

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



Université 08 mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la technologie
Département de Génie des Procédés



MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Spécialité : Matériaux et Génie des Procédés

Option : Matériaux et traitements de surfaces



ETUDE STRUCTURALE ET TEXTURALE DES CIMENTS

Présenté par :

M^r ZAAFOUR Mohamed

Encadré par :

D^r NEMAMCHA Abderrafik

Juin 2011

Remerciements



Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au CETIM sous la direction du monsieur Daoud Je le remercie pour son accueil à CITIM.

Je tien à remercier D^r NEMAMCHA Abde Rafik, et je lui témoigne toute ma gratitude pour son aide précieuse et qu'il soit sure que jamais je ne pourrai le remercier assez.

Mes vifs remerciements vont principalement à M^{elle} OULED Echikh pour son aide scientifique, disponibilité au sein du CETIM, ces précieux conseils et sa patience mène à bien.

Qu'il me soit permis de remercier toutes les personnes qui m'ont apporté aide et soutien dans mes travaux de recherche. Je pense à tous les membres du département de Génie Des Procédés.

Je tiens particulièrement à nommer : P^r.AFFOUN Abed Mohamed, M^{me} BOUFELFEL Lynda, M^{me} NADJI, et tous mes enseignants du primaire jusqu'à l'université.

Et en exception, Mr ZAAFOUR Bachir et ça femme REBAI Hassina, ZAAFOUR Sadek, aussi Mme SAHAROUI sans oublier HAFAAA.

Un grand merci pour toutes mes collègues au laboratoire, pour leur complicité et pour leur amitié.

Une dernière pensée pour ma famille et les êtres qui me sont chers.

Dédicace



A mes parents

A mes frères et sœurs

A tous mes amis

A ma grand-mère

en exception mon ami d'enfance BOUABDALAH Fayza

A tous ceux qui me sont chères



Table des matières



Table des matières

Liste des figures.....	1
Liste des tableaux.....	ii

Introduction

Introduction	01
Historique	04

Chapitre I

Généralités sur les ciments

I.1. Définitions.....	06
I.1.1. Les liants hydrauliques	06
I.1.2. Le ciment	06
I.1.3. Le ciment portland.....	06
I.2 Les principaux constituants du ciment Portland.....	06
I.1. Définitions.....	06
I.1.1. Les liants hydrauliques	06
I.2.1. Constituons mineurs du ciment	07
I.2.2. Composition moyenne du ciment Portland	07
I.3. Proportions des matières premières et composition potentielle des ciments	08
I.3.1 Composition potentielle (équations de Bogue)	09
I.3.2. Les hypothèses de Bogue	09
I.4. Les différents types du ciment	09
I.4.1. Les ciments Portland	09
I.4.2. Les autres ciments	10

I.4.3. Diagrammes de phases	11
I.5. Fabrication du ciment	12
I.5.1. Les matières premières	12
I.5.2. Les procédés de fabrication	12
I.5.2.1. La voie humide	12
I.5.2.2. La voie sèche	13
I.5.2.3. La voie semi-humide	13
I.5.2.4. La voie semi-sèche	14
I.5.3. Les étapes de Fabrication du ciment	14

Chapitre II

Les ajouts du ciment

II.1. Définition des ajouts minéraux	16
II.2. Classification des ajouts.....	16
II.3. Rôle des ajouts	17
II.4. Classification des ajouts minéraux	18
II.4.1 Principaux ajouts minéraux inertes	18
II.4.1.1 Fillers calcaires	18
II.4.2. Les ajouts minéraux actifs	19
II.4.2.1. La pouzzolane	19
II.4.2.1.1. Propriétés et caractéristiques des pouzzolanes	20
II.4.2.1.2. Propriétés hydrauliques	20
II.4.2.1.3. Propriétés physiques de remplissage	20
II.4.2.2. La fumée de silice	21
II.4.2.3. Le laitier de haut fourneau	22
II.4.2.3.1. Caractéristiques des laitiers	23

II.4.2.4. Les cendres volantes	25
II.5. L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux	27

Chapitre III

Les techniques d'analyse

III.1. Analyse par la Diffraction de Rayons X	29
1- Historique	29
2- Diagrammes de poudres de Debye-Scherrer - Protocole et ? ? ?	29
3- Application aux matériaux cimentaires	33
4- Mode opératoire	34
III.2. Analyse par spectromètre de fluorescence des Rayons X	34
III.3. L'analyse par microscopie Optique	35

Chapitre IV

Résultats et discussions

VI.1. Introduction	37
VI.1.1. Choix des échantillons	37
VI.2. Les ajouts	37
VI.2.1. Laitier	37
VI.2.1.1. Analyse du laitier par fluorescence des rayons X.....	37
VI.2.1.2. Analyse du laitier par diffraction des rayons X	38
VI.2.1.3. Analyse du laitier par microscopie optique	39
VI.2.2. Calcaire	40
VI.2.2.1. Analyse du calcaire par fluorescence des rayons X	40
VI.2.2.2. Analyse du calcaire par diffraction des rayons X	41

VI.2.3.1. Analyse de la pouzzolane par fluorescence des rayons X	43
VI.2.3.2. Analyse de la pouzzolane par diffraction des rayons X	44
VI.2.3.3. Analyse de la pouzzolane par microscopie optique	46
VI.3. Le clinker	47
VI.3.1. Analyse du clinker par fluorescence des rayons X	47
VI.3.2. Analyse du clinker par diffraction des rayons X	48
VI.3.3. Analyse du clinker par microscopie optique	49
VI.4. Les ciments	50
VI.4.1. CM a ajout laitier	50
VI.4.1.1. Analyse du ciment avec ajout laitier par fluorescence des rayons X	50
VI.4.1.2. Analyse du ciment avec ajout laitier par diffraction des rayons X	51
VI.4.1.3. Analyse du ciment avec ajout laitier par microscopie optique	52
VI.4.2. CM a ajout calcaire	53
VI.4.2.1. Analyse du ciment avec ajout calcaire par fluorescence des rayons X	53
VI.4.2.2. Analyse du ciment avec ajout calcaire par diffraction des rayons X	54
VI.4.2.3. Analyse du ciment avec ajout calcaire par microscopie optique	55
VI.4.3. CM a ajout pouzzolane	56
VI.4.3.1. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par fluorescence des rayons X	56
VI.4.3.2. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par diffraction des rayons X	57
VI.4.3.3. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par microscopie optique	58
VI.4.4. CM sans ajouts	59
VI.4.4.1. Analyse du ciment sans ajout par fluorescence des rayons X	59
VI.4.4.2. Analyse du ciment sans ajout par diffraction des rayons X	60
VI.4.4.3. Analyse du ciment sans ajout par microscopie optique	61

Conclusion

Conclusion	63
------------------	----

Liste des figures

Numéro de figure	page
Figure 1 : Classification des ajouts minéraux.....	03
Figure 2 : Diagramme de phase de système ternaire SiO ₂ -Al ₂ O ₃ -CaO.....	10
Figure 3 : Diffractométrie X : mesure de l'intensité en fonction de l'angle 2θ de déviation.....	28
Figure 4 : Schéma d'un diffractomètre à compteur.....	29
Figure 5 : Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano.....	31
Figure 6 : Montage θ-θ et θ-2θ	31
Figure 7 : Goniomètre de la marque Bruker-AXS, type D8	32
Figure 8 : spectre de diffraction des rayons X du laitier de haut fourneau.....	37
Figure 9 : Ajout laitier vu en lame mince (lumière polarisée) Obj 5x013 POL.....	38
Figure 10 : spectre de diffraction des rayons X du calcaire.....	40
Figure 11: Vu en lumière polarisée-analysée (Obj 5x0,13 POL).....	41
Figure 12 : spectre de diffraction des rayons X de la pouzzolane.....	43
Figure 13 : Vu en lumière polarisée-analysée (Obj 5x 0,13 POL).....	45
Figure 14 : spectre de diffraction des rayons X du laitier de haut fourneau.....	47
Figure 15 : Vu d'un clinker sur section polie (Obj 20x0, 5 POL).....	48
Figure 16 : spectre de diffraction des rayons X du ciment avec ajout laitier.....	51
Figure 17: Vu microscopique du ciment avec ajout laitier sur section polie (Obj 20x0, 5 POL).....	52
Figure 18: Vu microscopique du ciment avec ajout laitier sur section polie Obj 50x0, 7 POL)....	52
Figure 19 : spectre de diffraction des rayons X du ciment avec ajout calcaire.....	54
Figure 20 : Vu microscopique en section polie (Obj 50x0, 7 POL).....	55
Figure 21 : Vu sur section polie Obj 20x0, 5 POL.....	55
Figure 22 : spectre de diffraction des rayons X du ciment avec ajout pouzzolane.....	57
Figure 23 : Vu du ciment avec ajout pouzzolane sur section polie Obj 50x0, 7 PO	58
Figure 24 : Vu du ciment avec ajout pouzzolane en section polie Obj 20x0, 5 Pol.....	58
Figure 25 : spectre de diffraction des rayons X du ciment sans ajout.....	60
Figure 26 : Figure 26 : Vu du ciment sans ajout sur section polie (Obj 20x0,5 P.....	61

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des ajouts selon leur réactivité	16
Tableau 2 : Les constituants des ciments courants et leur notation conventionnelle	17
Tableau 3 : Composition chimique du laitier	24
Tableau 4 : Composition chimique type de laitiers de haut fourneau	25
Tableau 5 : composition chimique des cendres volantes	26

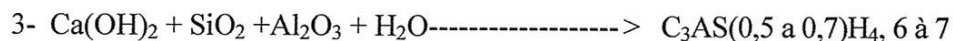
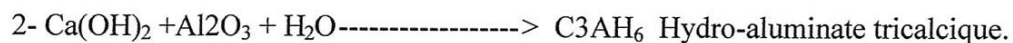
Introduction

Introduction

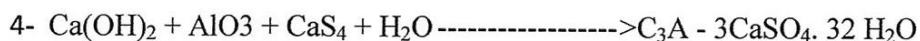
Les ajouts minéraux sont largement utilisés dans la fabrication du ciment dans les pays industriellement développés, du point de vue économique, ils présentent un facteur bénéfique.

Ils sont classés en actifs et inertes, les premiers sont chimiquement actifs et entrent en réaction avec l'oxyde de calcium Ca(OH)_2 , qui se dégage à la suite de l'hydratation du ciment portland. En entrant en réaction avec l'oxyde de calcium ils forment des hydrosilicates de calcium, produits d'hydratation complémentaires. Les ajouts minéraux actifs peuvent être naturels: Roches sédimentaire de type tripoli, diatomite et gaize et roches volcaniques de type tufs, cendres, pouzzolanes, trash, pierres penses vitrophyres. Ils peuvent être artificiels: Laitiers granulés de haut fourneau et de cendres de centrales thermiques "Figure 1".

A l'exception des principaux cendres et laitiers, la majeure partie des ajouts minéraux actifs sont acides, ce qui est dû à une teneur élevée en silice et en alumine qui entrent en réaction avec Ca(OH)_2 .



Hydrogrenats de calcium



Hydrosulfoaluminate de calcium (Etringite)

Parmi les ajouts utilisés dans l'industrie du ciment ont trouvé l'ajout calcaire, laitier, pouzzolane, tuf et cendre volante. Les ciments avec ajout sont développés en France depuis 1979 date à partir de laquelle la norme AFNOR a autorisé leur fabrication et leur commercialisation en même temps qu'elle établissait des exigences très strictes au niveau de

la performance et de la régularité. Ces respects d'exigences ont conduit à des ciments dont le taux d'ajout se situe entre 10 à 25% suivant les classes de la résistance, mais plus généralement autour d'un taux de 20% d'ajout. C'est dans ce contexte que s'insère l'objet de notre travail, il consiste à une étude comparative entre les différents types de ciment avec différents ajouts.

Notre travail s'insère dans cette optique. Il consiste à étudier l'influence des ajouts minéraux sur les propriétés structurales et texturales du ciment.

Le mémoire est présenté quatre chapitres essentiels:

Le premier constitue des généralités sur les ciments et les différents procédés de fabrication.

Dans le deuxième sont présentés les différents ajouts.

Les techniques d'analyse sont regroupées au troisième chapitre.

Le quatrième est consacré à l'exposé des résultats expérimentaux et leurs discussions.

En fin notre travail se termine avec une conclusion.

