.2.1. Caractérisation chimique

5.2.1.1 Composition chimique

La détermination des constituants chimiques des ciments a été faite par fluorescence X. Les résultats de cette analyse sont reportés dans le tableau 5-1.

Tableau 5-1: teneur en oxyde des ciments anhydres (teneur moyenne en masse)

	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃
C0	61,92	5,02	3,58	20,17	1,63	0,10	0,68	2,30
C5	57,49	5,97	4,05	25,51	1,67	0,13	0,65	2,27
C10	56,03	6,22	4,14	27,01	1,72	0,17	0,75	2,23
C15	54,57	6,47	4,35	28,40	1,75	0,20	0,78	2,20
C20	52,53	6,89	4,61	29,02	1,79	0,21	0,82	2,18
C25	50,98	7,11	4,80	30,52	1,82	0,22	0,86	2,14
C30	49,02	7,38	4,98	32,01	1,85	0,23	0,92	2,12
C35	47,58	7,60	5,09	33,57	1,88	0,20	0,97	2,10

Comme il fallait s'y attendre, on constate que l'augmentation du pourcentage en déchets de briques induit une croissance de la teneur en silice SiO_2 , les taux d'augmentations observées varient entre 26.5 et 66.4%. L'on constate également une décroissance de la teneur en oxyde de calcium CaO , décroissance variant cette fois ci entre 7.2 et 25.2%.

Tableau 5-2: teneur en oxyde sulfurique, chaux libre, perte au feu et résidu insoluble des ciments anhydres

Echantillon	C0	C5	C10	C15	C20	C25	C30	C35
SO_3	2.30	2.27	2.23	2.20	2.18	2.14	2.12	2.10
$\text{CaO}_{\text{libre}}$	2.00	2.00	2.00	1.80	1.10	1.00	1.50	1.50
P.A.F	3.02	2.87	3.28	2,91	3.06	3.08	2.70	3.02
Résidu insoluble	0.80	3.55	7.89	11.40	16.96	-	-	-

La norme citée précédemment limite par ailleurs la teneur en oxyde de magnésium à 5% et la teneur en sulfate SO_3 à 3.5%: ces deux conditions sont vérifiées pour l'ensemble des ciments élaborés.

Enfin, les valeurs des pertes au feu (P.A.F) varient toutes entre 2.7 et 3.28%, et sont donc inférieures au seuil limite réglementaire [NA442] qui est de 5%.

5.2.1.2 Indice d'hydraulicité

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

$$I = \frac{\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3}{\text{CaO} - \text{MgO}} \quad \text{Eq. (5-1)}$$

Tableau 5-3: indices hydrauliques des ciments élaborés

Echantillons	C0	C5	C10	C15	C20	C25	C30	C35
I	0.25	0.35	0.37	0.41	0.43	0.47	0.52	0.56
$\left(\frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2}\right)$	3.06	2.25	2.07	1.92	1.81	1.67	1.53	1.41
$\left(\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{SiO}_2}\right)$	0.24	0.23	0.23	0.22	0.24	0.23	0.23	0.22

La connaissance de la valeur de l'indice d'hydraulicité permet de classer les ciments selon leur résistance chimique. Ainsi on distingue [3] :

- les ciments basiques (ce sont généralement les ciments portland), pour lesquels $I \leq 0.5$.
- les ciments neutres (riches en laitier) pour lesquels $I > 0.5$.
- les ciments acides pour lesquels $I \geq 0.5$.

Ainsi, et à partir de la classification citée précédemment, on peut conclure que:

- les ciments contenant entre 5 et 25% d'ajouts (C5, C10, C15, C20, C25) peuvent être classés comme des ciments basiques ($I \leq 0.5$).
- les ciments contenant des taux supérieurs à 25% (C30 et C35) rentrent dans la catégorie des ciments neutres ($I > 0.5$).

5.2.2. Caractérisation physique des ciments

Les matières premières se présentent sous forme de poudres. Les méthodes habituellement utilisées pour caractériser physiquement des poudres sont la mesure de la surface spécifique et l'analyse granulométrique par tamisage. En effet, la finesse du liant est une caractéristique importante. En effet lors du gâchage, plus la surface de liant en contact avec l'eau est grande, plus l'hydratation est rapide et complète. Dans le présent travail, après le broyage, les matières premières (le clinker, les déchets de brique et le gypse) sont tamisées séparément en utilisant un tamis de $100\mu\text{m}$, ensuite elles sont dosées et homogénéisées dans un homogénéisateur.

5.2.2.1 Granulométrie laser des ciments préparés

La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte couramment utilisée pour déterminer la distribution de taille des matériaux granulaires pulvérulents. Les différents paramètres déduits de cette technique sont directement reportés dans le tableau 5-4.

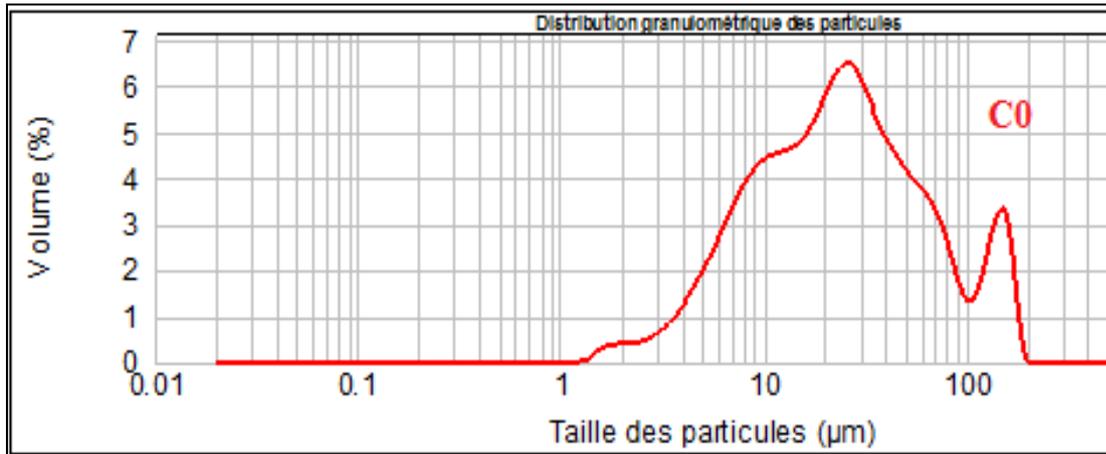
Tableau 5-4: paramètres physiques des ciments élaborés

Echantillons	Surface spécifique (m ² /g)	Répartition granulométrique		
		D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
C0	0.421	6.399	23.741	19.408
C5	0.737	20.985	4.364	38.315
C10	0.408	23.096	6.988	94.528
C15	0.595	13.828	5.347	37.714
C20	0.429	21.865	6.621	90.912
C25	0.433	22.130	6,585	97.863
C30	0.675	20.235	4.862	78.946
C35	0.779	19.419	4.157	94.409

Les résultats de la granulométrie au laser de la poudre de ciments sont reportés sur les huit courbes suivantes:

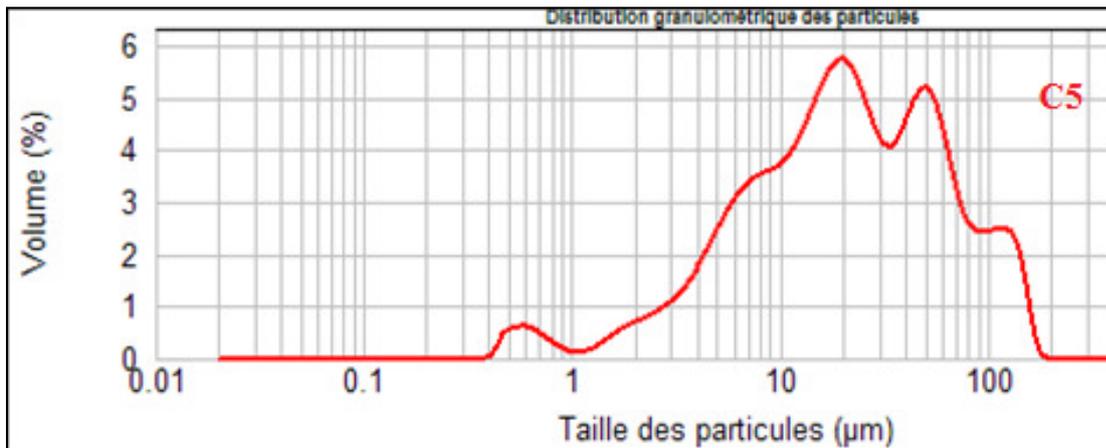
Tableau 5-5: résultats de la granulométrie laser pour le ciment de référence (C0)

Taille (µm)	Volume en %										
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	2.72	50.238	3.06	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	3.03	56.368	2.86	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.01	8.934	3.24	63.246	2.66	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.16	10.024	3.38	70.963	2.32	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.27	11.247	3.45	79.621	1.76	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.31	12.619	3.51	89.337	1.19	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.33	14.159	3.61	100.237	0.98	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.34	15.887	3.83	112.468	1.37	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.39	17.825	4.18	126.191	2.12	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.49	20.000	4.56	141.589	2.55	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.64	22.440	4.84	158.866	1.85	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	0.83	25.179	4.88	178.250	0.20	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	1.06	28.251	4.66	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	1.33	31.698	4.28	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	1.64	35.566	3.88	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	1.99	39.905	3.56	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	2.37	44.774	3.30	316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	0.00	7.096		50.238		355.656	0.00		



Figures 5-2: analyse granulométrique laser du ciment de référence C0

La répartition granulométrique du ciment de référence C0 (figure 5-2) se fait selon deux populations: la première, la plus importante, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 25µm, la deuxième population, la moins importante, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 150µm.



Figures 5-3: analyse granulométrique du ciment contenant 5% d'ajout C5

La répartition granulométrique du C5 (figure 5-3) comporte quatre populations: la première population avec une famille de grains dont le diamètre moyen est centré sur 0,6µm, la deuxième et la troisième population, les plus importantes, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 20 et 50µm respectivement, la quatrième comporte des grains dont le diamètre est compris entre 100 et 200µm.

La répartition granulométrique du C10 (figure 5-4) comporte trois populations: la première population la plus importante avec une famille de grains dont le diamètre moyen est centré sur 25µm, la deuxième

population, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ $100\mu\text{m}$ et la troisième, la moins représentée, comporte des grains dont le diamètre moyen est de $300\mu\text{m}$ environ.

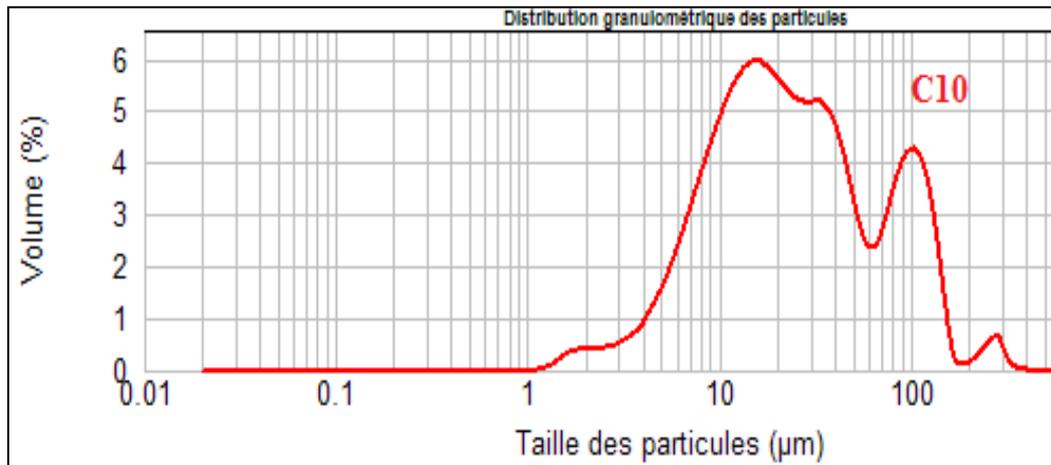
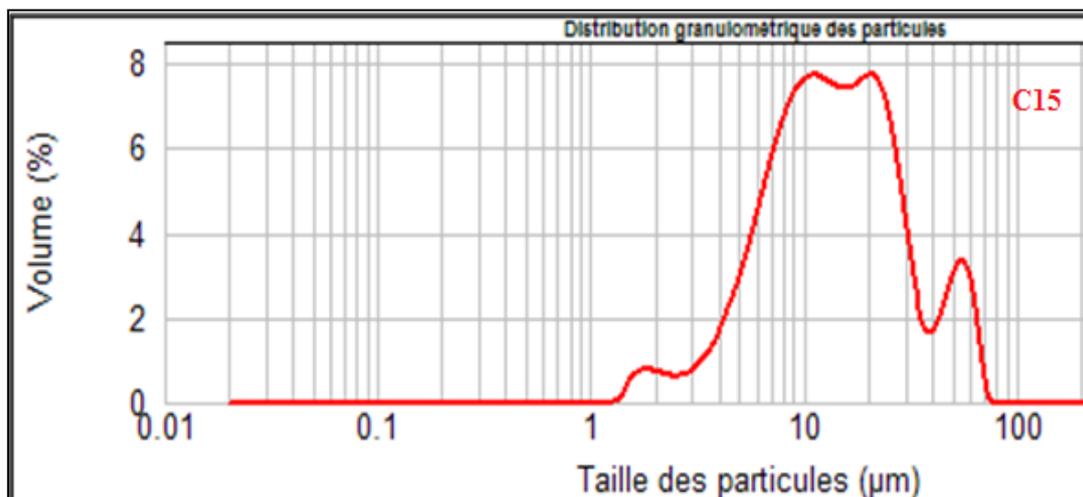