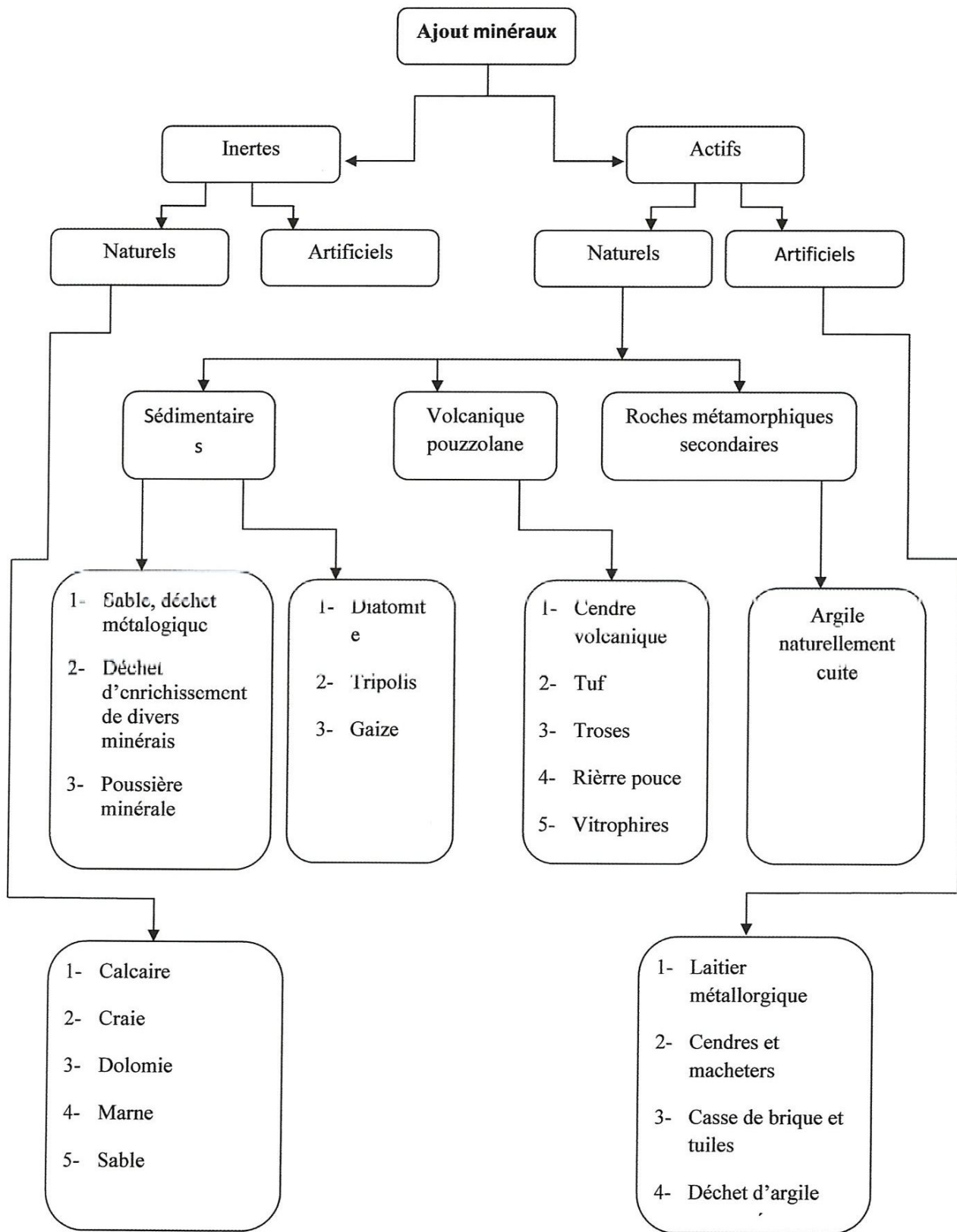


Figure 1 : Classification des ajouts minéraux

Historique

Historique

Les ciments auraient d'abord été inventés par les Égyptiens puis améliorés par les civilisations suivantes par l'utilisation de Chaux. Les Grecs d'Italie le renforcèrent avec des cendres pouzzolaniques, usage repris et généralisé par les Romains. Jusqu'à l'Époque moderne, le ciment est un liant, souvent une chaux, additionnée d'adjuvant comme les tuiles ou briques concassées dont l'argile a des propriétés hydrauliques. La pouzzolane (terre volcanique de Pouzzoles, région de Naples, Italie) est très utilisée comme adjuvant. Le ciment ne prend son acception contemporaine qu'au XIX^e siècle, lorsque Louis Vicat identifie le phénomène d'hydraulicité des chaux en 1817 et celle des ciments (qu'il appelait chaux éminemment hydrauliques ou chaux limites) en 1840.

La recherche sur l'hydraulicité des chaux commence à la fin du XVIII^e siècle pour aboutir vers 1840 avec la fabrication des ciments modernes. Elle concernait les chaux grasses, non hydrauliques qui ne prennent pas sous l'eau, les chaux hydrauliques qui prennent même sous l'eau, les chaux éminemment hydrauliques (riches en argiles) qui prennent très rapidement et les chaux limites (trop riches en argiles) qui prennent très rapidement puis se décomposent (si elles ne sont pas cuites au degré de fusion pâteuse).

En 1796, James Parker découvre sur l'Île de Sheppey, Grande Bretagne, le ciment prompt (une chaux éminemment-hydraulique (L'hydraulique désigne la branche de la physique qui étudie les liquides. En tant que telle, les champs d'investigation qu'elle propose regroupent plusieurs domaines :) ou ciment naturel à prise rapide, cuit à 900° C comme les chaux naturelles ordinaires) qu'il baptise commercialement ciment romain. Ce ciment obtient par la suite, de 1820 à 1920 environ, une grande réputation. Il est fabriqué dans toute l'Europe et sert à faire des moulages au gabarit ou à fabriquer des pierres factices de ciment moulé. Au début du XIX^e siècle (Un siècle est maintenant une période de cent années. Le mot vient du latin saeculum, i, qui signifiait race, génération. Il a ensuite indiqué la durée d'une génération...), toute l'Europe s'active, la France surtout, pour ne rien devoir aux Britanniques ni à la pouzzolane italienne. Et le Français Louis Vicat découvre en 1817 le principe d'hydraulicité des chaux - concernant la proportion d'argile et la température de cuisson - et publie ses travaux sans prendre de brevet. En 1824, le Britannique Joseph Aspdin dépose un brevet pour la fabrication d'une chaux hydraulique à prise rapide qu'il appelle commercialement le ciment portland (car la couleur de son produit ressemble aux célèbres pierres des carrières de la péninsule de « Portland » situées en Manche. C'est un ciment similaire à ceux que décrit Vicat encore que son brevet soit imprécis. Mais il faut attendre 1840, et la découverte des principes d'hydraulicité des ciments lents (dits aujourd'hui ciments portland) toujours par Louis Vicat (société Vicat) - une cuisson à la température (La

température d'un système est une fonction croissante du degré d'agitation thermique des particules, c'est-à-dire de son énergie thermique. Elle est définie par... de fusion (En physique et en métallurgie, la fusion est le passage d'un corps de l'état solide vers l'état liquide. Pour un corps pur, c'est-à-dire pour une substance constituée de molécules toutes identiques, la fusion...) pâteuse soit 1450° C qui permet d'obtenir le clinker - pour voir une réelle fabrication de ces ciments modernes et apparaître ensuite une architecture de béton (Béton est un terme générique qui désigne un matériau de construction composite fabriqué à partir de granulats (sable, gravillons) agglomérés par un liant.) coffré puis béton armé.

Chapitre I

Généralités sur les ciments

Généralités sur les ciments

I.1. Définitions

I.1.1. Les liants hydrauliques

Les liants hydrauliques sont des produits ayant la propriété de durcir au contact de l'eau, et qui, après durcissement, conservent leur résistance et leur stabilité même sous l'eau.

I.1.2. Le ciment

Un ciment dans le sens général est n'importe quel matériau avec des propriétés adhésives.

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 réaction et de processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

I.1.3. Le ciment portland

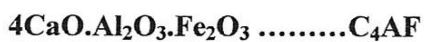
Parmi les ciments courants, le ciment Portland est le plus répandu. Il est constitué essentiellement de clinker et de sulfate de calcium ($CaSO_4 \cdot xH_2O$) (la teneur massique en clinker est cependant supérieure à 95 %).

La couleur grise du ciment courant est due principalement à la présence d'oxydes de fer (Fe_2O_3) et de manganèse (MnO_2).

I.2 Les principaux constituants du ciment Portland

- Le silicate tricalcique (C3S) $3CaO \cdot SiO_2$
- Le silicate bicalcique (C2S) $2CaO \cdot SiO_2$
- L'aluminate tricalcique (C3A) $3CaO \cdot Al_2O_3$
- Le ferroaluminate tétra-calcique (C4AF) $4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$

Les différentes phases minérales du ciment s'écrivent



Les structures du C_3S et du C_2S comportent des impuretés. A cause de cela, les cimentiers

les appellent, respectivement, alite et bélite.

I.2.1. Constituons mineurs du ciment

Les oxydes mineurs les plus importants dans le ciment sont: MgO, Na₂O, K₂O et SO₃, la magnésie (MgO) provient de la dolomite qui est souvent présente avec le calcaire. Les oxydes alcalins K₂O et le Na₂O proviennent en général, de l'argile et des feldspaths.

L'anhydride sulfurique (SO₃) dans le clinker provient des matières, telles que la pyrite (FeS₂), mais aussi du calcaire ou de l'argile et surtout des combustibles utilisés tels que le charbon, le fuel ou le gaz naturel.

Le gypse:

Afin de retarder la prise du ciment, on broie avec le clinker, environ 5% de sulfate de calcium. Ce sulfate de calcium peut se présenter sous forme de gypse (CaSO₄.2H₂O), d'hémi-hydrate (CaSO₄.1/2 H₂O) ou de mélange des deux. Le gypse est souvent associé à de l'anhydrite (CaSO₄).

I.2.2. Composition moyenne du ciment Portland

Chaux CaO.....	60–70
Silice SiO ₂	17–25
Alumine Al ₂ O ₃	3–8
Oxyde de fer Fe ₂ O ₃	1-6
Magnésium MgO.....	0,1-4
Trioxycde de soufre SO ₃	1-3,5
Alcalis Na ₂ O + K ₂ O.....	0,5 - 1,3

a) Clinker :

Le clinker est un matériau obtenu par calcination à 1450°C d'un mélange de calcaire et d'argile constituant la base du ciment.

b) Clinker portland

Le clinker portland, obtenu à la sortie du four à la suite de la cuisson des matières premières constituées principalement de calcaire, d'argile et de matières de correction, est un matériau hydraulique se présentant sous la forme de petits nodules très durs composés essentiellement des phases suivantes :

- silicate tricalcique également dénommé « alite », C₃S dont la formule est 3CaO, SiO₂ ;
- silicate bi-calcique ou « bélite », C₂S, de formule 2CaO, SiO₂ ;
- aluminat C₃A, de formule 3CaO, Al₂O₃
- ferro-aluminat tétra-calcique 4CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃.

c) Cuisson du ciment portland

- Le ciment Portland est obtenu par la cuisson des matières premières qui apportent de la chaux CaO , de la silice SiO_2 , de l'alumine Al_2O_3 et du fer Fe_2O_3 .
- Le calcaire est la matière première prédominante dans le mélange cru alimentant le four, environ (75 à 80%). Il contient en majorité de la calcite CaCO_3 .
- Le calcaire n'est pas assez impur pour contenir les quantités adéquates d'oxydes, pour assurer une bonne composition de matières crues pour l'alimentation du four. Par conséquent, il est nécessaire d'ajouter au calcaire d'autres matières qui fourniront les quantités d'oxydes manquantes. Les autres oxydes sont apportés par l'argile, le sable et le minerai de fer.
- Les oxydes de fer et de l'alumine sont importants pour le processus de cuisson du clinker.

Source de CaO : calcite, aragonite, dolomite,

Source de SiO_2 : quartz, feldspath, opal, argile, micas

Source de Al_2O_3 : argile, feldspath, gibbsite,

Source de Fe_2O_3 : hématite, magnétite, goethite, limonite, sidérite

1.3. Proportions des matières premières et composition potentielle des ciments

Pour corriger la composition chimique de la matière première, on ajoute des additives (des minéraux ou des déchets industriels).

Des minéraux utilisés pour la correction de la matière première peuvent être de la schiste, de l'argile, de la bauxite qui contiennent également des impuretés des alcalis, des chlorures, du MgO .

Les déchets qui peuvent être utilisés pour la production du clinker :

- le laitier des aciéries et des hauts fourneaux.
- les cendres volantes des centrales thermiques
- le calcium carbonate restant de l'industrie du sucre et du papier
- la boue rouge et autres déchets de l'industrie de l'aluminium.
- Les paramètres qui peuvent limiter l'utilisation d'un déchet pour la cuisson du clinker sont leur état physique, la présence des impuretés comme des alcalis, des sulfures, des phosphates, du magnésium, des fluorures, etc.

L'utilisation des déchets peut diminuer la consommation d'énergie par la cimenterie.

La matière première est broyée à une finesse bien définie pour la rendre plus réactive et homogénéisée.

La taille des particules de la matière première est très importante qu'elle est limitée à 0-5 % des particules plus grands que 200 μm et 9-22 % plus grossiers que 70-90 μm .

Le procédé du cuisson est optimisé de la façon à consommer le moins d'énergie possible.

I.3.1 Composition potentielle (équations de Bogue)

En se basant sur certaines hypothèses, Bogue a développé une méthode qui permet de connaître la composition potentielle en minéraux principaux C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF d'un clinker, ou d'un ciment à partir de sa composition chimique.

I.3.2. Les hypothèses de Bogue:

- Toutes les réactions dans le four sont complétées.
- Tout le fer se combine avec l'alumine pour former le C_4AF .
- Toute l'alumine se combine avec la chaux et avec le fer pour former le C_3A et le C_4AF .

I.4. Les différents types du ciment

I.4.1. Les ciments Portland :

a) Le ciment Portland : CEM I

Il contient au moins 95 % de clinker et au plus 5 % de constituants secondaires.

b) Le ciment Portland composé : CEM II/A ou B

Il contient au moins 65 % de clinker et au plus 35 % d'autres constituants : laitier de haut fourneau, fumée de silice (limitée à 10 %), pouzzolane naturelle, cendres volantes, calcaires, constituants secondaires.

c) Le ciment de haut fourneau CEM III

Il contient entre 36 et 95 % de laitier et 5 à 64 % de clinker.

d) Le ciment au laitier et aux cendres CEM V/A ou B

Il contient de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de cendres volantes et de 18 à 50 % de laitier.

I.4.2. Les autres ciments

a) Ciment prompt naturel (CNP) NF P 15314

Le ciment prompt naturel est un produit, à prise rapide, et à résistances élevées à très court terme. La résistance du « mortier 1/1 » (une partie de ciment pour une partie de sable en poids) à 1 heure est de 6 MPa.

Le début de prise commence à environ 2 mn, s'achève pratiquement à 4 mn. Le ciment prompt naturel s'utilise en mortier avec un dosage généralement de deux volumes de ciment pour un volume de sable, et éventuellement en béton. Dans les cas d'urgence nécessitant une prise immédiate (aveuglements de voies d'eau), il est possible de l'employer en pâte pure.

Parmi les nombreux emplois, on peut citer :

scellements ;

- enduits de façade (en mélange aux chaux naturelles), bétons projetés, moulages ;
- colmatage et travaux à la mer ;

Quelques précautions sont à prendre lorsqu'on emploie du ciment prompt naturel : ne pas rebattre un mortier ou lisser un enduit pour ne pas « casser » la prise, éviter particulièrement l'excès d'eau.

b) Ciment alumineux fondu (CA) NF P 15315

Le ciment alumineux fondu est particulièrement adapté aux domaines suivants :

- Travaux nécessitant l'obtention, dans un délai très court, de résistances mécaniques élevées (poutres et linteaux pour le bâtiment, sols industriels) ;
- Ouvrages en milieux agricoles, canalisations, assainissement ;
- Fours, cheminées (bétons réfractaires) ;
- Travaux de réparation ;
- Scellements (en mélange avec du ciment Portland pour la préparation de mortiers à prise réglable).

c) Ciment à maçonner (CM) NF P 15307

Ces ciments, dont les résistances sont volontairement limitées par rapport aux ciments classiques, conviennent bien pour la confection des mortiers utilisés dans les travaux de bâtiment (maçonnerie, enduits, crépis...). Ils peuvent être également utilisés pour la fabrication ou la reconstitution de pierres artificielles.

Ces ciments ne conviennent pas pour les bétons à contraintes élevées ou les bétons armés.

d) Le ciment blanc

La teinte blanche est obtenue grâce à des matières premières très pures (calcaire et kaolin) débarrassées de toutes traces d'oxyde de fer. Les caractéristiques sont analogues à celles des ciments Portland gris (norme NF EN 1971).

Grâce à sa blancheur, le ciment blanc permet la mise en valeur des teintes des granulats dans les bétons apparents. La pâte peut être elle-même colorée à l'aide de pigments minéraux, ce qui fournit des bétons avec une grande variété de teintes tant pour les bétons de structure que pour les bétons architectoniques et les enduits décoratifs. La composition du béton doit être bien étudiée en fonction des granulats et des effets recherchés.

I.4.3. Diagrammes de phases

Pour produire un ciment de composition voulue, les matières premières sont mélangées de façon à former un composé ternaire CSA.

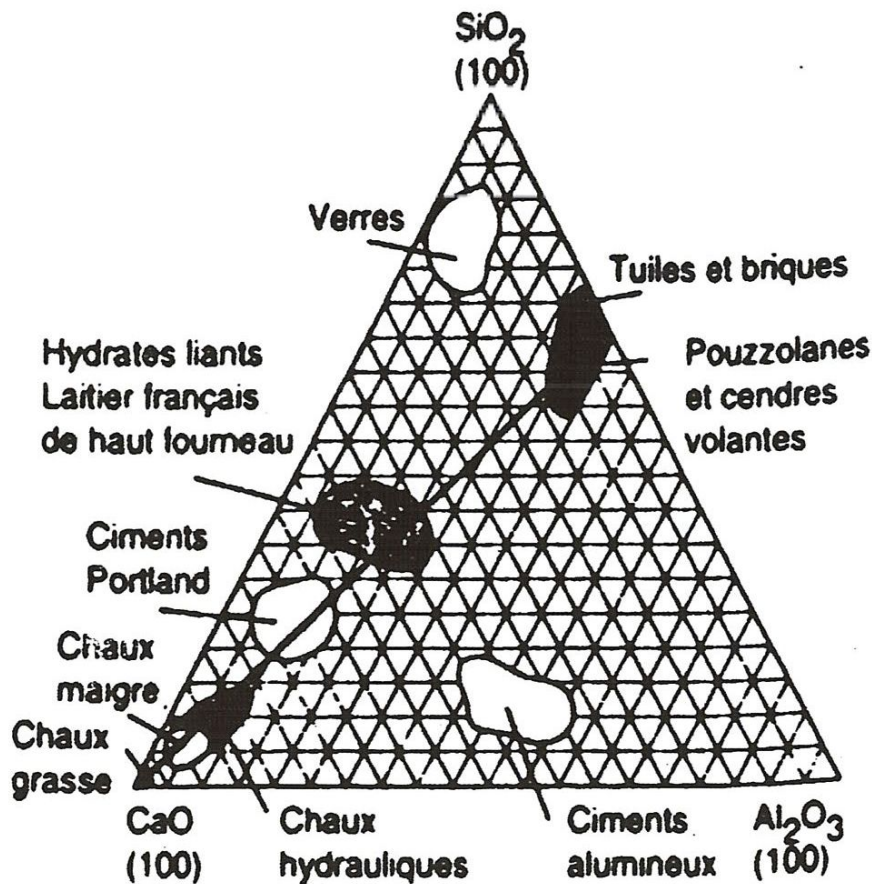


Figure 2 : Diagramme de phase de système ternaire SiO₂-Al₂O₃-CaO

I.5. Fabrication du ciment

I.5.1. Les matières premières

Les matières premières pour la fabrication du Portland contiennent comme matériaux principaux la chaux et la silice, comme agents fondants l'alumine et l'oxyde de fer. D'autres oxydes peuvent être présents et indifférents, ou néfastes. Les sources de chaux sont le calcaire, la craie, les coquillages, la scorie de haut fourneau. Les sources de silice et d'alumine sont l'argile, le schiste, l'ardoise et les scories.

Les spécifications des divers types de ciment Portland impliquent des limitations précises dans le choix des matériaux disponibles : par exemple, si le calcaire est la source unique, il ne dépassera pas des taux d'impuretés tels que : $Al_2O_3 < 4.8\%$; $Fe_2O_3 < 3.8\%$; $MgO < 3.2\%$, alcalins $< 0.4\%$.

Il est de pratique courante de procéder à l'analyse par fluorescence X des clinkers et de corriger en conséquence le mélange des matières premières en continu pour tirer le meilleur parti des matières les moins coûteuses.

On considère le fluor et les alcalins comme impuretés indésirables. Le fluor donne en mauvais comportement aux ciments, les alcalins occasionnent des dépôts dans les fours. Ces dépôts doivent être enlevés périodiquement. Par contre, les sulfates dans le produit fini ne gênent pas.

I.5.2. Les procédés de fabrication

La préparation des matières avant la cuisson se fait par :

- **voie humide** : pâte liquide contenant 28 à 40% d'eau;
- **voie sèche** : farine crue de matières;
- **voie semi-humide** : on essore la pâte liquide de la voie humide;
- **voie semi-sèche** : on humidifie la farine de (b) pour en faire des granules.

La voie humide a été pendant très longtemps la préférée. Cependant, elle a évidemment l'inconvénient de coûter énormément en énergie de séchage.

Dans tous les cas, les matières premières sont réduites à une granulométrie inférieure à 50-90 μm environ puis mélangées.

I.5.2.1. La voie humide

Elle se reconnaît par son gigantesque four rotatif (ses dimensions vont jusqu'à 200 m de long et 6 m de diamètre. Il est alimenté par une pâte liquide et est suivi d'un refroidisseur. Les transformations physico-chimiques se font toutes dans le cylindre rotatif. Le four peut être chauffé par du charbon pulvérisé, du mazout ou du gaz, des déchets organiques. La

combustion doit y être toujours oxydante. Les fumées circulent à contre-courant de la matière. La garniture est en briques à haute teneur en alumine dans la zone chaude, en silico-argileux ailleurs. La matière pâteuse entre par la partie supérieure et est séchée au contact des fumées. Des chaînes suspendues en rideau aux parois du four brassent la pâte en cours de séchage et aident à prévenir la formation d'anneaux ou « *bagues* » qui collent aux parois.

Ces anneaux sont constitués de pâte en cours de séchage avec éventuellement de la poussière qui vient de la zone chaude du four. Cette poussière est elle-même entraînée par le courant gazeux à grande vitesse (6 m/s). La poussière sortant du four avec la fumée doit être captée par des dispositifs dépoussiéreurs (électrostatiques, sacs) car elle représente une perte de production en plus d'une pollution. De plus, des « *bagues* » d'un autre type peuvent se former dans la zone chaude au droit de la flamme. Ces dernières sont dues à la présence de phases vitreuses fondues dans le clinker.

La matière subit d'abord un séchage, puis une déshydratation et décarbonatation. La clinkérisation se produit au droit du brûleur (température : 1300°C à 1450°C). A ce moment, 20 à 30% de la matière sont à l'état fondu; la matière refroidit ensuite pour sortir à 1000-1200°C vers le refroidisseur externe qui la refroidit à l'ambiance. Il faut un temps de transit de 2,5 h dans un four de 60 m dont 20 min à la température maximum. Le clinker chaud sortant du four passe dans le refroidisseur extérieur où un courant d'air froid traverse le lit de matière. Le refroidisseur peut être aussi un four rotatif. L'air préchauffé au contact du clinker sert d'air secondaire de combustion au brûleur.

Le clinker refroidi est finalement broyé et on lui ajoute alors du gypse (qui agira comme régulateur et retardateur de prise). Cette introduction de gypse est spécifique au ciment Portland. Le broyage du clinker à des finesses très grandes (plus fin que 200 µm) dans des broyeurs à boulets augmente la réactivité du produit (prise rapide).

Ce procédé par voie humide a un mauvais rendement thermique (1500 à 2000 kcal/kg). La raison en est l'emploi de pâte humide. C'est pourquoi on a inventé d'autres procédés.

I.5.2.2. La voie sèche

Dans ce procédé, on mélange et broie à sec. La matière passe dans un préchauffeur où la matière va jusqu'à une décarbonatation partielle. Elle passe alors dans un four rotatif « *court* » où le traitement thermique est le même que dans la partie chaude d'un four rotatif « *long* ». Il suit aussi un refroidisseur et un broyeur. Ce procédé consomme 800 kcal/kg et est le plus économique.

I.5.2.3. La voie semi-humide

La pâte préparée humide passe dans des filtres-presses à haute pression où l'humidité est ramenée à 20%. On en fait des bâtonnets qu'on introduit dans un four à grille mobile « *Lepol* » suivi d'un four rotatif « *court* ». Dans le four « *Lepol* » s'opère la décarbonatation.

I.5.2.4. La voie semi-sèche

La matière préparée à sec est agglomérée en boulettes et tombe dans un four vertical. On y enfourne aussi du charbon et on insuffle l'air par-dessous. La matière cuit rapidement et sort refroidie. Le rendement est aussi assez bon (800 à 1000 kcal/kg).