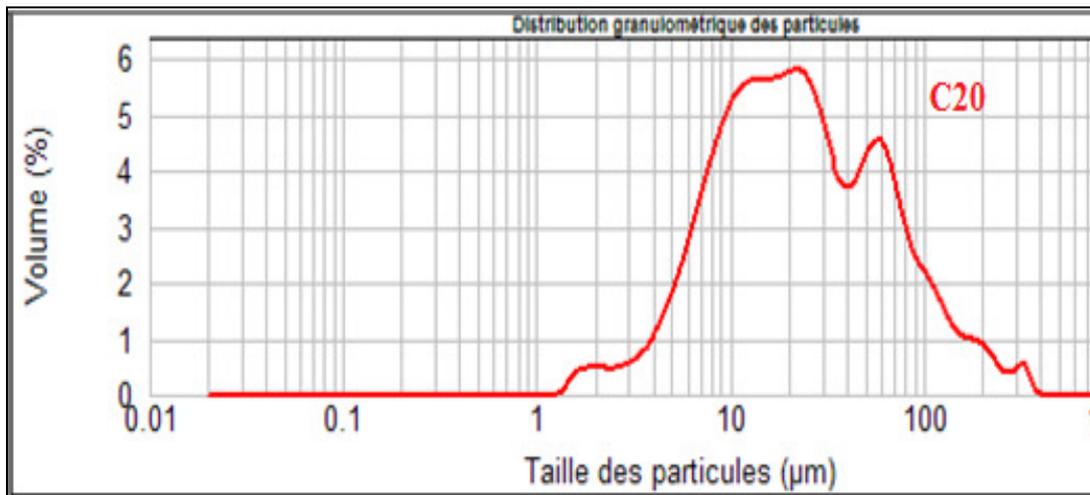
Figure 5-4: analyse granulométrique du ciment contenant 10% d'ajout (C10)

La répartition granulométrique du ciment C15 (figure 5-5) se fait selon trois populations: la première population, la moins représentée, comporte des grains d'un diamètre inférieur à $3\mu\text{m}$, la deuxième population, la plus importante, comporte des grains dont le diamètre moyen est centré à $15\mu\text{m}$ et la troisième, comporte des grains dont le diamètre moyen est centré à $55\mu\text{m}$.



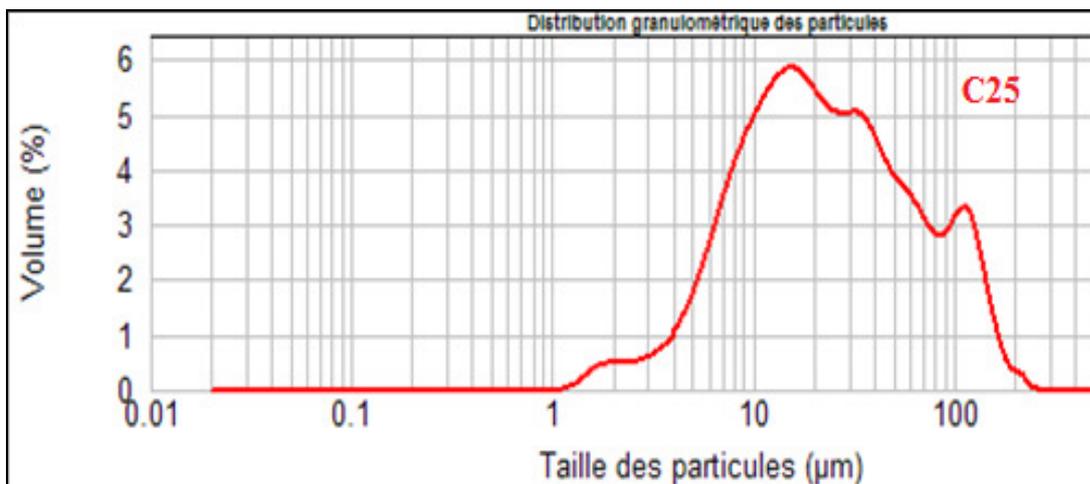
Figures 5-5: analyse granulométrique du ciment contenant 15% d'ajout (C15)

La répartition granulométrique du ciment C20 (figure 5-6) se fait selon trois populations: la première population, la moins représentée, comporte des grains d'un diamètre inférieur à $2,5\mu\text{m}$, la deuxième population, la plus importante, comporte des grains dont le diamètre moyen est centré à $20\mu\text{m}$ et la troisième, comporte des grains dont le diamètre moyen est de $60\mu\text{m}$.



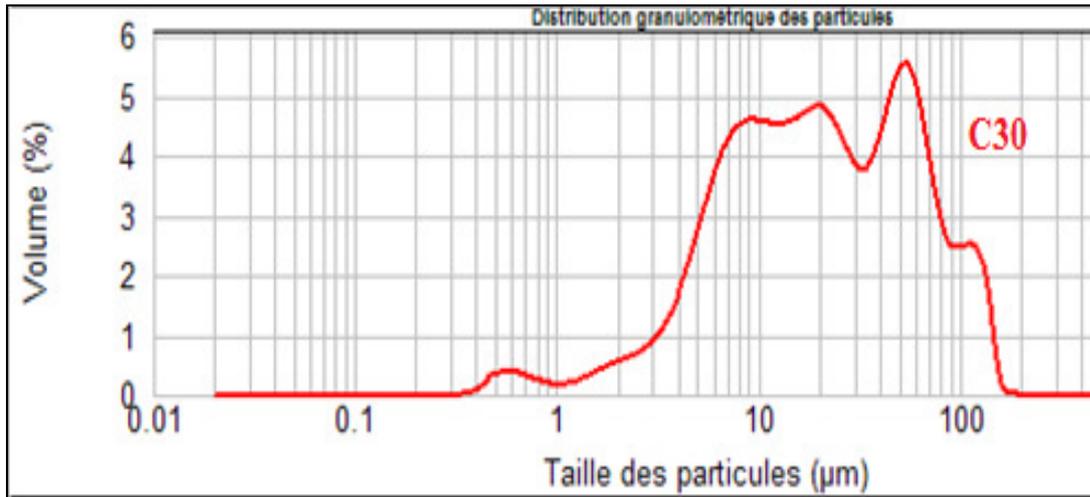
Figures 5-6: analyse granulométrique du ciment du ciment C20

La répartition granulométrique du ciment C25 (figure 5-7) se fait selon deux populations : la première, la plus représentée, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ $15\mu\text{m}$, la deuxième population, la moins prononcée, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ $100\mu\text{m}$.



Figures 5-7: analyse granulométrique du ciment C25

La répartition granulométrique du C30 (figure 5-8) comporte cinq populations: la première population avec une famille de grains dont le diamètre est inférieur à $1\mu\text{m}$, la deuxième et la troisième population, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 0.9 et $20\mu\text{m}$ respectivement , la quatrième la plus importante, comporte des grains dont le diamètre est centré à $55\mu\text{m}$ et la cinquième comporte des grains dont le diamètre est compris entre 100 et $200\mu\text{m}$.



Figures 5-8: analyse granulométrique du ciment C30

La répartition granulométrique du C35 (figure 5-9) comporte cinq populations: la première population avec une famille de grains dont le diamètre moyen est centré sur $0.6\mu\text{m}$, la deuxième et la troisième population, les plus importantes, comporte des grains d'un diamètre moyen d'environ 10 et $35\mu\text{m}$ respectivement, la quatrième comporte des grains dont le diamètre moyen est de $80\mu\text{m}$ environ, la cinquième, la moins représentée, comporte des grains d'un diamètre moyen est centré sur $400\mu\text{m}$.

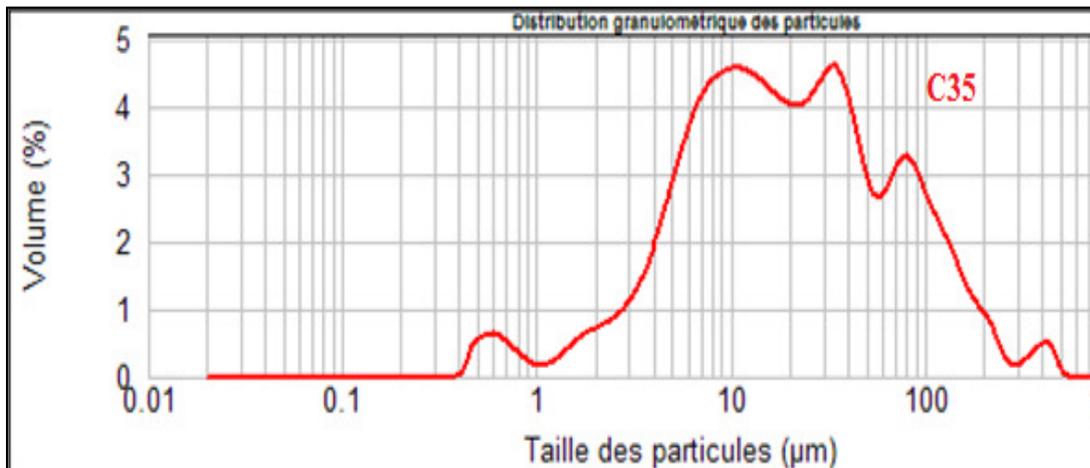


Figure 5-9: analyse granulométrique du ciment contenant 35% d'ajout (C35)

En conclusion, la comparaison de la granulométrie des échantillons de ciment préparés par diffusion au laser, montre que les échantillons C5, C30 et C35 possèdent des particules inférieurs à $1\mu\text{m}$ et que tous les échantillons à l'exception de l'échantillon C15 ont des particules dont la taille est supérieur à $100\mu\text{m}$.

5.2.2.2 Masses volumiques des ciments

Les mesures expérimentales des masses volumiques apparentes et masses volumiques absolues des ciments élaborés sont reportées dans le tableau 5-6.

Tableau 5-6: masses volumiques des ciments élaborés

Pourcentage de brique (%)	0	5	10	15	20	25	30	35
Masses volumiques apparentes (g/dm^3)	976	937	930	931	925	902	880	846
Masses volumiques absolues (kg/m^3)	3240	3160	3040	3040	2980	2970	2950	2985

D'après les résultats du tableau 5-6, on remarque une diminution quasi-linéaire des masses volumiques des ciments en fonction de la teneur en briques. Les baisses constatées, variant entre 5 et 13%, s'expliquent aisément par le fait que la masse volumique de l'ajout utilisé, à savoir les déchets de briques, est nettement plus faible que celle du clinker.

5.2.2.3 Consistance normale

La consistance normalisée d'une pate de ciment est nécessaire pour déterminer les temps de début et de fin de prise ainsi que la stabilité. Le tableau 5-7 représente la variation de la demande en eau pour les différents échantillons de ciment en fonction de la teneur en brique.

Tableau 5-7: consistance normale des ciments élaborés

Pourcentage de brique (%)	0	5	10	15	20	25	30	35
E/C de consistance normale (%)	25.0	25.8	25.6	25.5	25.6	25.8	25.7	25.8

Le rapport (E/C) de la consistance normale augmente de 25 à 25.8% lorsque la teneur en déchet varie entre 0 et 35. Cette augmentation de la demande en eau s'explique en grande partie par la grande finesse de l'ajout utilisé et de sa grande capacité à l'absorption d'eau. Cependant ces augmentations restent assez minimes (entre 2 et 3%) pour constituer une tendance générale.

5.2.2.4 Expansion

Les résultats de l'expansion des ciments déterminés par l'anneau de Le Chatelier sont directement reportés sur le tableau suivant:

Tableau 5-8 : expansion des ciments élaborés

Pourcentage de briques	0	5	10	15	20	25	30	35
Expansion (mm)	0.20	0.11	0.13	0.07	0.07	0.02	0.00	0.00

Pour le ciment de référence l'expansion mesurée s'élève à 0.2mm. Cependant pour les ciments avec ajouts, l'expansion devient très faible, voir même nulle pour des dosages supérieurs à 25%. Ce comportement peut être dû à la formation des silicates de chaux hydraté ($C - S - H$) et le changement du rapport C/S du gel ($C - S - H$). Les mêmes résultats ont été retrouvés par d'autres auteurs dont notamment par [4, 5]. Cependant et en toute état des causes, les valeurs mesurées sont largement inférieures à la limite d'expansion exigée par la norme Algérienne sur l'expansion à chaud et à froid des ciments [NA442], qui fixe un seuil limite toléré de 10mm.

5.2.2.5 Temps de prise

Le temps de prise d'un ciment dépend de plusieurs facteurs, notamment de la concentration de la solution alcaline, du temps de malaxage, de la vitesse de dissolution de la silice et de l'alumine, du rapport massique E/C, de la température de traitement et de la cristallinité du matériau aluminosilicate.

La détermination du temps de début de prise effectué sur des pâtes fraîches de ciment maintenus à la température ambiante du laboratoire ($21 \pm 1^\circ\text{C}$) sont consignés dans le tableau 5-9.

Tableau 5-9: temps de prise des ciments élaborés

Pourcentage de brique (%)	0	5	10	15	20	25	30	35
Temps de début de prise (min)	244	220	208	198	192	187	183	170
Temps de fin de prise (min)	293	283	274	262	255	250	250	239

Il ressort de ce tableau que tous les échantillons de ciments obtenus présentent un temps de début et de fin de prise relativement long: 244-170min et 293-239min respectivement.

On constate que les temps de début et de fin de prise sont accélérés par la présence de poudres de briques dans le ciment. Cette augmentation varie de manière concomitante avec le pourcentage de la brique dans le ciment. Ce phénomène peut être expliqué par l'augmentation de la finesse de mouture des ciments à base de brique [6, 7]. Des résultats similaires ont été également retrouvé par [8, 9, 10] qui affirment que l'addition des déchets de brique se distingue par une vitesse de réaction plus rapide et par une réactivité plus élevée avec l'hydroxyde de calcium libéré par l'hydratation du ciment portland.

Le temps du début de prise est de l'ordre de 3 heures pour les différents ciments élaborés. Rappelons que la norme Algérienne NA442 sur le temps de prise des ciments exige un temps minimal de 60 minutes pour la classe 42.5.

5.2.2.6 Retrait libre des ciments

La figure 5-10 illustre l'évolution du retrait en fonction du temps des ciments contenant jusqu'au 35 % de brique. D'après cette figure, on remarque que:

À cours terme, et jusqu'à 7 jours de l'hydratation, le retrait des ciments composés est un peut inferieur au retrait du ciment C0. Cette diminution selon [11] est due à un effet de dilution de ciment après ajout des déchets de brique. En effet cette ajout implique moins de clinker et donc moins d'hydrates.

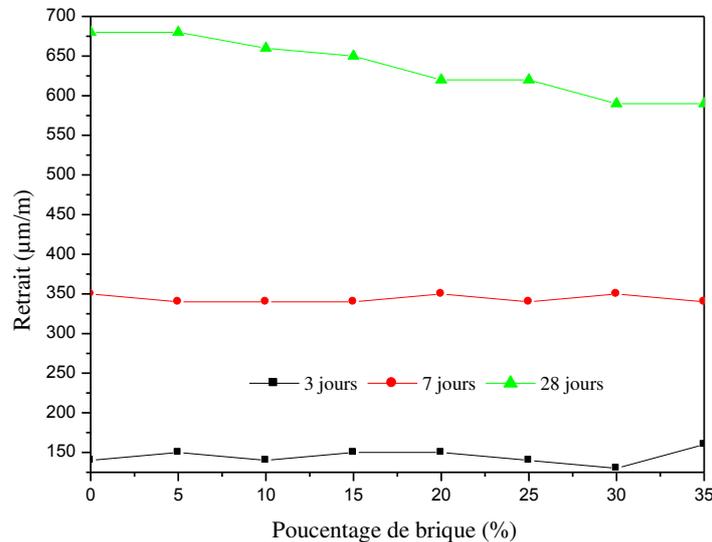


Figure 5-10: retrait des mortiers de ciments élaborés en fonction du (%) de brique et en fonction du temps

À long terme et jusqu'à l'âge de 28 jours, la réduction du retrait devient plus importante avec l'augmentation du pourcentage de brique. Cette diminution est due selon [11, 12] d'une part à la formation progressive de la gehlenite (C_2ASH_8) de faible densité accompagné d'une réduction des aluminates hydratés (C_4AH_{13}) et d'une autre part et selon [13] à l'affinage des pores dans la structure car après 7 jours la réaction pouzzolanique devient prédominante.

En générale, ces déformations ne sont pas très importantes, et les valeurs obtenues restent admissibles vis-à-vis des prescriptions de la norme Algérienne [NA442], qui rappelle le fixe, pour les ciments portland CPJ-CEMII de classe 42.5, un retrait autorisé maximal de $1000\mu\text{m/m}$ à 28 jours.

5.2.2.7 Couleur des ciments

Lors de l'élaboration des ciments, nous avons constaté que jusqu'à des taux d'ajouts en briques de l'ordre de 10%, la couleur des ciments restait grise plus ou moins accentuée, ce qui correspond à la couleur traditionnelle des ciments portlands composés. Au-delà de ce pourcentage, les ciments commençaient à changer de couleur pour prendre carrément la couleur des briques, pour des taux supérieurs à 30%, comme le montre bien les deux photos suivantes:



Figure 5-11: changement de couleur des mortiers de ciments contenant de 0 à 35% de brique

5.2.3. Caractérisation mécanique des ciments

5.2.3.1 Résistance mécanique à la compression

Le but de cet essai est de déterminer la classe de résistance des ciments élaborés. Les résultats des essais d'écrasement en compression sont présentés dans le tableau 5-10.

Tableau 5-10: résistance à la compression des mortiers de ciments élaborés

% d'ajout	0	5	10	15	20	25	30	35
Résistance à 2 jours (MPa)	18.3	18.3	16.6	16	14.2	14.2	14.7	10.9
Résistance à 7 jours (MPa)	38.5	39.3	34.7	35.5	30.3	29	28.4	23.3
Résistance à 28 jours (MPa)	50.9	51.3	47.2	47.9	45.8	44.9	45.4	41.9
Résistance à 90 jours (MPa)	53.9	55.6	56.2	59.8	56.7	56.3	57.9	49.6

La figure 5-12 illustre une synthèse de l'évolution de la résistance en compression dans le temps des ciments confectionnés avec une teneur croissante de brique. Il ressort de l'examen de la figure précédente que la résistance en compression baisse d'une manière générale avec l'accroissement de la teneur en déchets de briques. A titre d'exemple à 28 jours les ciments contenant entre 10 et 15% de d'ajout présentent des baisses en résistance variant entre 7.3 et 5.9% par rapport à celle du ciment sans déchet. Ces diminutions sont liées à une diminution du pourcentage des silicates tricalciques dans le ciment à faible teneur en clinker qui favorisent les résistances à court terme.

Par ailleurs, l'on remarque que les résistances des ciments conservés pendant une longue période (90 jours) présentent des valeurs de résistance plus importantes que celle du ciment portland sans ajout. Cette augmentation de résistance est probablement due à la formation prolongée du gel $C-S-H$ secondaire qui résulte de l'interaction de la phase amorphe contenue dans la brique avec la portlandite $C_a(OH)_2$. Ces résultats sont similaires des résultats de littérature [14, 15, 16, 17]. L'échantillon C15 développe une résistance plus élevée par rapport aux autres échantillons car il possède une granulométrie plus fine que les autres échantillons (résultat de l'analyse granulométrique laser).

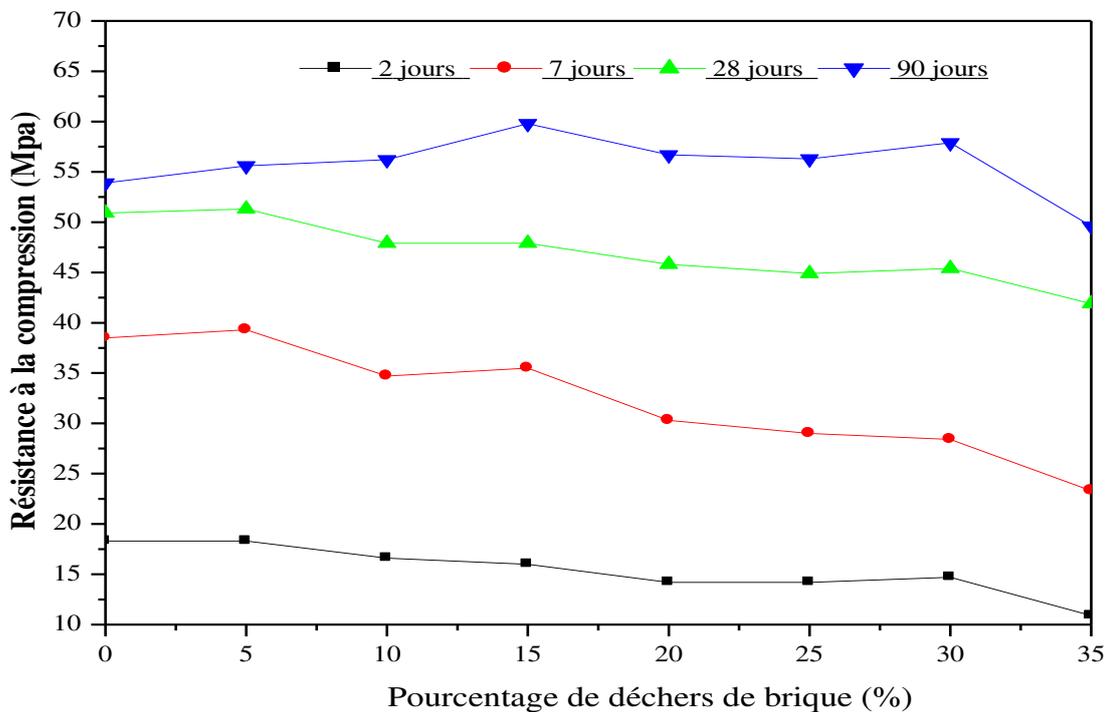


Figure 5-12: variation de la résistance en fonction du taux de briques et en fonction du temps.

5.2.3.2 Résistance à la traction par flexion

L'essai de rupture par flexion a été effectué sur des éprouvettes prismatiques de $(4 \times 4 \times 16) \text{cm}^3$ en mortier normal, et consiste à appliquer une charge concentrée au milieu de la portée. Les résultats des essais de ruptures à la flexion sont reportés dans le tableau 5-11.

Tableau 5-11: résistance à la flexion des mortiers de ciments élaborés

% d'ajout	0	5	10	15	20	25	30	35
Résistance à 2 jours (MPa)	3.58	3.69	3.54	3.54	3.31	3.30	3.28	2.94
Résistance à 7 jours (MPa)	5.63	6.05	5.82	5.99	5.33	5.31	5.38	5.23
Résistance à 28 jours (MPa)	7.04	7.47	7.05	7.2	7.62	8.13	7.75	7.78
Résistance à 90 jours (MPa)	7.99	7.83	8.43	9.06	9.03	9.32	9.25	9.11

Les résultats du tableau 5-11 permettent de conclure que les résistances à la flexion des ciments élaborés suivent la même allure de variation de résistance à la compression. Cependant à partir de 28 jours de cure, les résistances à la flexion des ciments à base de briques dépassent la résistance de l'échantillon de référence (sans ajout). On conclut que l'ajout de briques semble favoriser l'augmentation des résistances. Ces accroissements des résistances se développent grâce notamment à la réaction pouzzolanique qui cause l'affinage des pores et le remplacement du CH par du C-S-H.