On remarquera que la séparation nette des étapes successives des opérations chimiques leur assure un transfert de chaleur optimum.

I.5.3. Les étapes de Fabrication du ciment

Le constituant principal des ciments est le clinker, qui est obtenu à partir de la cuisson d'un mélange approprié de calcaire et d'argile, en proportion moyenne 80 % / 20 %.
Les différentes étapes de la fabrication sont les suivantes :

a) Extraction et concassage

Les matières premières sont extraites de carrières généralement à ciel ouvert. Les blocs obtenus sont réduits, dans des concasseurs situés généralement sur les lieux mêmes de l'extraction, en éléments d'une dimension maximale de 50 mm.

b) Préparation de la matière première

Les grains de calcaire et d'argile sont intimement mélangés par broyage ou délayage, dans des proportions définies, en un mélange très fin, le « cru ».

Cette matière première est préparée sous forme de poudre. La préhomogénéisation permet d'atteindre un dosage parfait des deux constituants essentiels du ciment par superposition de multiples couches.

A 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.

c) Cuisson du cru

Les installations de cuisson comportent deux parties :

- Un échangeur de chaleur comportant une série de quatre à cinq cyclones dans lesquels la poudre déversée à la partie supérieure progresse jusqu'à l'entrée du four. Elle se réchauffe au contact des gaz chauds sortant de ce four.

Une décarbonatation (réaction chimique) a lieu. La poudre est ainsi portée à une température d'environ 800 °C à 1 000 °C.

- Un four horizontal rotatif cylindrique en tôle d'acier (avec revêtement réfractaire intérieur) de 60 à 90 m de long, de 4 à 5 m de diamètre, légèrement incliné et tournant de 1 à 3 tours/minute.

La matière pénètre à l'amont du four où s'achève la décarbonatation, et progresse jusqu'à la zone de clinkerisation (environ 1 450 °C). Le temps de parcours est de l'ordre de 1 heure. Sous l'effet de la chaleur, les constituants de l'argile, principalement composée de silicates d'alumine et d'oxydes de fer, se combinent à la chaux provenant du calcaire pour donner des silicates et des aluminates de calcium.

Tout en améliorant la qualité des produits, les industriels ont fortement réduit au cours des dernières années la consommation d'énergie nécessaire à la cuisson, qui est de plus en plus apportée par des combustibles de substitution. En outre l'industrie cimentière contribue à la protection de l'environnement grâce au recyclage de produits industriels usagés inutilisables pour d'autres emplois.

d) Broyage du clinker

A la fin de la cuisson, la matière brusquement refroidie se présente sous forme de granules qui constituent le clinker. Celui-ci finement broyé avec du gypse (< 5 %) pour régulariser la prise donne le ciment Portland. Les autres catégories de ciment sont obtenues en ajoutant d'autres constituants tels que laitier granulé de haut fourneau, matériaux pouzzolaniques, cendres volantes, schistes calcinés, calcaire, fumées de silice.

Chapitre II

Les ajouts du ciment

Chapitre II : Les ajouts du ciment

II.1. Définition des ajouts minéraux

Ces ajouts jouent le rôle suivant: d'après leur composition ils se présentent principalement par de la silice amorphe qui réagit activement avec l'hydroxyde de chaux qui se forme lors de l'hydratation des minéraux faisant partie du clinker. Le rapport entre le clinker et l'adjuvant hydraulique (ajout minéral) est établi en fonction de l'activité de l'adjuvant et de la composition minéralogique du clinker

II.2. Classification des ajouts

Les ajouts peuvent être naturels ou artificiels, inertes ou actifs Les ajouts peuvent réagir en tant que matériau hydraulique, hydraulique latent ou pouzzolanique, ou encore sous forme de fillers. Ils se divisent selon leur réactivité comme le montre-le ci dessous.

Tableau 1 : Classification des ajouts selon leur réactivité

TYPE	REACTIVITE	MATERIAUX
Hydraulique	Fortement réactif	Ciments spéciaux chaux hydraulique
Hydraulique Latent		Laitier granule-cendres volantes riche en calcium (calciques)
Pouzzolanique	Fortement réactif	Fumée de silice
	Moyennement réactif	Cendres volantes pauvre en calcium, pouzzolanes naturelles (verre volcanique, tufs volcanique, trass phonolithe, terres a diatomées
	Faiblement réactif	Scories cristallines
Inerte	Non réactif	Fillers (farine calcaire,...) fibres, pigments colorants, matières expansives, dispersions synthétique

Tableau 2 : Les constituants des ciments courants et leur notation conventionnelle

Constituant	Notation	Constituant	Notation
Clinker	K	Pouzzolanes industrielles	Q
Laitier granule haut fourneau	S	Cendres volantes calciques	W
Fumée de silice	D	Schistes calcinés	T
Pouzzolanes naturelles	Z	calcaire	L
Cendres volantes siliceux	V	Fillers (constituants secondaire)	F

II.3. Rôle des ajouts

On peut fabriquer des bétons en utilisant seulement du ciment Portland. Cependant la substitution partielle d'une certaine quantité de ciment par un ou plusieurs ajouts minéraux lorsqu'ils sont disponibles à des prix compétitifs peut être avantageuse, non seulement du point de vue économique, mais aussi du point de vue rhéologique et parfois du point de vue résistance et durabilité.

La plupart des ajouts minéraux ont en commun de contenir une forme de silice vitreuse réactive qui, en présence d'eau, peut se combiner à la température libérée par l'hydratation du C_2S et du C_3S avec la chaux pour former un silicate de calcium hydraté du même type que celui qui est formé durant l'hydratation du ciment Portland (N F P 18-508). On peut écrire donc une réaction pouzzolanique de la façon simple suivante :

Pouzzolane + chaux + eau Silicate de calcium hydraté

Il faut noter qu'à la température de la pièce, cette réaction est généralement lente et peut se développer sur plusieurs semaines. Cependant plus la pouzzolane est fine et vitreuse, plus sa réaction avec la chaux est rapide.

L'hydratation du ciment Portland libère une grande quantité de chaux par suite de la réaction d'hydratation du C_2S et du C_3S (30 % de la masse anhydre du ciment). Cette chaux contribue à la chute de résistance de la pâte de ciment hydratée. Elle peut même être responsable des problèmes de durabilité puisqu'elle peut être assez facilement lessivée par de l'eau, ce lessivage augmente alors la porosité de la pâte de ciment. Le seul aspect positif de la présence de chaux dans un béton est qu'elle maintient un pH élevé qui favorise la stabilité de la couche de l'oxyde de fer que l'on retrouve sur les armatures d'acier.

Ces matériaux étant des sous produits industriels, leurs compositions chimiques sont en général moins bien définies que celle du ciment Portland.

II.4. Classification des ajouts minéraux

Selon la norme [ENV 2006] les ajouts minéraux dans le ciment sont classés en actifs et inertes. On distingue quatre classes d'ajouts minéraux :

II.4.1 Principaux ajouts minéraux inertes

Selon certains chercheurs, les particules de clinker de dimension supérieure à 60 μm ne subissent pas une hydratation complète même au cours du durcissement à long terme, pour cette même raison les particules de clinker de telle dimension pourraient être remplacées par celles de matériaux inertes (N F P 18- 305).

En outre, les particules les plus fines d'un ajout inerte servent à remplir les pores de la pâte de ciment, ils jouent le rôle de micro agrégats.

Ce sont des matériaux quasiment inertes, organiques naturels ou synthétiques spécialement sélectionnés qui, par leur composition granulométrique améliorent les propriétés physiques du ciment Portland (ouvrabilité, pouvoir de rétention d'eau, ...). Parmi ces additifs on distingue les fillers calcaires et la poussière.

II.4.1.1 Fillers calcaires

Les produits désignés dans le commerce comme fillers sont des poudres fines à granulométrie contrôlée, dont les plus gros grains ne dépassent pas 80 microns obtenus par broyage ou par pulvérisation de certaines roches (calcaires, basalte, bentonite, cendres volantes). Les fillers se différencient les uns des autres par:

- Leur origine, leurs compositions chimiques et minéralogiques, leurs défauts de structure, les impuretés qu'ils contiennent.
- Leur finesse, la forme des grains, leur état de surface.
- Leur dureté, leur porosité.

Un filler est dit calcaire s'il contient au moins 90% de carbonate de calcium. Dans les autres cas le filler est désigné par le nom de sa roche d'origine.

Les différents résultats montrent que les fillers calcaires ajoutés à un CPA peuvent jouer plusieurs rôles:

- Un rôle de remplissage en substitution du ciment dans les éléments fins de la courbe granulométrique

(Bétons

- Un rôle rhéologique par leur pouvoir fluidifiant sur la pâte interstitielle.
- Un rôle chimique et physique conduisant à l'accélération de l'hydratation du C3S et du C3A et à la formation de carbo-aluminates : germes de cristallisation et points d'ancrage des hydrates.
- Un rôle physique en permettant un arrangement initial différent ce qui réduit l'épaisseur entre la pâte et le granulat.

II.4.2. Les ajouts minéraux actifs

II.4.2.1. La pouzzolane

Les pouzzolanes sont des matériaux, naturels ou artificiels, capables de réagir en présence d'eau avec l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des composés nouveaux, stables, peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes.

Les normes françaises donnent les définitions suivantes des pouzzolanes entrant dans la fabrication des ciments :

a) pouzzolane naturelle

Est un produit d'origine volcanique essentiellement composé de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant naturellement des propriétés pouzzolaniques. Elle peut être d'origine volcanique: verre volcanique, ponce, rhyolite, tufs, zéolite ou d'origine sédimentaire: terre à diatomées, diatomites

b) Pouzzolane artificielle

C'est une matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Les roches traitées thermiquement: argiles, schistes, latérite, bauxite.

Le professeur Massaza classe les pouzzolanes en trois catégories :

- Les constituants actifs: phase vitreuse plus au moins altérée, opale, terre de diatomées, Zéolites cristallisées.
- Les constituants inertes: phase cristallisée autre que les zéolites.
- Les constituants nocifs: substances organiques et argiles gonflantes :

II.4.2.1.1. Propriétés et caractéristiques des pouzzolanes

Les pouzzolanes sont des roches " acides " ayant des teneurs élevées en silice et en alumine (entre 70 et 80% pour les deux composants ensemble), puis en fer, en alcalins, en magnésium et en chaux.

Les pouzzolanes naturelles d'origine sédimentaire ont des teneurs en silice encore plus élevées (cas des squelettes siliceux de micro-organismes). Les quantités de chaux sont limitées, ce qui explique par ailleurs, la capacité des pouzzolanes à fixer la chaux.

Les pouzzolanes sont formées surtout d'éléments vitreux. Elles sont plus au moins réactives. La réactivité est l'aspect chimique de fixation de la chaux. L'activité pouzzolanique s'explique par une attaque lente de la silice et de l'alumine des pouzzolanes par l'hydroxyde de chaux (portlandite).

Tous les matériaux appelés « pouzzolanes » ne possèdent pas forcément cette propriété. On peut dans certains cas, activer les pouzzolanes par certains procédés :

- ajouts de produits chimiques.
- Broyage à une finesse plus élevée.
- Traitement thermique.

En plus de ces caractéristiques, on cite les propriétés suivantes :

II.4.2.1.2. Propriétés hydrauliques

La pouzzolane réagit avec l'eau, en présence d'une quantité suffisante de chaux, pour former des hydrates stables, peu solubles et résistants à long terme.

II.4.2.1.3. Propriétés physiques de remplissage

En plus de leur effet pouzzolanique, elles jouent un rôle de remplissage des pores des produits hydratés et de correcteurs granulaires, ce qui améliore la compacité et diminue la perméabilité.

II.4.2.2. La fumée de silice

La fumée de silice est un sous produit de la fabrication du silicium, de différents alliages de Ferro silicium ou de zircone. Le silicium et les alliages de silicium sont produits dans des fours à arc électrique où le quartz est réduit en présence de charbon (et de fer pour la production de Ferro silicium).

Durant la réduction de la silice dans l'arc électrique, un composé gazeux, SiO se forme et s'échappe vers la partie supérieure du four, il se refroidit, se condense et s'oxyde sous forme de particules ultrafines de silice SiO₂.

Ces particules sont récupérées dans un système de dépoussiérage. D'un point de vue chimique, la fumée de silice est essentiellement composée de silice La teneur en SiO₂ de la fumée de silice varie selon le type d'alliage produit.

Plus la teneur en silicium de l'alliage est élevée plus la teneur en SiO₂ de la fumée de silice est élevée. Les fumées de silice produites durant la fabrication de silicium métal contiennent en général plus de 90% de SiO₂.