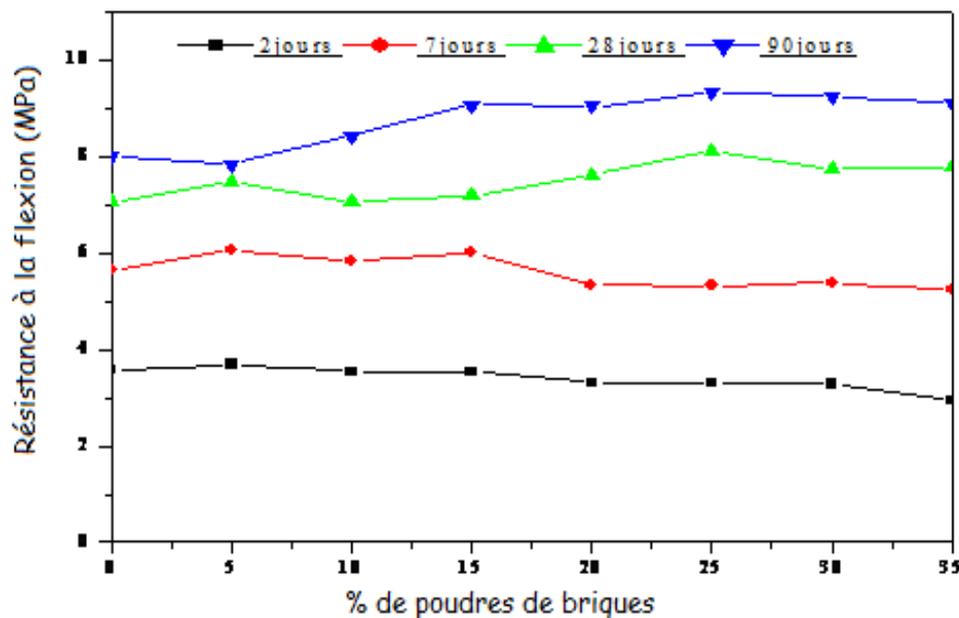


Figure 5-13: variation de la résistance à la flexion en fonction de la teneur en briques

5.2.3.3 Etude de la pouzzolanité des déchets de brique par la résistance relative

La résistance relative à l'âge «a» est définie comme le rapport de la résistance des mortiers à base de brique à la résistance du mortier de référence de même âge de cure.

$$RRCa = \frac{RCa}{RCrefa} \quad \text{Eq. (5-2)}$$

La figure 5-14 représente la variation de la résistance relative en fonction du temps et de la teneur en brique. Le gain de résistance du ciment de référence (C0) dépend principalement du degré de l'hydratation cependant pour les ciments à base de brique il dépend de la combinaison du degré de l'hydratation et à la réaction pouzzolanique.

Pour l'échantillon 5% de substitution (C5) une légère augmentation est observée entre 2 et 7 jours de conservation et elle est constante jusqu'à 90 jours (aucun effet pouzzolanique n'est observé).

Pour 10% de substitution, on remarque que la variation est presque constante entre 2 et 7 jours et augmente d'une façon linéaire jusqu'à 90 jours.

A partir de 15% de substitution l'augmentation de la résistance relative devient très claire entre 7 et 28 jours et cette augmentation devient de plus en plus claire avec l'augmentation du taux de substitution ce qui est en accord avec d'autres résultats de la littérature [7, 11].

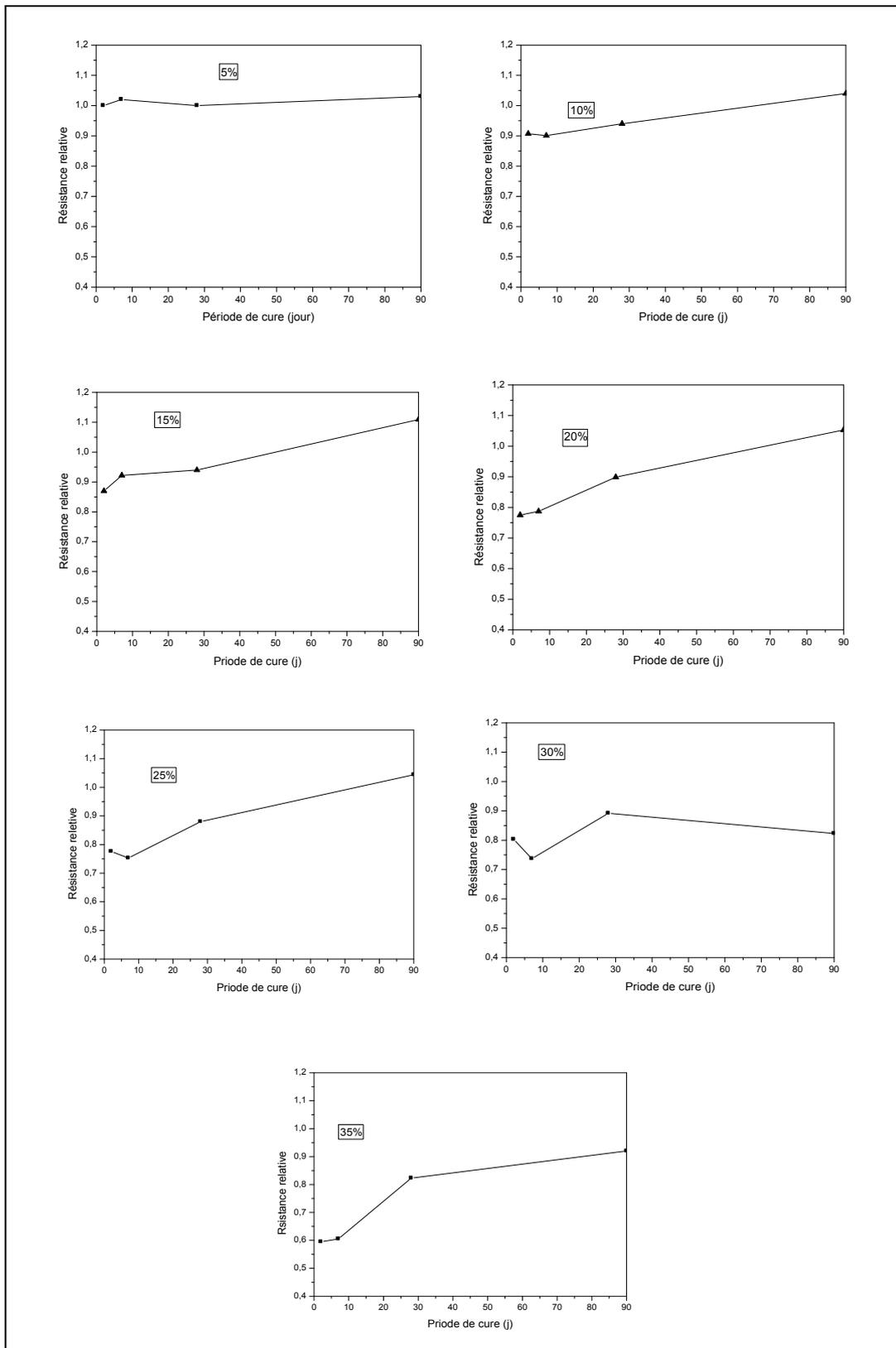


Figure 5-14: résistance relative en fonction du temps et de la teneur en brique

L'effet de la brique sur la résistance relative à 2, 7, 28 et à 90 jours est illustré dans la figure 5-15. Après 2 jours de l'hydratation, on remarque que la résistance relative diminue linéairement avec l'augmentation du taux d'ajout (accélération de l'hydratation de l'échantillon C0). À 90 jours, on observe une augmentation de la résistance relative. Cette augmentation est expliquée par l'effet pouzzolanique de la brique (prolongement de la réaction dans le temps alors que la réaction de l'échantillon C0 est presque achevée).

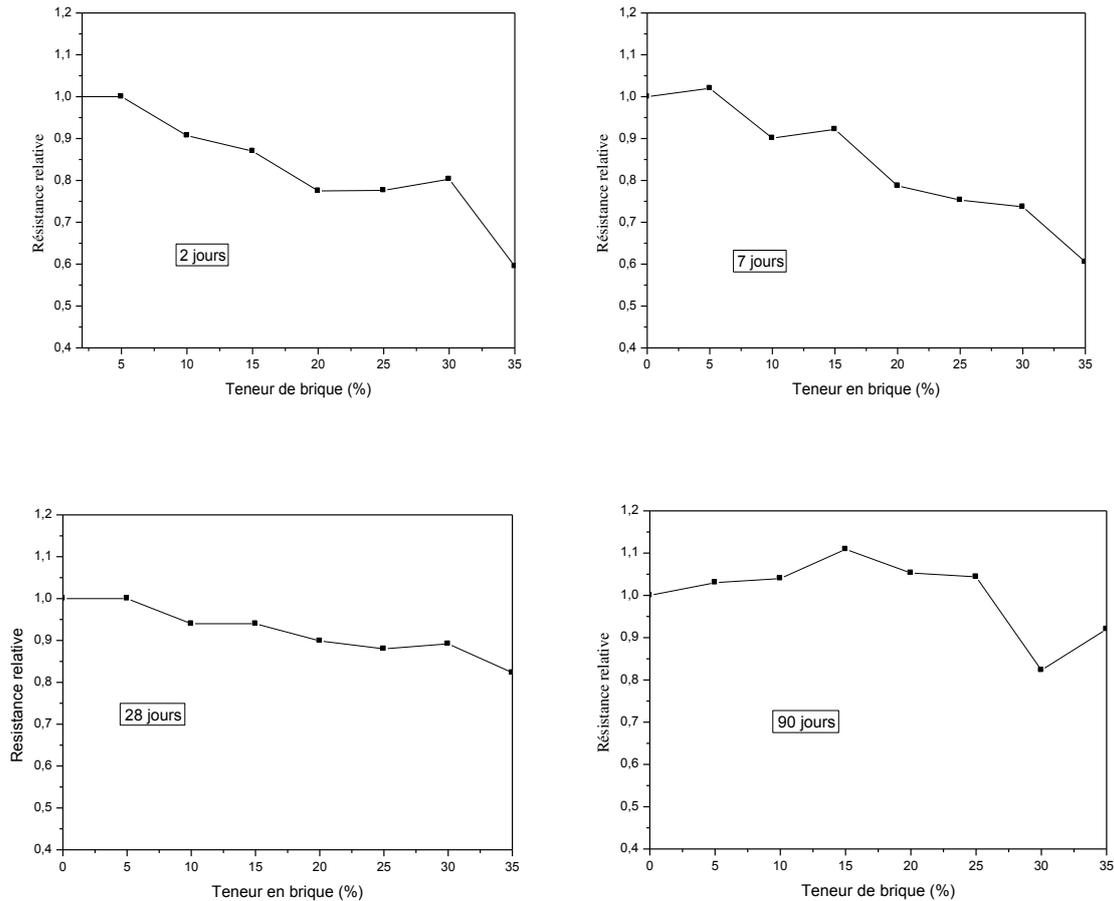


Figure 5-15: résistance relative en fonction du temps et de la teneur en brique

5.2.4. Caractérisation minéralogique des ciments

L'étude de la microstructure permet de suivre l'hydratation de la pâte de ciment dont l'objectif principal est de trouver des explications de la variation du comportement (les propriétés) des nouveaux ciments élaborés à base de déchets de brique. Des micros éprouvette des échantillons C0 et C10 ont été confectionnées avec pate pure de ciment dont le rapport eau / ciment est de 0.4.

L'eau de gâchage utilisée est celle du robinet du laboratoire de génie civil et hydraulique de l'université de Guelma, le but de l'essai étant de s'assurer qu'elle est bien conforme à la norme. Sa composition chimique est représentée dans le tableau 5-12.

Tableau 5-12: analyse chimique de l'eau utilisée

Concentration en matières et sels (mg/l)		
	Concentration	Limites normalisées
Matières en suspensions	//	100
Sels dissous	1470	
Sulfates	413.6	<2000
Chlorures	298.2	[500÷4500]
Calcium	36	
Magnésium	60	
Carbonates	3.5	
Bicarbonates	27	
pH	7.9	
Température (°C)	19	

5.2.4.1 Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) permet le suivi de l'hydratation des ciments et d'identifier les fonctions chimique existantes. Les ciments hydratés sont principalement composés de silice, d'alumine et de calcium. La présence de ces trois éléments va induire un grand nombre de liaisons possibles (Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O, Si-O-M, O-Si-O), possédant chacune différents modes vibrationnels. Dans ce cas, les modes de vibration les plus détectables sont l'élongation symétrique et asymétrique (symmetric and asymmetric stretching) et la vibration angulaire ou de déformation (bending). Les figures 5-16 et 5-17 représentent ces différents modes de vibration dans le cas d'une liaison Si-O-Si et H-O-H respectivement.

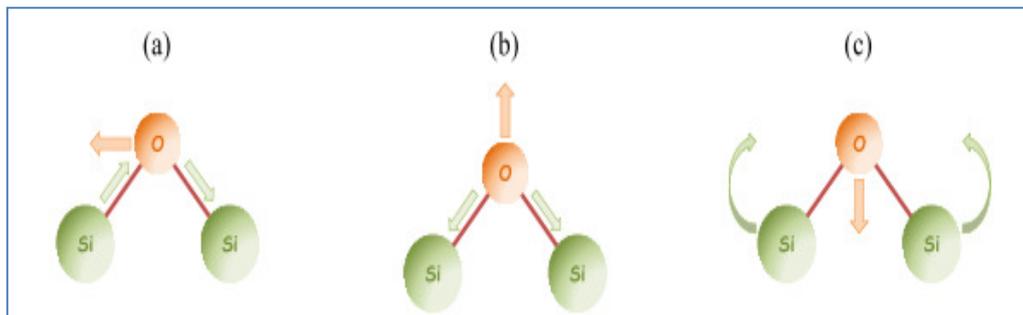


Figure 5-16: représentation des trois modes de vibration de la liaison Si-O-Si: (a) en élongation asymétrique, (b) en élongation symétrique et (c) en vibration angulaire dans le plan [10].