La fumée de silice produite lors de la fabrication d'un alliage Fe –Si à 75% a une teneur en silice généralement supérieure à 85%.

Du point de vue structural, la fumée de silice est essentiellement composée de silice vitreuse.

Du point de vue morphologique, les particules de fumée de silice se présentent sous forme de sphères ayant des diamètres compris entre 0.03µm et 0.3 µm (le diamètre moyen habituel se situant en dessous de 0.1 µm), de telle sorte que la dimension moyenne des sphères de fumée de silice est 100fois plus faible que celle d'une particule de ciment avec un diamètre moyen de l'ordre de 1/ 10 de micron.

Les caractéristiques très particulières de la fumée de silice en font une pouzzolane très réactive à cause de sa très forte teneur en silice, de son état amorphe et de son extrême finesse.

Les effets bénéfiques de la fumée de silice sur la microstructure et les propriétés mécaniques du béton sont dus essentiellement à la rapidité à laquelle la réaction pouzzolanique se développe et à l'effet physique particulier aux particules de fumée de silice qui est connu sous le nom d'effet filler.

Ces deux effets s'entraînent à la fois une forte augmentation de la compacité et une amélioration des résistances mécaniques du fait de la réaction pouzzolanique des fumées de silice. La fumée de silice est aussi appelée micro silice ou fumée de silice condensée, mais le terme fumée de silice est le plus généralement utilisé.

La densité de la fumée de silice est généralement de 2.2, mais aussi un peu plus élevée lorsque la teneur en silice est plus faible. Elle est moins dense que le ciment Portland dont la densité est 3.1. Ce produit se présente sous la forme d'une poudre ultra fine de couleur claire ou grise.

On l'utilise comme substitue du ciment, pour réduire les quantités de ciment utilisées, en général pour des raisons d'économie et comme ajout, pour améliorer les propriétés du béton, aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci.

Leur teneur en silice vitreuse varie de 75 % à 95% .

II.4.2.3. Le laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau, ou le laitier broyé est un sous produit de la fabrication de la fonte brusquement refroidie par aspersion d'eau, c'est un matériau hydraulique lorsqu'il est activé.

Il se présente sous forme de nodules dont la composition chimique comporte de l'oxyde de calcium dans des proportions de l'ordre de 40 à 50 %, de la silice entre 25 à 35%, de l'alumine entre 12 à 30% ainsi que la magnésie et d'autres oxydes en très faibles quantités, tous ces éléments étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker.

- **Laitier granulé**

C'est un sable vitreux, très poreux, jusqu'à 60%, il a une couleur grise jaunâtre, de granulométrie jusqu'à 2 mm, et de composition chimique. Silice = 29 à 38 %, chaux = 38 à 48%, alumine = 13 à 20 % Magnésie = 06 %. Pour avoir ce type de laitier, la coulée doit être refroidie brusquement dans courant d'air ou d'eau. On obtient un sable sec et finement moulu, qui constitue la base du ciment de laitier.

Cette opération a pour but d'empêcher la cristallisation, et de maintenir le laitier à l'état vitreux.

- **Laitier expansé**

Il a une structure scoriacée alvéolaire ; de teinte grise, après criblage il se présente en trois classes granulaires de densité variable. Il a une composition chimique proche de. Silice= 25 à 40%, chaux= 38 à 50%, alumine=10 à 20%, soufre =0,1%. Il s'obtient par une puissante injection d'eau, en dessus du laitier en fusion, l'eau vaporise et on obtient des éléments alvéolaires légers. [48]

II.4.2.3.1. Caractéristiques des laitiers

- **Activité du laitier :**

Pour apprécier la qualité du laitier comme adjuvant minéral actifs des liants, on se sert de plusieurs modules .d'abord, on distingue deux catégories de laitier. Laitier acide et basique

Laitier acide :

C'est un laitier qui contient en majeure partie la silice fondue de 50 à 60%, avec peu d'alumine en présence de 25 à 30% de chaux. Ce type de laitier subit un refroidissement lent. Le rapport pondéral. (Silice / chaux) ≤ 1.10 .

- **Laitier basique :**

Il est très hydraulique pour certaines teneurs on chaux, silice et alumine. Il est obtenu par un refroidissement brusque. Ce type de laitier a un rapport pondéral. $CaO/SiO_2 \geq 1.3$ il a une composition chimique proche de. $CaO = 40$ à 55% ; $SiO_2 = 25$ à 35% , $Al_2O_3 = 12$ à 25% ; MgO , SO_3 , Fe_2O_3 ; FeO ; soufre, Ces laitiers sont caractérisés par un module de basicité qui répond à la formule.

$$M_b = (CaO + MgO) / (SiO_2 + Al_2O_3)$$

Si $M_b > 1$. le laitier est acide.

Il y a aussi le module d'activité. $M_a = (SiO_2 / Al_2O_3)$. Si $M_a = 0.017$ à 0.25 , le laitier est basique, et si $M_a = 0.33$ à 0.40 le laitier est acide. Notons que l'activité hydraulique du laitier croît avec l'augmentation de ces deux modules c'est-à-dire. Plus le module d'activité est grand, plus la vitesse de durcissement du laitier broyé est rapide.

Pour synthétiser les qualités que doivent avoir les laitiers on peut dire que.

- Il faut que le laitier soit à la limite de vitrification.
- Il faut qu'il contienne le maximum de chaux et d'alumine.

Il faut que la proportion de chaux, de silice et d'alumine doivent composer au moins 90%, et le reste composé d'autres corps tels que l'oxyde de fer, l'anhydride sulfurique et magnésie.

La qualité de laitier de haut fourneau peut être déterminée par le coefficient de qualité, qui varie d'un pays à un autre.

- en USA. $K = (\text{CaO} + \text{MgO} + 1/3 \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + 2/3 \text{Al}_2\text{O}_3)$
- en URSS. $K = (\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2 + \text{TiO}_2)$ 1.2
- en RFA. $K = (\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2)$ 1.6
- en JAPON. $K = (\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{SiO}_2)$ 1.4. [48]

• Composition chimique

La composition du laitier peut varier dans de grandes limites, suivant la nature du minéral en général la composition chimique moyenne du laitier.

Tableau 3 : Composition chimique du laitier

Constituants	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	MnO	S	Fe ₂ O ₃ + FeO
%	30 -50	28- 38	12 - 25	02 - 18	01 - 03	1 - 2.5	1 - 2.5

• Composition minéralogique

Si le refroidissement des laitiers est lent, une partie sensible de laitier réussit à se cristalliser sous forme de minéraux stables.

- L'anorthite $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$
- Diopside $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Gehlenite $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$
- Akermanite $2\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Merwinite $3 \text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Silicate bi calcique sous forme α , α' & β .
- Tri aluminate penta calcique « C_5A_3 »
- Wollastonite $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$
- Rankinite $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Spinelle $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$.

D'un point de vue chimique (tableau 3) les laitiers ont une composition relativement constante à laquelle le métallurgiste porte une certaine attention puisque tout écart par rapport à cette composition chimique optimale se traduit par une augmentation des coûts énergétiques assez importants et donc à des coûts de production plus élevés pour la fabrication de la fonte. Le laitier est fondu à une densité beaucoup plus faible (de l'ordre de 2.8) que celle de la fonte (qui est supérieure à 7.0) de telle sorte que le laitier fondu flotte au dessus de la fonte fondue au bas du haut fourneau si bien que l'on peut soutirer ces deux liquides séparément.

Tableau 4 : Composition chimique type de laitiers de haut fourneau

OXYDES	Laitier français	Laitier nord U S A	Laitier algérien
SiO ₂	29 à 36	33 à 42	38 à 42
Al ₂ O ₃	13 à 19	10 à 16	8 à 12
CaO	40 à 43	36 à 45	48 à 52
Fe ₂ O ₃	4%	0.3 à 2.0	2.0
MgO	6%	3 à 12	4.7
S	1.5%		0.15

Le laitier peut être mélangé avec du ciment après avoir été séparé ou après avoir été cobroyé avec le clinker. Le laitier retient moins bien l'eau de gâchage que le ciment Portland et craint donc d'avantage la dessiccation. Par contre il résiste normalement mieux à l'action destructrice des sulfates, à la dissolution de chaux par les eaux pures ainsi que par celles contenant du gaz carbonique.

La réactivité du laitier peut être augmentée de trois façons :

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

II.4.2.4. Les cendres volantes

Les cendres volantes sont des particules très fines récupérées par les systèmes de dépoussiérage des gaz des chaudières des centrales thermiques. Les cendres volantes peuvent

avoir différentes compositions chimiques et différentes compositions de phase parce que celles-ci sont reliées exclusivement au type d'impuretés qui sont contenues dans le charbon que l'on brûle dans la centrale thermique. Des charbons provenant de la même source et utilisés dans la même centrale thermique produisent des cendres volantes très semblables.

Cependant, comme on peut le voir dans le tableau la composition chimique des cendres volantes qui proviennent de différentes usines peut varier beaucoup. Les particules de cendres volantes peuvent avoir des formes très différentes les unes des autres. Elles peuvent avoir une forme sphérique, avec une distribution granulométrique semblable à celle du ciment Portland, elles peuvent contenir des sphères creuses et même dans certains cas, elles peuvent contenir seulement des particules angulaires.

Les cendres volantes se divisent en trois catégories :

- Les cendres silico- alumineuses (cendre de houille)
- Les cendres sulfocalciques (cendre de lignite)
- Des cendres non typifiées de composition irrégulière

Tableau 5 : composition chimique des cendres volantes

Composés	Classe F	Classe F	Classe C	Sulfo –calcique	Sulfo-calcique
SiO ₂	59.4	47.4	36.2	24.0	13.5
Al ₂ O ₃	22.4	21.3	17.4	18.5	5.5
Fe ₂ O ₃	8.9	6.2	6.4	17.0	3.5
CaO	2.6	16.6	26.5	24.0	56
MgO	1.3	4.7	6.6	1.0	1.8
Na ₂ O	2.2	0.4	2.2	0.8	
SO ₃	2.4	1.5	2.8	8.0	15.1
Perte au feu	2.0	1.5	0.6		
SiO ₂ +Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	90.7	74.9	60	59.5	22.5
Chaux libre.....					28.0

La plupart des particules ont un diamètre compris entre 1µm et 100 µm, leur surface spécifique Blaine se situe généralement entre 250 et 600 m²/kg.

Il est reconnu que l'emploi des ciments aux cendres volantes entraîne une diminution

du retrait hydraulique et thermique du béton. Elles jouent un rôle également dans l'amélioration de l'ouvrabilité, la diminution de la proportion d'eau pour le béton frais et l'imperméabilité des surfaces.

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.

Les particules de cendres volantes se présentent sous forme de petites sphères de diamètre allant de 1 μm 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.

Du point de vue minéralogique les cendres volantes se divisent en deux catégories, qui diffèrent l'une de l'autre par leur teneur en CaO (ASTM C 618-94a). [48].

a) Les cendres volantes de classe F

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.

b) Les cendres volantes de classe C

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.

II.5. L'intérêt de l'utilisation des ajouts minéraux

a) Intérêt du point de vue économique

L'introduction des ajouts dans la confection du ciment présente un facteur bénéfique car la consommation en clinker baisse en fonction des taux d'ajouts. En effet, le clinker étant obtenu par transformation du cru (argile + calcaire) nécessite une dépense d'énergie très importante pouvant être réduite par l'introduction de cet ajout.

La réaction pouzzolanique étant à base de produits de faible coût et la durabilité est garantie puisque les romains utilisaient déjà ce mécanisme chimique dans leurs ciments pour la confection d'ouvrages qui ont fait leur preuve depuis de nombreux siècles.

Des sous produits industriels tels que les cendres volantes et fumées de silice condensées sont de plus en plus utilisées dans les pays industrialisés parce qu'ils sont des déchets d'usine.

Contrairement aux pouzzolanes naturelles, il n'est pas nécessaire de les pulvériser ou de les soumettre à un traitement thermique avant de s'en servir. Plusieurs pays comme la Chine, la Grèce, l'Italie, l'Inde et le Mexique, utilisent encore des millions de tonnes de pouzzolanes naturelles pour fabriquer des ciments Portland composés.

Pour des raisons d'épargne d'énergie, l'utilisation de ces matériaux se poursuivra et se développera de plus en plus.

b) Intérêt du point de vue technique

L'intérêt technique des ajouts réside en premier lieu dans le fait qu'ils permettent l'obtention d'un ciment dont les performances sont aussi bonnes que celles d'un CPA (ciment Portland) de même classe de résistance.

Parfois la chute de résistance à court terme limite leur utilisation en préfabrication. En second lieu, les ciments composés (CPA + ajouts) présentent souvent l'avantage sur le CPA, d'une meilleure résistance aux agressions chimiques.

Le remplissage des vides est lui même aussi responsable de la durabilité du mortier ou béton obtenu. En effet, les actions chimiques sont réduites quand la portlandite est moins abondante, soit qu'elle est diluée (Ciment au laitier), soit qu'elle est consommée (ciment au cendre ou à la pouzzolane naturelle).

La réduction de la teneur en clinker s'accompagne par ailleurs d'une réduction proportionnelle du taux de C_3A du mélange et par conséquent du risque de dégradation Sulfatique.

Chapitre III

Les techniques d'analyse

Chapitre III : Les techniques d'analyse

III.1. Analyse par la Diffraction de Rayons X

1. Historique

A la suite de la découverte des rayons X par Röntgen en 1895, les premières applications ont été tournées vers l'étude des cristaux car on espérait mettre en évidence les atomes constitutifs des molécules et confirmer ainsi la justesse du nombre d'Avogadro.

En 1912 le physicien Laue détermine grâce à un réseau cristallin la longueur d'onde de rayons X. Il devint donc possible de faire l'inverse, c'est-à-dire de déterminer les distances entre les atomes grâce à ces mêmes rayons. La plupart des scientifiques du début du siècle dont Pasteur utilisèrent ainsi les rayons X pour étudier les corps cristallisés.

2. Diagrammes de poudres de Debye-Scherrer - Protocole et Appareillage

a) Principes de base de la mesure - Méthode des poudres

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions ; on parle de phénomène de «diffraction». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ ("deux-thêta") du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle le «diffractogramme»

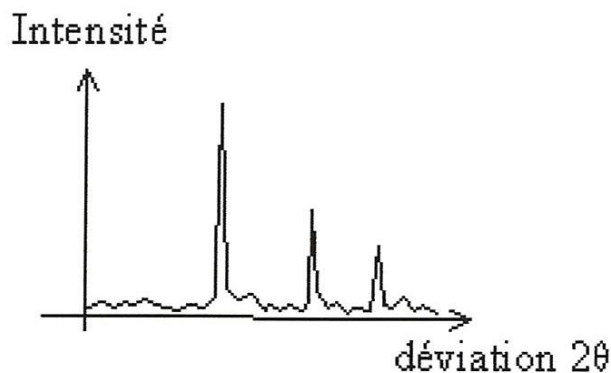


Figure 3 : Diffractométrie X : mesure de l'intensité en fonction de l'angle 2θ de déviation

L'échantillon est une poudre homogène isotrope, ou bien un solide composé de minuscules cristaux soudés entre eux ; on parle de fait de «méthode des poudres» (on verra plus loin que l'on fait aussi de la diffraction sur monocristaux).

Plusieurs montages différents permettent la mesure.

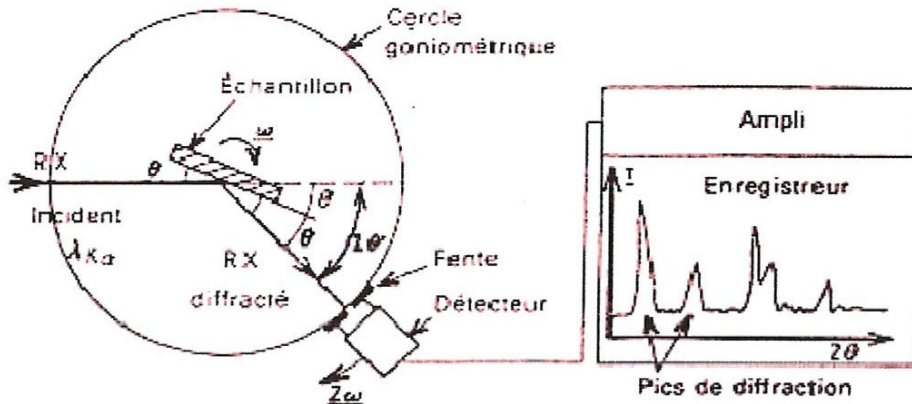


Figure 4 : Schéma d'un diffractomètre à compteur

Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre (Energie du rayonnement : 8047 eV ; Longueur d'onde (K θ 1) : 1.5405 Å).

Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de poudre (15 mg) sur une lame de verre qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique), permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires.

Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plan donnant lieu à la diffraction, de telle sorte que l'on obtiendra simultanément tous les faisceaux susceptibles de diffracter : ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet 2θ .

Un détecteur ou compteur (Geiger-Müller ou compteur à scintillation) mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence θ , l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc 2θ .

Un diaphragme à couteau permet d'éliminer l'effet parasite du faisceau incident dans les

petits angles ($2\theta < 10^\circ$). L'enregistrement réalisé est la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction.

L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogramme ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires d aux angles 2θ enregistrés.

La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. La position des pics peut également servir à identifier des transformations ordre-désordre tandis que la forme du pic peut permettre d'identifier des micro-déformations (taux d'écroutissage).

L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi-quantitatives, en considérant que le pourcentage d'une espèce minérale est proportionnel à l'aire des pics enregistrés sur le diffractogramme. Ces valeurs sont utilisées dans l'établissement des diagrammes d'équilibre.

Le principe de la diffractométrie de rayons X montre que les rayons sont diffractés dans des directions caractéristiques des composants contenus dans l'échantillon analysé. La nature et la teneur ou proportion des divers éléments inclus dans l'échantillon peuvent être déterminés par la mesure des angles correspondant aux pics de diffraction ainsi que de leur intensité.

C'est le montage le plus courant. L'échantillon se présente comme une plaquette ; cela peut être effectivement une plaquette solide, ou bien une coupelle remplie de poudre avec un niveau bien plan.

Dans la configuration dite « θ - θ » ("thêta-thêta"), l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement. Si 2θ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizontale et le tube vaut donc θ de même que l'angle entre l'horizontale et le détecteur, d'où le nom du montage.



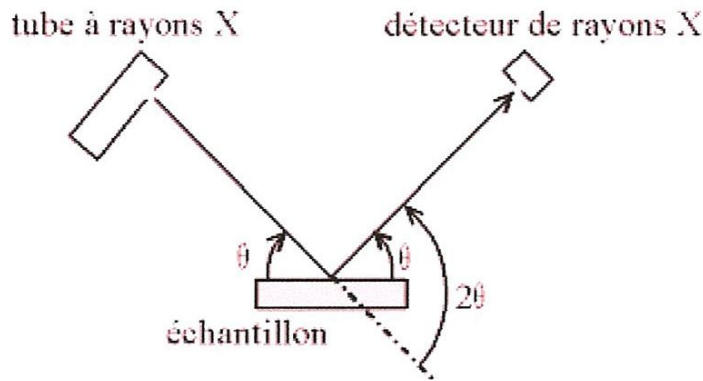


Figure 5 : Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano

Comme le tube à rayons X est la partie la plus lourde, on préfère souvent garder le tube fixe et faire bouger l'échantillon et le détecteur. On a alors le montage dit « θ - 2θ » ("thêta-deux-thêta"), puisque la plan de l'échantillon fait un angle θ avec le faisceau incident, et le détecteur fait un angle 2θ avec le même faisceau.

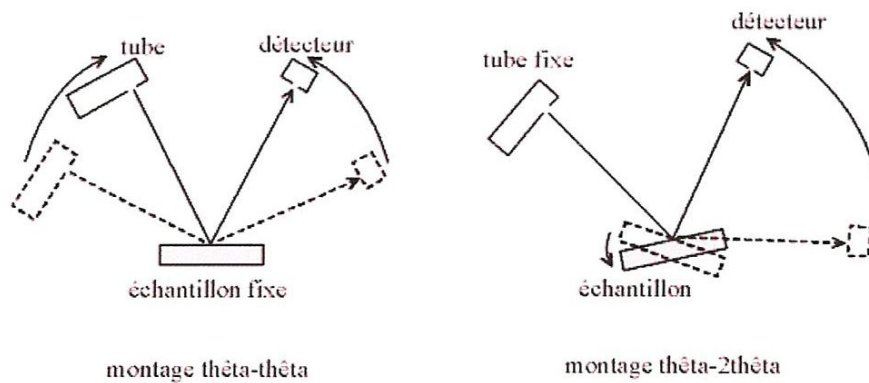


Figure 6 : Montage θ - θ et θ - 2θ

Le montage de Bragg-Brentano présente l'avantage de récolter le plus d'intensité ; en effet, le faisceau sort divergent du tube, et du fait de la géométrie, il reconverge sur le détecteur. En fait, la convergence n'est pas parfaite (il faudrait un échantillon courbe et non pas plan), on parle donc de focalisation approchée (parafocussing).

Il y a au moins deux moteurs, un pour positionner le détecteur, et un pour le porte-échantillon (θ - 2θ) ou pour le tube à rayons X (θ - θ). Ce dispositif s'appelle un «goniomètre», puisqu'il sert à régler les angles d'incidence et de diffraction.

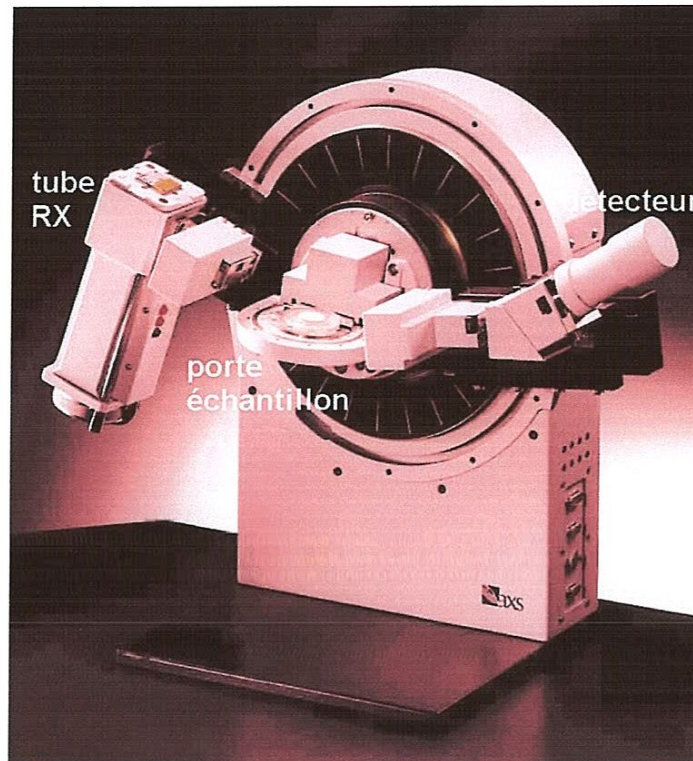


Figure 7 : Goniomètre de la marque Bruker-AXS, type D8

Le tout est bien entendu enfermé dans un bâti blindé afin de confiner les rayons X (une exposition prolongée aux rayons X peut provoquer des cancers).

3. Application aux matériaux cimentaires

Les composés présents dans le clinker sont des formes impures de 3CaO SiO_2 , 2CaO SiO_2 , $3\text{CaO Al}_2\text{O}_3$ et $4\text{CaO Al}_2\text{O}_3 \text{ Fe}_2\text{O}_3$. Pour former le ciment Portland du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) est ajouté et broyé avec le clinker. Ces phases sont cristallines et présentent des pics de diffractions relativement fins. D'autres ajouts peuvent également se trouver dans les matériaux cimentaires pour former des ciments mélangés. ces ajouts peuvent être :

- de la calcite,
- du laitier de haut fourneaux
- de la fumée de silice,
- des cendres volantes,
- de l'argile calcinée...

Ainsi, la fumée de silice est une silice (SiO_2) ultra fine issue de l'industrie de la fabrication du silicium ou des alliages à base de silicium. Sa structure est amorphe et ne présente pas de pics de diffraction.

4. Mode opératoire

- Étaler l'échantillon finement broyé sur le porte échantillon pour obtenir une surface plane et uniforme.
- Placer le porte échantillon prêt pour analyse sur le passeur automatique.
- Lancer la mesure en choisissant le programme approprié
(Exemple : argile $5^\circ < 2\theta < 60^\circ$).
- Recueillir les données sur logiciel XPERT DATA COLLECTOR.
- Traitement des données du diagramme radio cristallographique, en faisant ressortir les constituants minéraux de l'échantillon.
- Elaboration des feuilles de calcul contenant :
 - * L'identification de l'échantillon.
 - * Constituant minéraux de l'échantillon.
 - * Diagramme radio cristallographique.

III.2. Analyse par spectromètre de fluorescence des Rayons X

Dans son principe, le spectromètre de fluorescence X est très simple. Un faisceau de rayons X est dirigé sur l'échantillon à analyser, provoquant l'émission par ce dernier des radiations X secondaires, 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.