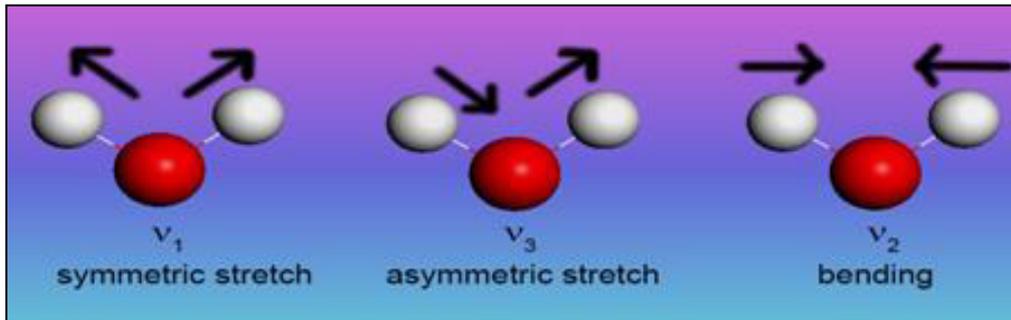


Figure 5-17: représentation des trois modes de vibration de la liaison H-O-H : (v_1) en élongation symétrique, (v_3) en élongation asymétrique et (v_2) en vibration angulaire dans le plan [18]

Spectroscopie IR- TF de ciment de référence (0%) après hydratation

Dans le spectre infrarouge du ciment sans ajout (0%) illustrés dans la figure 5-18, nous avons identifié les bandes suivantes:

- Les bandes O-H (Région de l'eau $>1,600\text{cm}^{-1}$)

Après une journée de l'hydratation, une bande autour de 3443cm^{-1} et 1647cm^{-1} qui correspond aux vibrations de la liaison O-H (v_1) et la liaison de déformation des liaisons de valences (v_2) de la molécule d'eau respectivement [19, 20]. Une bande à 3644cm^{-1} due à la formation de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [19, 20, 21, 22]. Après le 7^{ème} jour de l'hydratation, les bandes de l'eau v_1 et v_2 déplace vers des nombres inférieurs autour de 3038cm^{-1} et 1629cm^{-1} avec la formation d'un doublet pic autour de 1629cm^{-1} et le pic de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ augmente en intensité. Au 28^{ème} jour, les bandes v_1 et v_2 ont un doublet pic autour de 3443cm^{-1} et 1630cm^{-1} respectivement, par contre l'intensité de la portlandite reste constante.

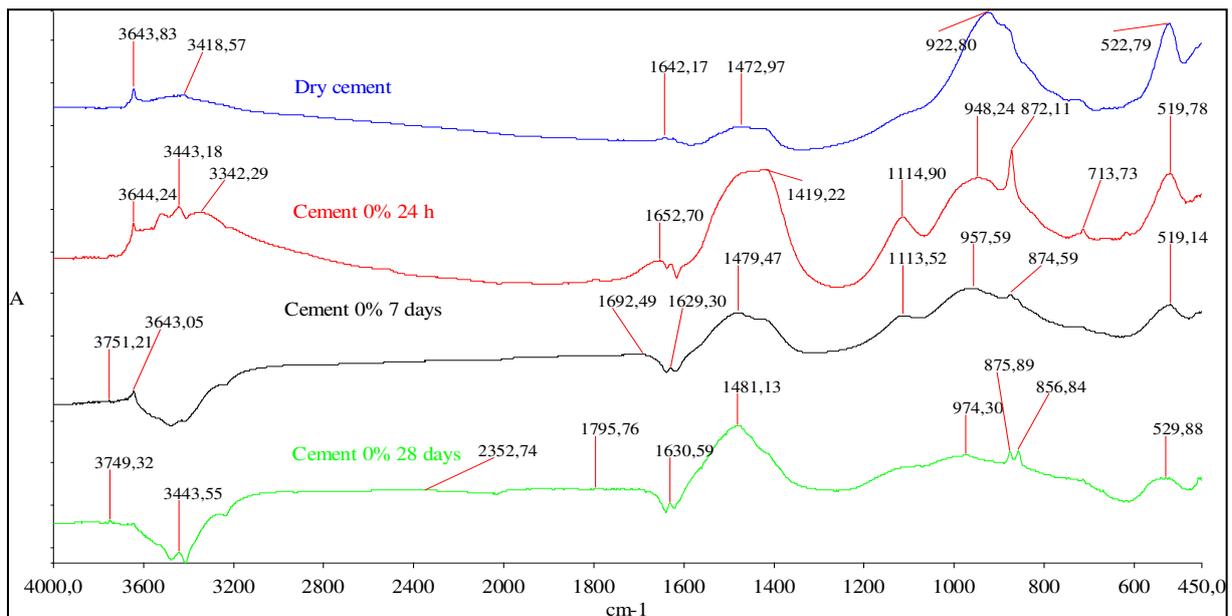


Figure 5-18: spectre IR-TF du ciment de référence hydraté à différents âges (C0)

- Les bandes de sulfates

En présence d'eau les sulfates de calcium réagissent avec les aluminates tricalcique et les aluminoferrite tetracalcique pour former initialement l'ettringite $C_6AS_3H_{32}$ la phase AFt), cette phase réagit une autre fois avec les aluminates et les ferrites pour donner le monosulphate C_4ASH_{12} la phase AFm) [19, 22].

Après 1 jour d'hydratation, une bande à 1115cm^{-1} qui exprime la vibration d'élongation asymétrique de la liaison ($\nu_3 \text{SO}_4^{-2}$) du groupe des sulfates [19, 20, 23] déplace vers 1114cm^{-1} après 7 jours. Cette bande est disparue après 28 jours de l'hydratation. Ce qui explique la rapidité de la réaction des sulfates.

- Les bandes de silicates

La bande d'absorption à 948 due à la vibration d'élongation asymétrique ($\nu_3 \text{SiO}_4^{-4}$) du C_3S [20] déplace vers des nombres supérieurs autour de 965 et 974 après 7 et 28 jours respectivement et leurs intensité augmentes considérablement, ce déplacement est due à la polymérisation des silicates avec formation de C-S-H. [22].

Après une journée de l'hydratation, dans la faible région. Un pic est observé à 526cm^{-1} due à la vibration ($\nu_4 \text{SiO}_4^{-4}$) de C_2S [20] déplace vers 523cm^{-1} et 529cm^{-1} au 7^{ème} et 28^{ème} jour respectivement. L'intensité du pic (526cm^{-1}) augmente au 7^{ème} jour et leur intensité diminue au 28^{ème} jour. Au 7^{ème} un nouveau pic est observé à 463cm^{-1} indique la vibration de déformation dans le plan des liaisons de valences ($\nu_2 \text{SiO}_4^{-4}$) de C_3S [20].

- Les bandes de Carbonates

Au premier jour de l'hydratation, une absorbance bande à 1419cm^{-1} attribuée à la vibration ($\nu_3 \text{CO}_3^{-2}$) de carbonate [23] déplace vers des nombres supérieurs autour de 1480cm^{-1} et 1481cm^{-1} au 7^{ème} et 28^{ème} jour respectivement et augmente en intensité. Les bandes de carbonate, $1420\text{--}1480\text{cm}^{-1}$ du ciment hydraté, sont issues de la réaction du CO_2 de l'atmosphère avec l'hydroxyde calcium [22]. Un nouveau pic est observé (1 jour) à 872cm^{-1} due à la vibration ($\nu_4 \text{CO}_3^{-2}$) de carbonate [23] déplace vers 874cm^{-1} et son intensité diminue au 7^{ème} jour. Un doublet pic est observé à (856 et 875cm^{-1}) au 28^{ème} jour [20].

Spectre IR-TF du ciment formulé avec 10% de déchet de brique

Les spectres IR-TF du ciment hydraté formulé avec (10%) de brique sont illustrés dans la figure 5-19. On peut observer que les spectres de la réaction de l'hydratation du nouveau ciment (10%) (figure 5-19) sont similaire des spectres du ciment de référence (figure 5-18) à l'exception de quelques observation qui sont données comme suit:

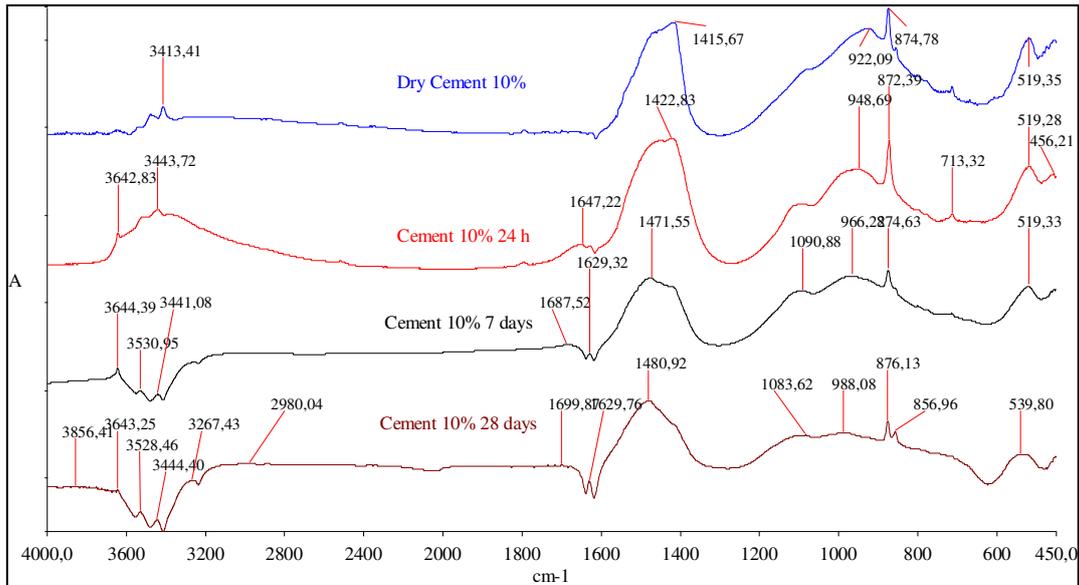


Figure 5-19: spectre IR-TF du ciment contenant 10% de brique (C10) hydraté à différents âges

Au 7^{ème} jour, un pic à 1098cm^{-1} , qui caractérise la silice amorphe [24], déplace vers un nombre inférieur autour de 1083cm^{-1} au 28^{ème} jour et son intensité diminue. Ce qui peut être expliqué par le début de la réaction pouzzolanique de la portlandite avec les déchets de brique.

Un pic à 3265cm^{-1} et une bande à 3142cm^{-1} attribués à la vibration de la liaison ν_1 de l'eau [23] et un pic à 1687 due à la vibration de la liaison ν_2 de l'eau [23]. Les bandes de l'eau ν_1 et ν_2 ont une forte intensité jusqu'au 28^{ème} jour. Une nouvelle bande est observée à 456cm^{-1} due ($\nu_2\text{SiO}_4^{-4}$) vibration de C_3S [20] et la bande de silicate ($\nu_3\text{SiO}_4^{-4}$) déplace vers un nombre supérieur autour de 978cm^{-1} . La bande de silicate ($\nu_4\text{SiO}_4^{-4}$) à une intensité plus élevée que celle du ciment de contrôle. Cela est due à l'activité pouzzolanique de la brique (polymérisation des unités des silicates (SiO_4^{-4})) [20, 22]; ce qui explique l'augmentation de la résistance des ciments avec ajout de brique.

Les bandes de carbonate ont allure croissante jusqu'au 7^{ème} jour et leur intensité diminue avec le temps. Les bandes du gypse sont disparues dans le spectre du ciment avec 10% d'ajout de brique.

5.2.4.2 Microscopie électronique à balayage

Un microscope électronique à balayage (SEM: VIGA 3 TESCAN) a été utilisé pour visualiser la morphologie (la forme et la taille) des hydrates formés au cours du durcissement. Deux échantillons de ciments (C0) formulé sans ajout (0% déchets de brique) et du ciment C10 formulé avec C10% de déchet de brique respectivement à l'âge de 90 jours d'hydratation sont observés par cette technique.

La figure 5-20 illustre la morphologie des deux échantillons de ciments captée 100µm de magnification.