Il est d'abord à remarquer que cette méthode comme beaucoup de méthodes spectrométriques a le grand avantage de ne pas nécessiter de mise en solution de l'échantillon à étudier, ce qui simplifie considérablement les manipulations.

Les couches d'électrons concernées sont principalement les couches internes (K, L).

La mesure de l'intensité de chacune des raies caractéristiques des éléments que l'on veut analyser (Ca, Si, Al, Fe,...) est faite par spectromètre.

L'appareil donne donc à la fois l'analyse qualitative et l'analyse quantitative de la matière de l'échantillon.

III.3.L'analyse par microscopie Optique

Définition

La microscopie optique est une technique d'observation utilisée pour l'étude pétrographique des lames minces en lumière transmise et pour l'étude des sections polies des ciments et clinkers en lumière réfléchie.

Mode Opérateur Selon La Norme ENV 196-4

Préparation des échantillons

➤ **confection des sections polies : moules en papier aluminium**

-Tamisage des ciments sur tamis 40 u et récupérations du refus

- Introduction d'une quantité de refus de ciment ou de nodules de clinkers de diamètre moyen dans les moules.
- Imprégnation des ciments; clinkers par de la colle araldite pour le fixage des grains.
- Pré-polissage en milieu aqueux par différents papiers abrasifs de série N° 80, 220, 550 et 1000 suivi d'un rinçage à l'éthanol pour éviter l'hydratation.
- Polissage de la section polie sur tissus feutre violet.

➤ Détermination des constituants minéraux des ciments et des clinkers

- Exposition brève de la section polie aux vapeurs d'acide acétique pour la coloration des phases.

Minéraux	Forme	Teinte
C ₃ S	Polygonale	bleu
C ₂ S	arrondie	marron
C ₃ A	sans forme spécifique	gris
C ₄ AF	sans forme spécifique	blanc
CaOL	sphérique	jaune ou rouge

➤ Evaluation estimative par balayage totale de la section

- CaOL x10
- C₃S C₂S x20
- C₃A/ C₄AF x50

Chapitre IV

Résultats et discussions

Chapitre IV : Résultats et discussions

VI.1. Introduction

VI.1.1. Choix des échantillons

Le choix des échantillons était fait selon la disponibilité des ajouts et les ciments à étudier, sachant que CETIM ne produit pas des ciments mais son rôle principale est le contrôle de la qualité des matières premières utilisées pour la production des ciments, aussi bien le contrôle de la qualité des ciments, ces derniers sont émis par les cimenteries du territoire algérien.

VI.2. Les ajouts

VI.2.1. Laitier

VI.2.1.1. Analyse du laitier par fluorescence des rayons X

Constituants	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	MnO	S	Fe ₂ O ₃ + FeO
%	30 -50	28- 38	12 - 25	02 - 18	01 - 03	1 - 2.5	1 - 2.5

Interprétation du résultat de l'Analyse par fluorescence des rayons X du laitier

- L'anorthite $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$
- Diopside $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Gehlenite $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$
- Akermanite $2\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Merwinite $3 \text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Silicate bi calcique sous forme α , α' & β .
- Tri aluminate penta calcique « C_5A_3 »
- Wollastonite $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$
- Rankinite $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$
- Spinelle $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$.

VI.2.1.2. Analyse du laitier par diffraction des rayons X

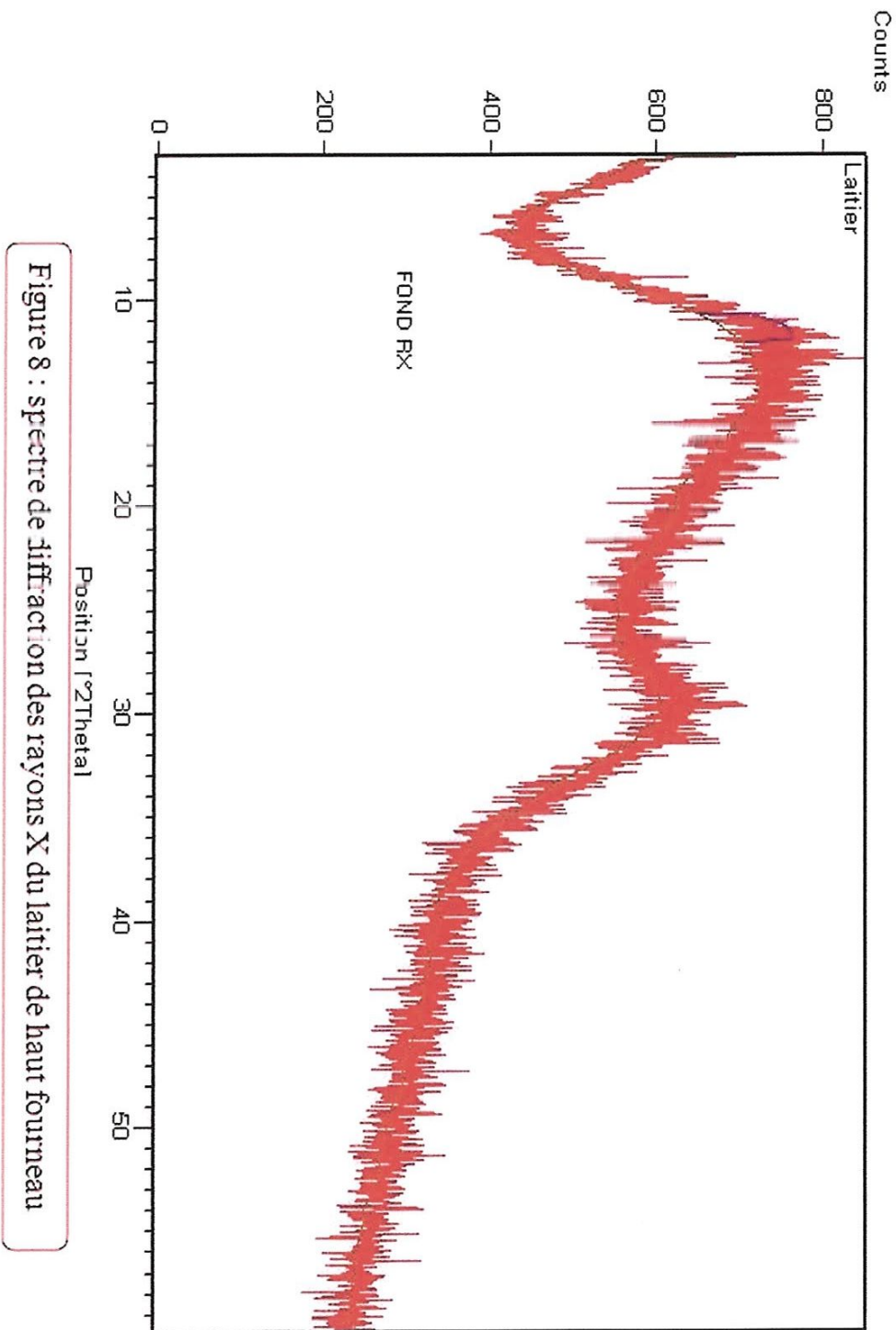


Figure 8 : spectre de diffraction des rayons X du laitier de haut fourneau

VI.2.1.3. Analyse du laitier par microscopie optique

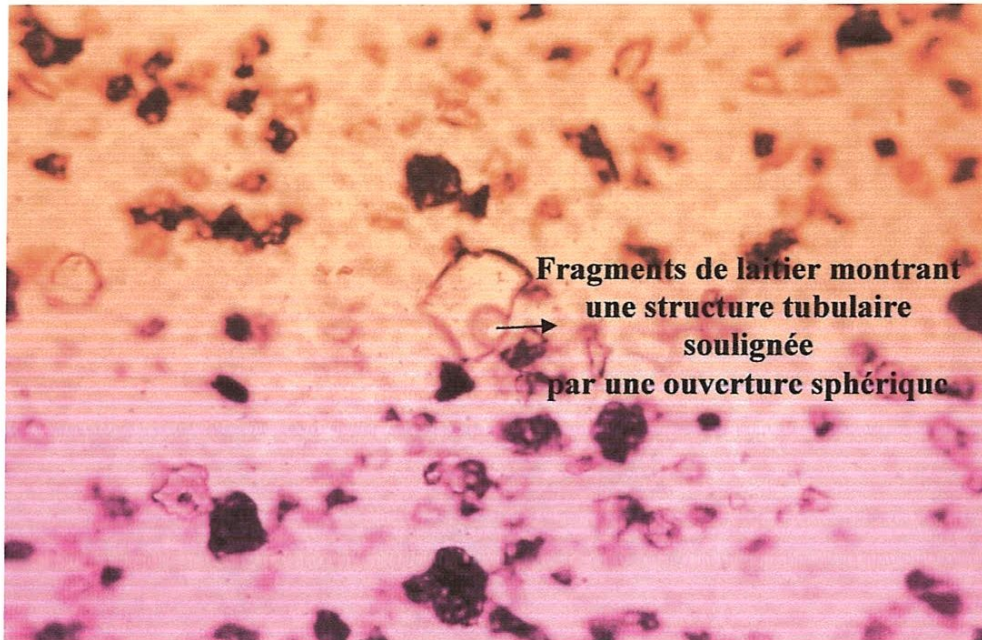


Figure 9 : Ajout laitier vu en lame mince (lumière polarisée) Obj 5x013 POL

Interprétation du résultat de l'analyse microscopique du laitier

Le laitier utilisé est un laitier granulé de haut fourneau du complexe sidérurgique d'El-Hadjar, Wilaya d'ANNABA. Etant une matière vitrifiée, amorphe le laitier apparaît en lumière transmise avec une structure isotrope. Il se caractérise aussi par des cassures conchoïdales et parfois par une structure tubulaire se détachant avec une ouverture sphérique ou concave lorsqu'ils sont brisés. La structure tubulaire ou vacuolaire en surface lui donne un aspect de texture scoriacée.

VI.2.2. Calcaire

VI.2.2.1. Analyse du calcaire par fluorescence des rayons X

Le laboratoire n'effectue pas des analyses du calcaire par fluorescence des rayons X

VI.2.3. Pouzzolane

VI.2.3.1. Analyse de la pouzzolane par fluorescence des rayons X

Le laboratoire n'effectue pas des analyses du calcaire par fluorescence des rayons X

VI.2.3.2. Analyse de la pouzzolane par diffraction des rayons X

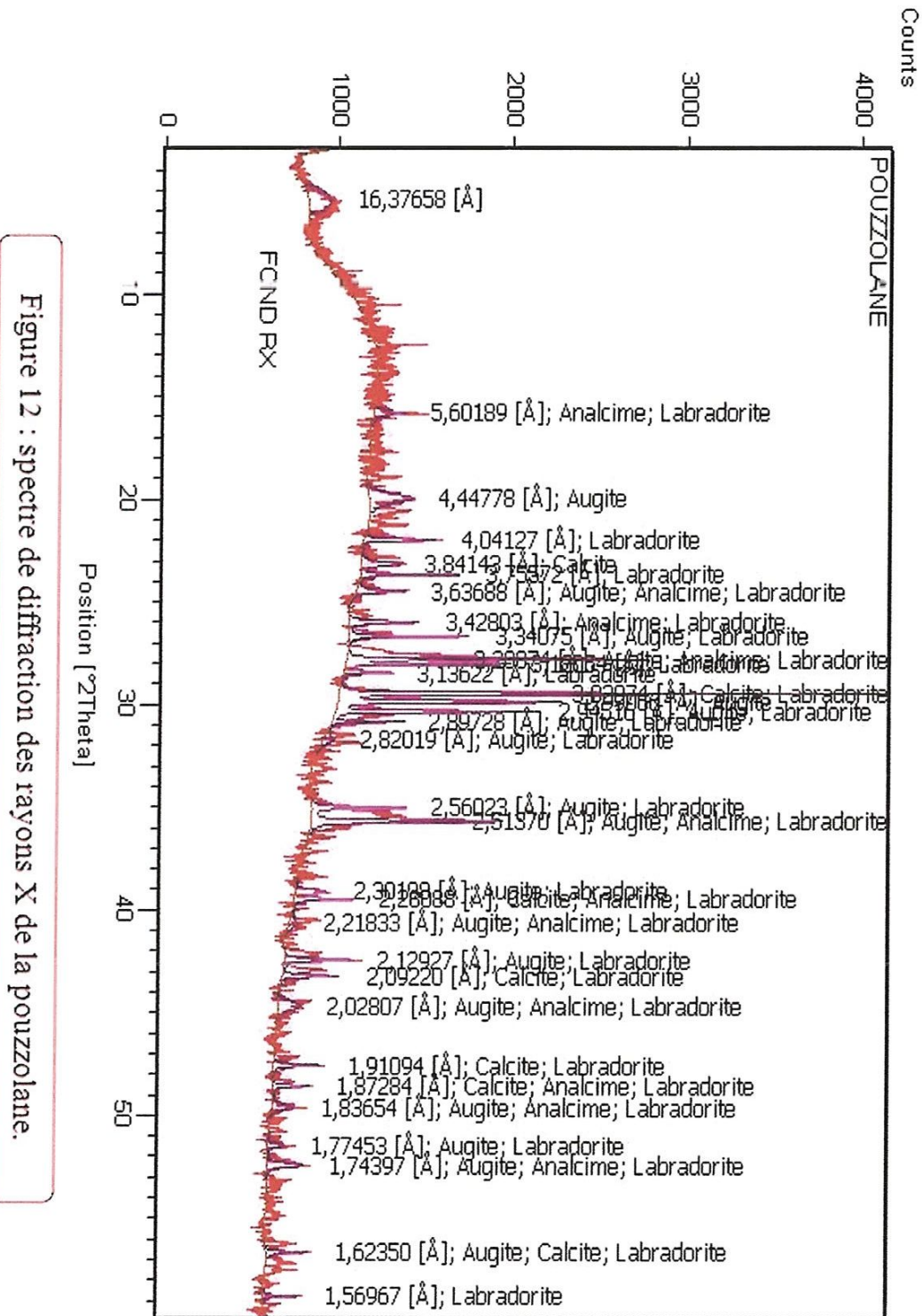


Figure 12 : spectre de diffraction des rayons X de la pouzzolane.