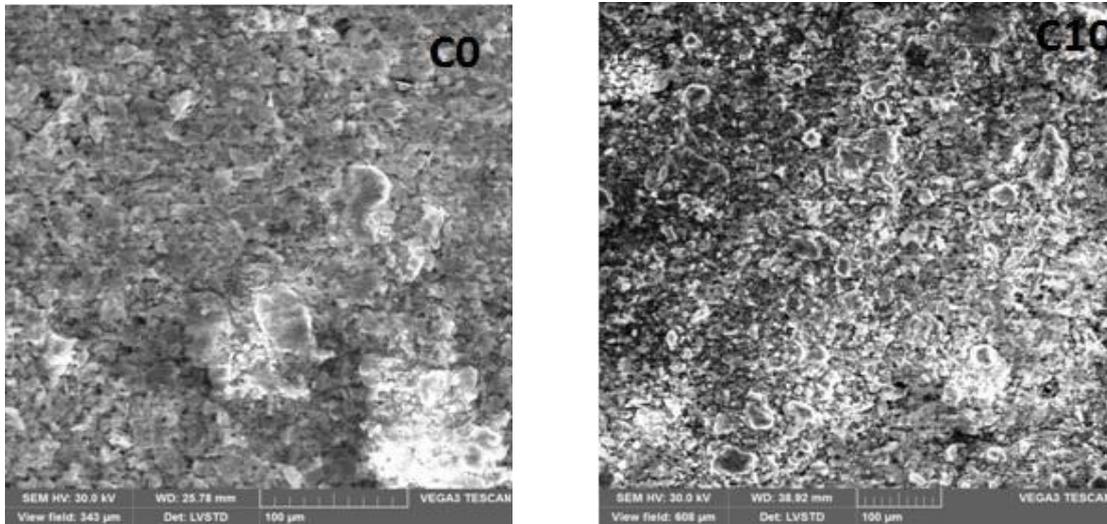


Figure 5-20: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 à l'âge de 90 jours d'hydratation (magnification 100 microns)

La figure 5-21 présente la morphologie des deux échantillons de ciments captée 50µm de magnification.

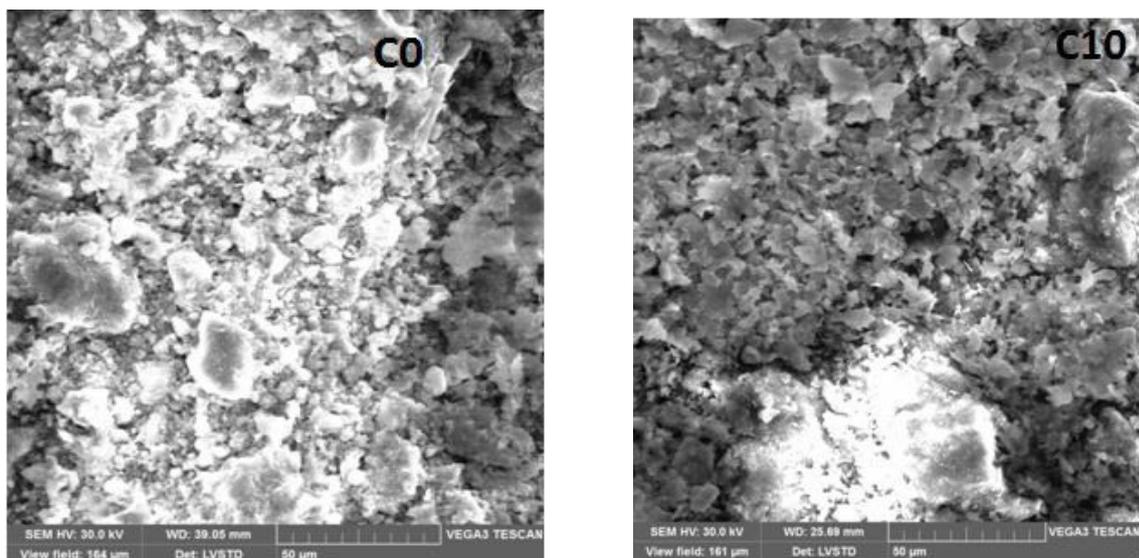


Figure 5-21: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 à l'âge de 90 jours d'hydratation (magnification 50 microns).

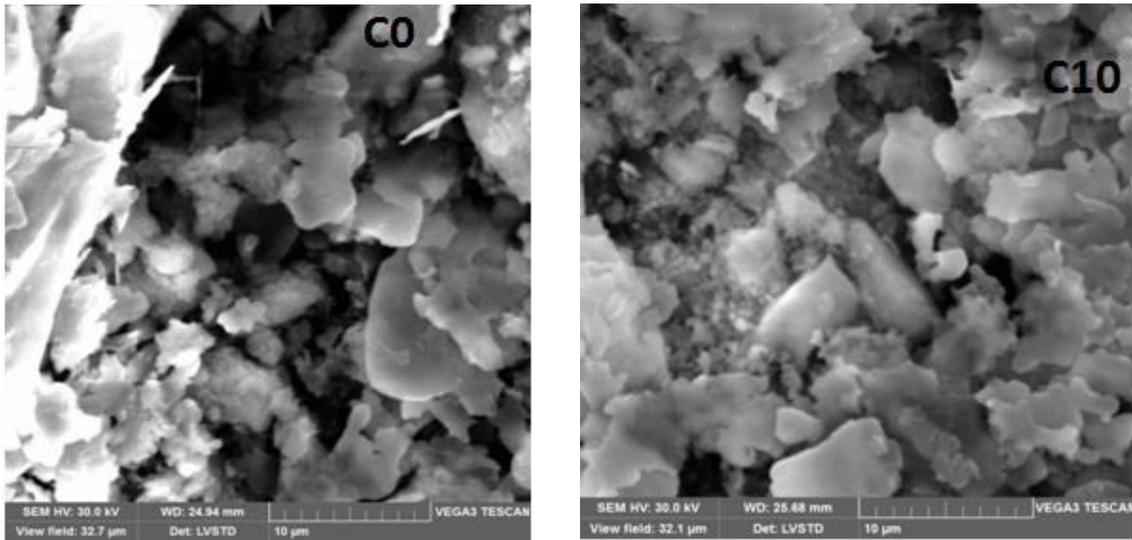


Figure 5-22: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 à l'âge de 90 jours d'hydratation (magnification 10 microns)

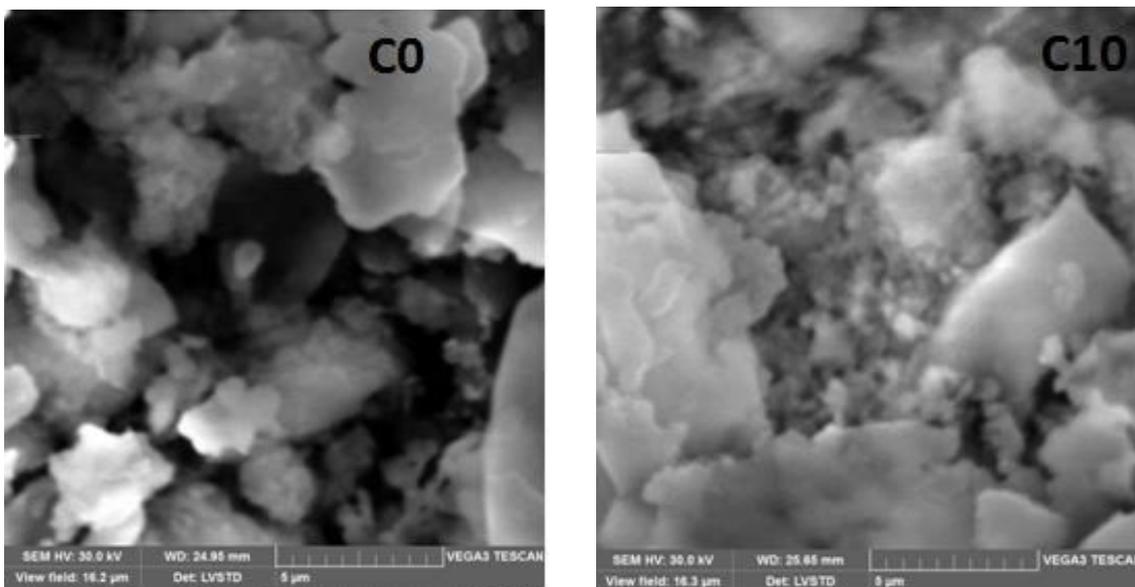


Figure 5-23: microscopie électronique à balayage du ciment de référence C0 et du ciment C10 à l'âge de 90 jours d'hydratation (magnification 5µm)

La comparaison de ces images montre une distribution poreuse et hétérogène des particules de l'échantillon C0 par contre, on observe une distribution dense et homogène de l'échantillon C10; dans la quelle des particules fines avec un diamètre inférieur à 0.5 microns entour des particules avec un diamètre compris entre 2 et 8 microns et des particules minces avec une surface supérieure a 10 microns. Cette densification de la structure est due à la formation d'une masse dense des produits hydratés ayant des microspores. La densification de la structure de l'échantillon C10 peut expliquer l'augmentation de la résistance mécanique à long terme. Et confirme ainsi l'effet pouzzolanique des déchets de brique.

5.3. Estimation de l'émission de dioxyde de carbone

Dans la littérature, l'on trouve que l'émission de gaz carbonique CO_2 générée par l'industrie cimentaire est proportionnelle à la production. En nous basant sur la formule donnée par [16], on peut estimer la quantité de CO_2 émise par tonne de ciment produite.

Le CO_2 émis par la production du ciment est due à la décarbonatation du calcaire utilisé comme matière première pour la fabrication du clinker et aux combustibles nécessaires à la calcination du clinker.

$$E_{cal} = (K_c \cdot \text{CaO}_{clinker} \cdot \text{Clinker}_{ciment}) C_p \quad \text{Eq. (5-3)}$$

Avec:

K_c : Coefficient égal à $0.785 \text{ (g/mol de } \text{CO}_2\text{) / (g/mol de CaO)}$;

$\text{CaO}_{clinker}$: pourcentage de CaO dans le clinker ;

Clinker_{ciment} : pourcentage du clinker dans le ciment,

C_p : production annuelle du ciment.

Appliquons cette formule pour le ciment de référence (C0) et le ciment contenant 10% de poudres de briques (C10). La production de ciment en Algérie sera estimée à hauteur de 19 millions de tonnes pour l'année 2017.

Selon les résultats de l'analyse chimique, le pourcentage de CaO dans le clinker est de 0.668; le pourcentage du clinker dans le ciment sans ajout (C0) est de 95% ; et enfin le pourcentage du clinker dans le ciment contenant 10% de poudres de briques (C10) est de 85%.

En appliquant la formule (5-4), on trouve:

CO_2 émis par le procédé de calcination du calcaire.

$$\left. \begin{array}{l} E_{cal} = 9.36 \text{ millions de tonnes pour (C0).} \\ E_{cal} = 8.47 \text{ millions de tonnes pour (C10).} \end{array} \right\} \text{ Soit une réduction de 9\%.}$$

L'émission de CO_2 par les combustibles est la même pour les deux échantillons.

Ainsi la substitution de 10% de clinker par des déchets permet de réduire en Algérie, l'émission en CO_2 de plus 0.89 millions de tonnes/an.

5.4. Synthèse des résultats acquis

Dans le tableau suivant, nous synthétisons l'ensemble des résultats des différents essais réalisés. Les valeurs préconisées par les normes Algériennes sont également présentées pour comparaison.

Tableau 5-13: caractéristiques des ciments élaborés

Pourcentage de brique (%)	0	5	10	15	20	25	30	35	NA 442
Resistance à la compression à 2 jours(MPa)	18.3	18.3	16.6	16	14.2	14.2	14.7	10.9	≥ 12.5
Resistance à la compression à 28 jours (MPa)	50.9	51.3	47.2	47.9	45.8	44.9	45.4	41.9	≥ 42.5
Retrait (µm/m)	680	680	655	650	615	615	585	585	≤ 1000
Expansion (mm)	0.20	0.11	0.13	0.07	0.07	0.02	0.00	0.00	≤ 10
Temps du début (min)	244	220	208	198	192	187	183	170	≥ 60
Teneur en SO ₃ (%)	2.30	2.27	2.23	2.20	2.18	2.14	2.12	2.10	≤ 5.0
Perte au feu (%)	3.02	2.87	3.28	2.91	3.06	3.08	2.70	3.02	≤ 3.5
Teneur en MgO (%)	1.63	1.67	1.72	1.75	1.79	1.82	1.85	1.88	≤ 5.0

5.5. Fiche technique du nouveau ciment élaboré

On utilise en Algérie pour les ciments la norme NA442. Elle impose des limites de composition destinées à garantir une cuisson convenable du clinker et l'obtention d'un produit sain. Il est prévu, pour les éléments constitutifs tels que l'aluminate tricalcique (C_3A), le trioxyde de soufre (principalement SO_3 , provenant du gypse d'addition) et l'oxyde de magnésium (MgO), des limites qui varient avec les types de ciments. Des limites de comportement sont également imposées aux propriétés physiques telles que durée de prise, surface spécifique, et résistance à la compression à différents âges. Les spécifications générales de cette nature permettent de mettre au point des méthodes d'essai du ciment. Dans le cas du contrôle de qualité en usine, il est également nécessaire d'exécuter des essais à divers stades de la fabrication. Il est, par exemple, nécessaire de déterminer la composition du mélange cru et celle du clinker.

Bien qu'on ait mis au point des méthodes d'essai et déterminé des limites, on n'indique ordinairement pas, dans les spécifications générales, les limites relatives à certaines propriétés qui cependant intéressent souvent l'utilisateur de ciment Portland. Les fausses prises et les prises en masse appartiennent à cette catégorie. Elles se présentent en général assez rarement.

La spécification générale contient une limitation qui présente de l'importance en ce sens qu'elle n'assure pas l'obtention de propriétés uniformes des mélanges préparés pour bétons. L'utilisateur de ciment Portland peut cependant spécifier simultanément une limite supérieure et une limite inférieure concernant les propriétés qui présentent pour lui une importance particulière. Dans une large mesure, le type de ciment Portland et ses diverses propriétés déterminent le comportement du béton aussi bien à l'état plastique qu'à l'état solidifié. Le béton in situ étant, en totalité ou en partie, fabriqué sur chantier, il est essentiel que les responsables des études et de la construction d'un bâtiment aient une bonne connaissance pratique du ciment et de ses diverses modifications.

La fiche ci-dessous illustre la composition moyenne du nouveau ciment produit, ainsi que les valeurs requises par la Norme Algérienne.

FICHE TECHNIQUE

CIMENT CPJ – CEM II / A 42,5 (NA 442)

Valeurs moyennes

Composition chimique

	(%)
Perte au feu	3.23
Teneur en CaO libre	2.00
Teneur en sulfates SO ₃	2.23
Teneur en chlorures (Cl)	0,01
Teneur en oxyde de magnésium MgO O	1,72
Résidus insolubles (%)	7.89

Composition minéralogique du clinker (Bogue)

	(%)
Silicate tricalcique C ₃ S	60
Silicate bicalcique C ₂ S (%) :	16
Aluminate tricalcique C ₃ A (%) :	10
Aluminoferrite tetracalcique C ₄ AF(%)	9

Propriétés physiques

Masses volumiques apparentes (g/dm ³)	930
Masses volumiques absolues (kg/m ³)	3040
Expansion (mm)	0.13
Temps du début (min)	220
Temps de fin (min)	283
Consistance normale (%)	25.6
Retrait à 28 jours	
Surface spécifique (m ² /g) :	4080

Propriétés mécaniques

Résistance à la compression à 2 jours (MPa)	16.6
Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	47.2
Résistance à la compression à 90 jours (MPa)	56.2
Résistance à la flexion 2 jours (MPa)	3.69
Résistance à la flexion 28 jours (MPa)	7.47
Résistance à la flexion 90 jours (MPa)	7.83

Le **CIMENT CPJ-CEM II/A 42.5N -NA442-** est un ciment résultant de mouture de 85% du clinker, 10% de déchets de brique et 5% de gypse.

Ce ciment répond aux exigences des normes Algériennes **NA442**.

Domaine d'utilisation

Le **CIMENT CPJ-CEM II/A 42.5** est préconisé pour tous les travaux de bétons.

Laboratoire de génie civil et hydraulique (LGCH)

Université 08 Mai 1945 Guelma, Algérie

Références bibliographiques du cinquième chapitre

- [1] www.schs.dz, consulté le 23 Novembre 2017.
- [2] Norme Algérienne NA442., Liants hydrauliques - ciments courants: Composition, spécifications et critères de conformité. 2^{ème} Edition. Edition IANOR. Algérie. 2000.
- [3] Cherait Y., Nafa Z., *Elément de matériaux de construction et essais*. Direction des publications universitaires de Guelma, Algérie (2006).
- [4] Samet B., Mnif T., Chaabouni., Use of kaolinitic clay as a pozzolanic material for cements: Formulation of blended cement. *Cement and Concrete Composites* 29 (2007) 741-749.
- [5] Barger GS., Hansen ER., Wood MR., Neary T., Beech DJ, Jaquier D., Production and use of calcined natural pozzolans in concrete. *Cement Concrete Aggregat* 23(2) (2001) 73-80.
- [6] Bai J., Wild S., Sabir B.B., Kinuthia, J.M., 1999. Workability of concrete incorporating PFA and metakaolin. *Magazine Concrete Research*, 207-216. DOI: <http://dx.doi.org/10.1680/mac.1999.51.3.207>
- [7] O'Farrell M., Sabir B.B., Wild S., Strength and chemical resistance of mortars containing brick manufacturing clays subjected to different treatments. *Cement and Concrete Composite*, 28 (2006) 790-799. DOI:10.1016/j.cemconcomp.2006.05.014
- [8] Chicouhe M.A., Influence de l'ajout pouzzolnique(argile cuite) sur les caractéristique physico-chimiques des ciments. Université de Mohamed Boudiaf Msila. (2004).
- [9] Giniewek J., Réactivité des montmorillonites calcinées. Utilisation dans le génie civil. Thèse. INSA de Lyon, (1987) p 184.
- [10] Kakali G., Perrakit ., Tsvillis et al., Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. *Applied Clay Science*, vol 20(2001), 73-80.
- [11] Sanchez M.I., Marin F., Rivera J, Frias M., Morphology and proprieties in blended cements with ceramic wastes as a pozzolanic material.(2008).
- [12] Wild S., Khatib J.M., O'Farrell M., Sulphate resistance of mortar containing ground clay brick calcined at different temperatures. *Cement and Concrete Research*, 28 (1) (1998) 83-92.
- [13] O'Farrell M., Khatib JM., Wild S., Porosity and pore size distribution of mortar containing ground calcined brick clay. In: *Proceedings of the fifth international conference on modern building materials, structures and techniques*, vol. 1. Lithuania, Vilnius; (1997). 33-8.
- [14] Wild S., Khatib J.M., O'Farrell M., Sulphate resistance of mortar containing ground clay brick calcined at different temperatures. *Cement and Concrete Research*, 28 (1). (1998). 83-92.
- [15] Sabir BB., Wild S., Bai J., Metakaolin and calcined clays as pozzolanic for concrete: a review of *Cement Concrete Composition* 23 (2001) 441-454.

- [16] Tolido Filho RD., Gonçalves JP., Americano BB., Fairbairn EM.R., Potential for use of crushed waste calcined-clay brick as a supplementary cementitious material in Brazil, *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 1357-1365.
- [17] Turgut P., Manufacturing of building bricks without Portland cement. *Journal of Clean Produc*, 37 (2012) 361-367. DOI: 10.1016/j.jclepro.2012.07.047
- [18] Ylme'n R., Jaglid U., Steenari BM., Panas I., These Early hydration and setting of portland cement monitored by IR, SEM and vicat techniques. 2013.
- [19] Ylme'n R., and Jaglid U., Steenari B.M., Panas I., Early hydration and setting of Portland cement monitoredby IR, SEM and Vicat techniques. *Cement and Concrete Reseache* 39 (2009) 433-439.
- [20] Thiruppathi K., Barathan S., Anandhan N., Sivakumar G., Effect of Fly Ash and Water in Hydrated Srpc-A Ftir Study. *Applied Physics Research* 1 (2) (2009) 59-67.
- [21] Khalil A., Infrared spectroscopic studies of the hydration product. *Cement and Concrete Research* 12 (1982) 21–24. [24] Sheikh, Barua. X-RAY diffraction and FTIR of bricks. *Indian journal of pure &applied physics*, 51(2013) 745-748.
- [22] Mollah M.Y.A., Wenhong Y.U, Schennach, R., Cock D.A., Fourier transforms infrared spectroscopic investigation of the early hydration of portland cement and the influence of sodium lignosulfonate. *Cement and Concrete Research*. 30 (2000)267–273.
- [23] Ylme'n R., Jaglid U., Carbonation of Portland cement studied by diffuse reflection Fourier transform Infrared spectroscopy .*International Journal of Concrete Structures and Materials* 7 (2) (2013) 119-125.
- [24] Chakchouk A., Trifi L., Samet B., Bouaziz S., Formulation of blended cement: Effect of process variables on clay pozzolanic activity. *Construction and Building Materials* 23 (2009) 1365-1373.

CONCLUSIONS GENERALES

CONCLUSIONS GENERALES

En Algérie la consommation en ciment ne fait que s'accroître et cette tendance va perdurer dans le temps, à cause des besoins considérables en logements et autres structures. La valorisation de sous produits industriels, dont notamment les déchets de briques, permet de résoudre beaucoup de problèmes liés à l'industrie cimentaire. Du point de vue économique, le ciment portland est le composant le plus onéreux au cours de la production du béton, puisqu'il est un matériau à forte intensité énergétique. La plupart des ajouts susceptibles de remplacer le ciment dans le mortier ou le béton sont des sous-produits, et à ce titre, ils nécessitent relativement moins d'énergie, et sont moins coûteux que le ciment portland (le coût est souvent égal au coût du transport et de la manipulation) ce qui a pour conséquence de réduire le prix de revient du matériau béton.

Du point de vue écologique et environnemental, la production d'une tonne de ciment portland libère dans l'atmosphère une quantité quasi équivalente de gaz carbonique (CO_2). L'utilisation des ajouts cimentaires permet ainsi de préserver les ressources naturelles non renouvelables nécessaires à la production du clinker (argile, calcaire et combustibles fossiles).

L'objectif de ce travail de recherche était d'étudier la possibilité de fabriquer des nouveaux ciments composés obtenus par substitution partielle du clinker (entre 5 et 35%) par les déchets de brique finement broyés.

Après une série d'essais de caractérisation chimique, physique et mécanique référencier selon les normes Algériennes sur les liants hydrauliques, nous avons tiré les conclusions suivantes:

1. Un gain de résistance à la compression et à la flexion est observé à l'âge de 90 jours pour les ciments composés à base de déchet de brique. Ce gain est dû à la formation prolongée du gel C-S-H secondaire formé par la réaction de la silice amorphe contenu dans la brique avec la la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ issue de l'hydratation du clinker. Cependant, l'ajout de brique ne confère par aux mortiers ainsi réalisés de bonnes résistances à court et à moyen terme (aucun gain de résistance n'est observé à l'âge de 2,7 et 28 jours). Ce résultat à été confirmé par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) et expliqué par la polymérisation des unités des silicates et le démarrage retardé de la réaction pouzzolanique (démarrage entre 7 et 28 jours).

2. L'incorporation de la brique finement broyée dans le ciment améliore les propriétés physiques des nouveaux liants à savoir: réduction du retrait, faible expansion. Cette amélioration est expliquée par l'affinement des pores dans la structure, par la formation successive des C-S-H secondaire accompagnée d'une réduction de la porosité et de la perméabilité de la microstructure. Ces

explications son confirmés par l'observation au Microscopie électronique à balayage (densification de la structure) et par spectroscopie (IRTF).

3. Les masses volumiques des nouveaux ciments composés sont plus faibles, ce qui peut être un avantage pour les structures lourdes.

4. Les temps de prise sont accélérés de manière concomitante avec la teneur de poudres incorporée dans le ciment.

5. Due essentiellement à la grande finesse de la poudre de brique, la demande en eau pour la consistance normale des pâtes de ciment à légèrement augmentée par rapport à celui de la pâte de référence.

Réglementairement, toutes les exigences de la Norme Algérienne NA 442 (2000) qui traite les liants hydrauliques ont été vérifiées pour l'ensemble des ciments élaborés pour une classe de résistance de 42,5. Enfin la substitution de 10% de clinker par de la poudre de brique contribue à la préservation de l'environnement. En effet, nous estimations montrent que l'émission de CO₂ est réduite de 9% par rapport à un ciment sans ajout.

Finalement, la composition optimale proposée pour l'élaboration du nouveau ciment composé doit contenir les proportions, en masses suivantes:

- ✚ 85 % de clinker,
- ✚ 10 % de déchet de brique ;
- ✚ 5 % de gypse.

PERSPECTIVES

Perspectives

Focalisée sur la faisabilité de substituer une partie du clinker par de la poudre de déchets de briques, cette étude a permis de répondre à la problématique posée, et a conduit à la proposition d'une fiche technique du nouveau liant, qui peut constituer une alternative aux traditionnels ciments composés de classes CEMII.

En ce qui concerne un approfondissement de cette étude de formulation et de caractérisation du nouveau liant:

- ▶ Un élargissement des matériaux étudiés;
- ▶ Faisabilité technologique

S'agissant du premier point, il serait nécessaire de tester plusieurs autres résidus industriels ou naturels,

S'agissant du second point, l'applicabilité industrielle doit être encore étudiée avec soin en transcrivant des valeurs des propriétés rhéologiques de la pâte cimentaire en données simples et accessibles.

- ▶ Enfin, étudier le comportement des bétons élaborés avec le nouveau ciment sous différentes atmosphères, pour déterminer avec exactitude sa durabilité.

ANNEXES

Annexe I

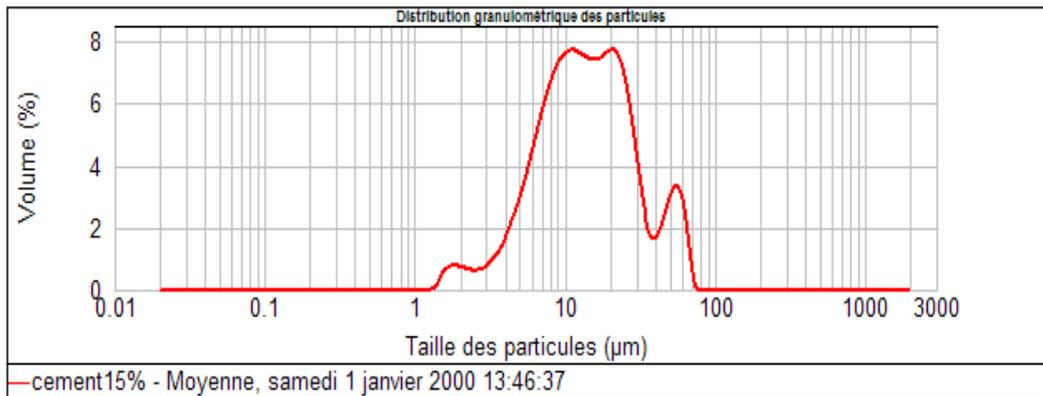
Liste des normes sur les ciments

Norme	Désignation	Equivalence
NA 227	Ciments – Conditions générales d’essais.	
NA 228	Ciments – Appareils de Vicat et moule tronconique.	
NA 229	Ciments - Détermination de la consistance normale de la pate de ciment	NE 2-1-003:1984
NA 230	Ciments – Détermination du temps de prise.	
NA 232	Ciments – Détermination de l’expansion à chaud et à froid (Le Chatelier).	NF P 15-432:1963
NA 233	Ciments – Détermination de la silice.	
NA 234	Méthodes d’essais des ciments - Détermination des résistances mécaniques.	EN 196-1: 2005
NA 235	Ciments – Détermination de la perte au feu.	
NA 236	Ciments – Détermination des insolubles.	
NA 440	Ciment - Méthodes d’essais des ciments – Détermination du retrait et du gonflement.	
NA 441	Ciments - Essai de fissurabilité	P 15-434: 1960
NA 442	Ciment - Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants	EN 197-1: 2001 P 15-101-1
NA 523	Liants hydrauliques - Sable normal et mortier normal.	
NA 1952	Méthodes d’essais des ciments - Essais de pouzzolanité des ciments pouzzolaniques	EN 196-5:1990 P 15-475
NA 5026	Liants hydrauliques – Vérifications de la qualité des livraisons – Emballage – Marquage.	
NA 5042	Méthodes d’essais des ciments – Analyse chimique des ciments.	EN 196-2:2005
NA 5044	Liants hydrauliques - Méthode pratique instrumentale d’analyse des ciments par spectrométrie de fluorescence des rayons X.	P 15-467: 1985

Annexe II

Résultats de l'essai de granulométrie par diffraction laser de la poudre de brique

Concentration:	0.0067 %Vol	Moyenne en volume D[4,3]:	18.147 μm	Surface spécifique:	0.595 m^2/g
Span (10% - 90%):	2.341	Moyenne en surface D[3,2]:	10.089 μm	Uniformité:	0.718
Type de distribution:	Volume				
	d(0.1): 5.347 μm	d(0.5): 13.828 μm	d(0.9): 37.714 μm		



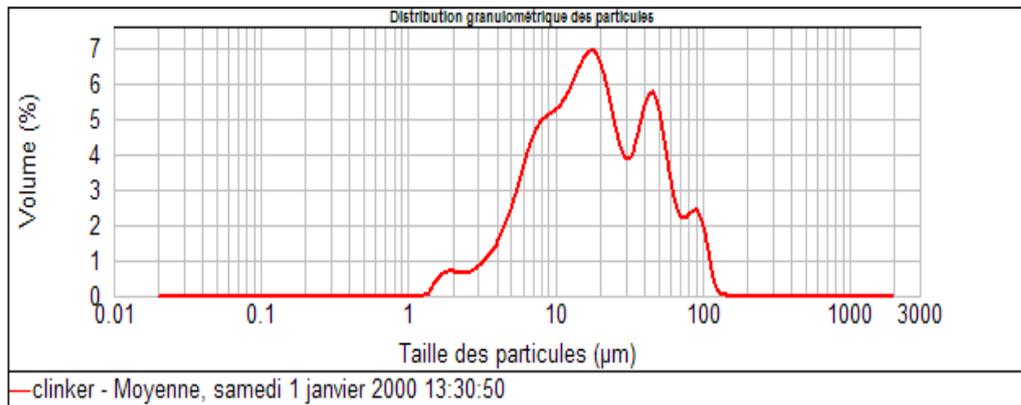
Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	4.66	50.238	2.47	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	5.24	56.368	2.41	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.00	8.934	5.62	63.246	1.28	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.01	10.024	5.79	70.963	0.03	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.34	11.247	5.78	79.621	0.00	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.56	12.619	5.67	89.337	0.00	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.58	14.159	5.57	100.237	0.00	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.47	15.887	5.76	112.468	0.00	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.48	17.825	5.82	126.191	0.00	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.59	20.000	5.49	141.589	0.00	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.78	22.440	4.60	158.866	0.00	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	1.06	25.179	3.27	178.250	0.00	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	1.42	28.251	2.03	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	1.90	31.698	1.30	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	2.50	35.566	1.31	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	3.20	39.905	1.90	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	3.96	44.774		316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	0.00	7.096		50.238		355.656	0.00		

Notes de l'opérateur :

Annexe II

Résultats de l'essai de granulométrie par diffraction laser de la poudre de clinker

Concentration:	0.0063 %Vol	Moyenne en volume D[4,3]:	26.702 μm	Surface spécifique:	0.509 m^2/g
Span (10% - 90%):	3.007	Moyenne en surface D[3,2]:	11.796 μm	Uniformité:	0.945
Type de distribution:	Volume				
	d(0.1): 5.642 μm	d(0.5): 17.926 μm		d(0.9): 59.546 μm	

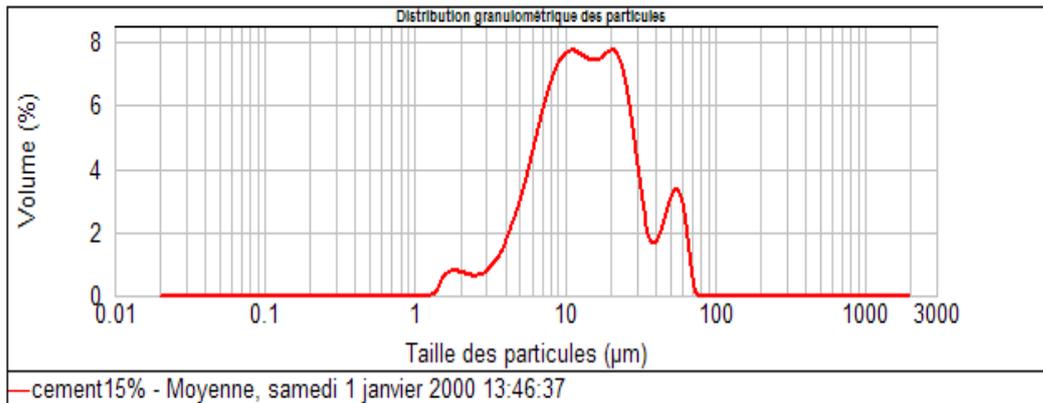


Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	3.53	50.238	3.69	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	3.76	56.368	2.70	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.01	8.934	3.88	63.246	1.89	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.02	10.024	4.00	70.963	1.64	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.05	11.247	4.23	79.621	1.78	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.08	12.619	4.56	89.337	1.78	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.10	14.159	4.91	100.237	1.25	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.12	15.887	5.16	112.468	0.35	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.15	17.825	5.14	126.191	0.02	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.18	20.000	4.75	141.589	0.00	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.22	22.440	4.05	158.866	0.00	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.657	0.27	25.179	3.33	178.250	0.00	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	4.177	0.33	28.251	2.92	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.777	0.40	31.698	3.00	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	0.48	35.566	3.52	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	0.57	39.905	4.14	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	0.67	44.774	4.30	316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	0.79	50.238		355.656	0.00		

Annexe II

Résultats de l'essai de granulométrie par diffraction laser de la poudre de l'échantillon C15.

Concentration:	0.0067 %Vol	Moyenne en volume D[4,3]:	18.147 μm	Surface spécifique:	0.595 m^2/g
Span (10% - 90%):	2.341	Moyenne en surface D[3,2]:	10.089 μm	Uniformité:	0.718
Type de distribution:	Volume				
	d(0.1): 5.347 μm	d(0.5): 13.828 μm	d(0.9): 37.714 μm		



Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %	Taille (μm)	Volume en %
0.020	0.00	0.142	0.00	1.002	0.00	7.096	4.66	50.238	2.47	355.656	0.00
0.022	0.00	0.159	0.00	1.125	0.00	7.962	5.24	56.368	2.41	399.052	0.00
0.025	0.00	0.178	0.00	1.262	0.01	8.934	5.62	63.246	1.28	447.744	0.00
0.028	0.00	0.200	0.00	1.416	0.34	10.024	5.79	70.963	0.03	502.377	0.00
0.032	0.00	0.224	0.00	1.589	0.56	11.247	5.78	79.621	0.00	563.677	0.00
0.036	0.00	0.252	0.00	1.783	0.58	12.619	5.67	89.337	0.00	632.456	0.00
0.040	0.00	0.283	0.00	2.000	0.53	14.159	5.57	100.237	0.00	709.627	0.00
0.045	0.00	0.317	0.00	2.244	0.47	15.887	5.60	112.468	0.00	796.214	0.00
0.050	0.00	0.356	0.00	2.518	0.48	17.825	5.82	126.191	0.00	893.367	0.00
0.056	0.00	0.399	0.00	2.825	0.59	20.000	5.76	141.589	0.00	1002.374	0.00
0.063	0.00	0.448	0.00	3.170	0.78	22.440	5.49	158.866	0.00	1124.683	0.00
0.071	0.00	0.502	0.00	3.557	1.06	25.179	4.60	178.250	0.00	1261.915	0.00
0.080	0.00	0.564	0.00	3.991	1.42	28.251	3.27	200.000	0.00	1415.892	0.00
0.089	0.00	0.632	0.00	4.477	1.90	31.698	2.03	224.404	0.00	1588.656	0.00
0.100	0.00	0.710	0.00	5.024	2.50	35.566	1.30	251.785	0.00	1782.502	0.00
0.112	0.00	0.796	0.00	5.637	3.20	39.905	1.31	282.508	0.00	2000.000	0.00
0.126	0.00	0.893	0.00	6.325	3.96	44.774	1.90	316.979	0.00		
0.142	0.00	1.002	0.00	7.096		50.238		355.656	0.00		

Notes de l'opérateur :

Nouvelle élaboration d'un liant hydraulique

Doctorante : NIGRI Ghania

Encadreur : Dr.CHERAIT Yacine

Publications internationale et nationale:

- 1) NIGRI G., CHERAIT Y., NIGRI S., "**Characterization of eco-substituted cement containing waste ground calcined clay brick**". Canadian Journal of Civil Engineering, Aout 2017.
- 2) NIGRI G., CHERAIT Y., BENOUIS H., "**Vers l'élaboration d'un nouveau ciment composé à base de déchets de briques**". Revue Equipement, N° 50, Décembre 2011.

Communications internationales:

- 1) CHERAIT Y., NIGRI G., "**Valorization of granulated slag for the manufacture of high fumace cements**", 10th International Congress on Advances in Civil Engineering, Middle East Technical University, Ankara, Turkey, 17-19 October 2012.
- 2) NIGRI G., CHERAIT Y., "**Valorisation des déchets de briques dans l'industrie cimentaire**", 1^{ier} Congrès International de Génie Civil et d'Hydraulique, 10-11 Décembre 2012, Université 08Mai 45, Guelma, Algérie.
- 3) NIGRI G., CHERAIT Y., "**Valorisation des déchets de briques dans l'industrie cimentaire**", 1^{iere} Conférence Internationale sur la Mécanique des Matériaux et des Structures, MSM2014, 19-20-21 Novembre 2014, Marrakech, Maroc.