Interprétation du résultat de l'analyse par diffraction des rayons X du calcaire

L'analyse de la diffraction aux rayons X (**DRX**) de cet ajout pouzzolane montre qu'il s'agit d'une lave basaltique.

Sa nature est confirmée par la composition minéralogique traduite par l'absence du quartz et la présence d'une para-genèse constituée de minéraux cristallins riches en silice, alumine, fer et magnésium (Feldspath plagioclase basique de type labrador accompagné par des Pyroxènes) avec des feldspathoïdes tels que l'anal-cime et la néphéline, minéraux d'argile (montmorillonite ...) et d'oxydes de fer (hématite).

Ces minéraux sont plongés dans une masse vitreuse amorphe (verre volcanique) fortement oxydée de couleur rougeâtre.

Le spectre nous permet de détecter une raie d'intensité $d=3,17\text{\AA}$ correspondant à celle des plagioclases (labradorite), une raie d'intensité $d=6,46\text{\AA}$ appartenant au diopside $d=4,17\text{\AA}$ à l'enstatite et $5,58\text{\AA}$ à l'anal-cime.

VI.2.3.3. Analyse de la pouzzolane par microscopie optique

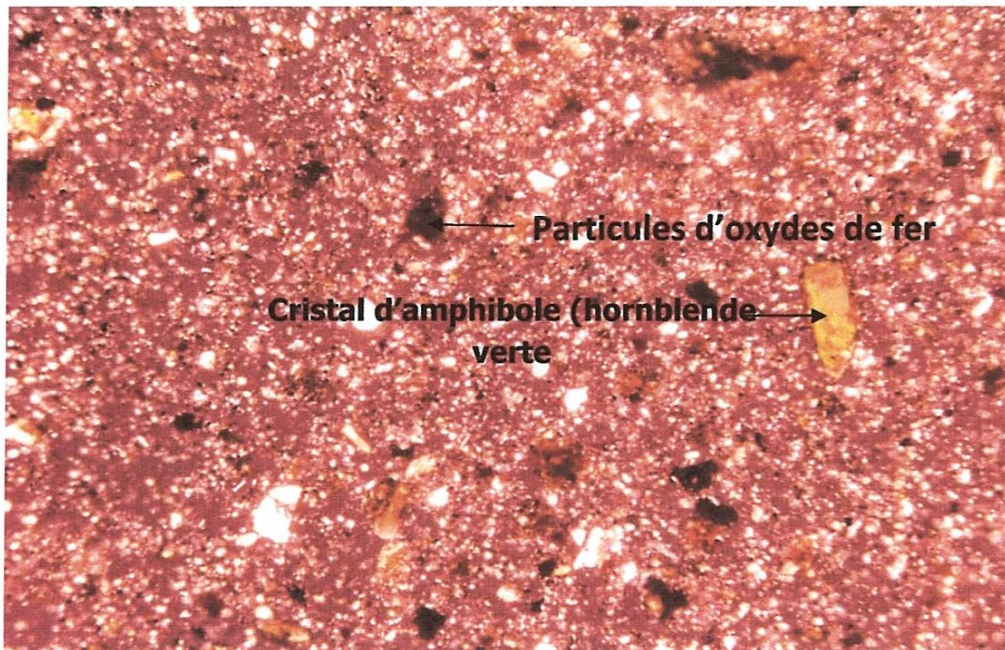


Figure 13 : Vu en lumière polarisée-analysée (Obj 5x 0,13 POL)

Interprétation du résultat de l'analyse par microscopie optique de la pouzzolane

Il s'agit d'une pouzzolane naturelle d'origine volcanique extraite du gisement de Bouhamedi situé au sud de Beni-Saf (ouest- Algérie).

Observé en lumière polarisée-analysée sur lame mince l'ajout pouzzolane apparait sous forme de fragments irréguliers sur lesquels se détachent de fins microlites plagioclasiques accompagnés de minéraux ferromagnésiens (pyroxènes) de couleur verdâtre et d'oxydes de fer de couleur brun rougeâtre. Le pouzzolane est une roche volcanique basique souvent de composition basaltique.

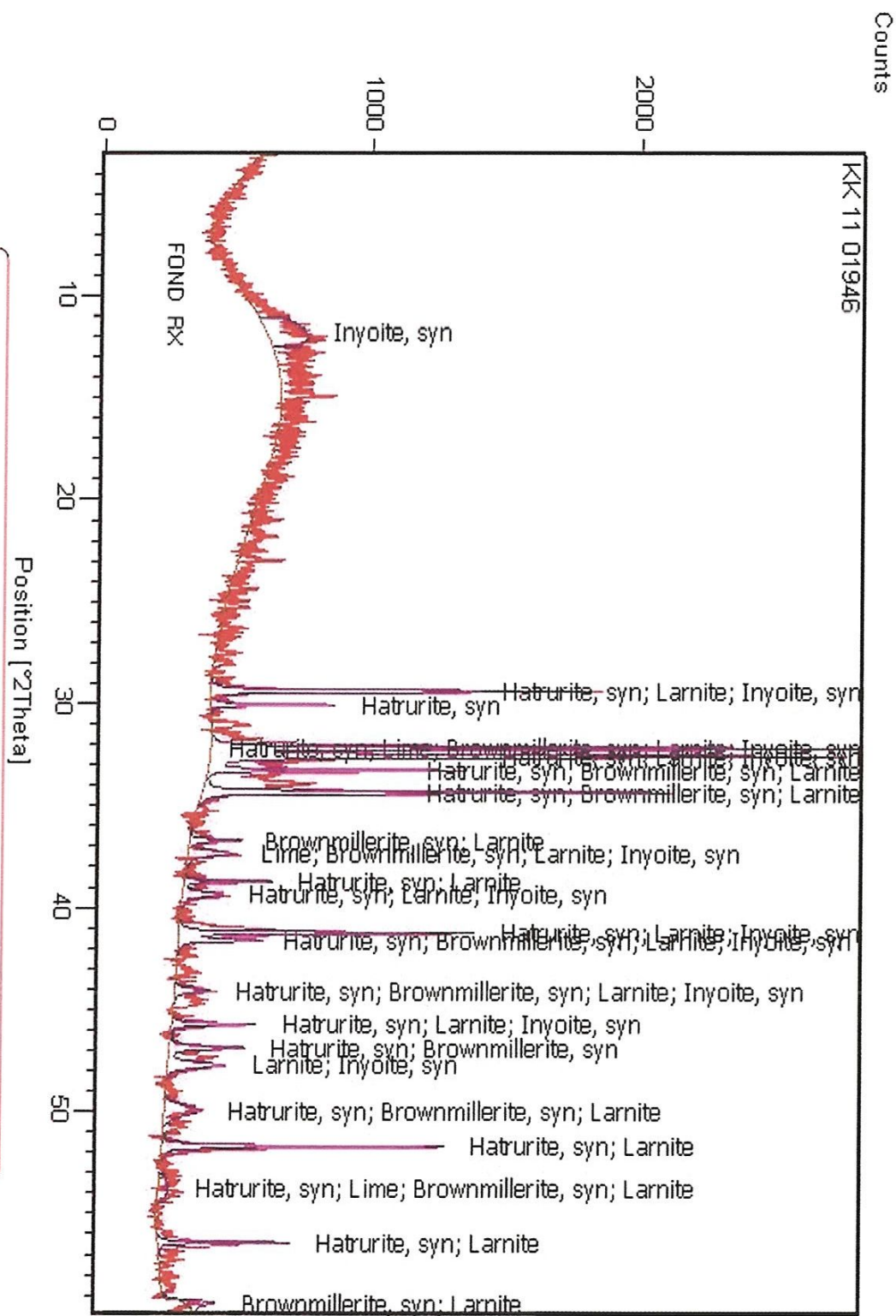
VI.3. Le clinker

VI.3.1. Analyse du clinker par fluorescence des rayons X

	Constituants minéraux du clinker	Teneur rapportée en % clinker	Exigence normative CPJ suivant NA 442
Clinker KK 11 01946	C ₃ S	60	Phase Clinker > 65 %
	C ₂ S	16	
	C ₃ A	09	
	C ₄ AF	10	
	CaO.L	<02	

VI.3.2. Analyse du clinker par diffraction des rayons X

Figure 14 : spectre de diffraction des rayons X du laitier de haut fourneau



VI.3.3. Analyse du clinker par microscopie optique

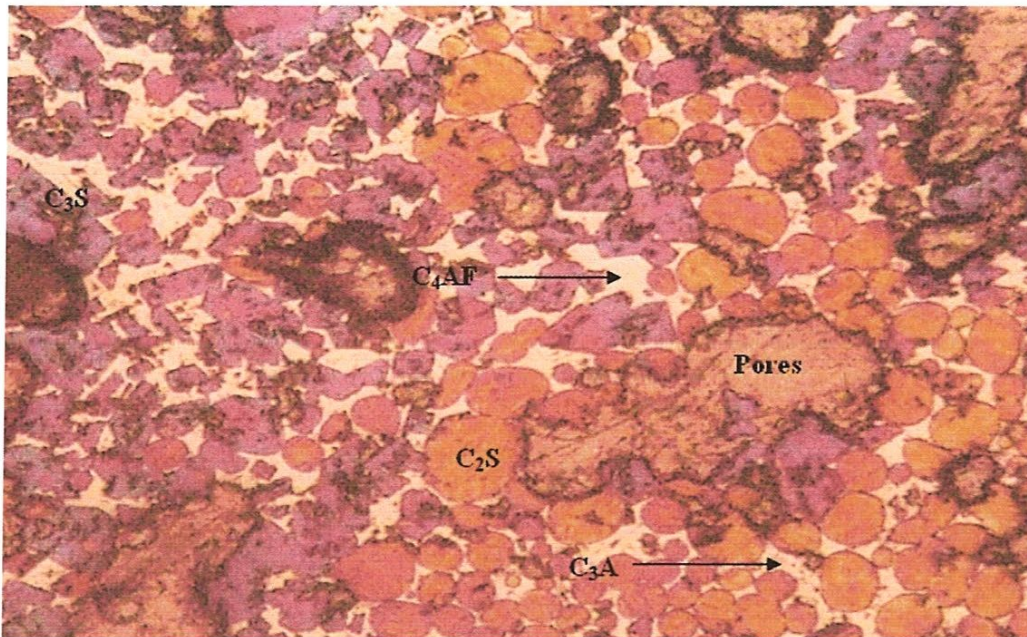


Figure 15 : Vu d'un clinker sur section polie (Obj 20x0, 5 POL)

Interprétation du résultat de l'analyse par microscopie optique du clinker

L'observation micro texturale du clinker étudié au microscope optique AXIOSKOP 40 POL CARL ZEISS sous un grossissement - 20x0, 50- .

Les nodules de clinker soumis d'abord à un polissage puis à une exposition brève de la section polie aux vapeurs d'acide acétique pour la coloration des phases montrent les quatre phases principales qui sont:

- C₃A : en petits plages grisâtres,
- C₄AF : en blanc,
- C₃S en : cristaux polygonaux orange à contours très nets et enfin le C₂S à cristaux arrondis en jaune verdâtre.

VI.4. Les ciments

VI.4.1. CM a ajout laitier

VI.4.1.1. Analyse du ciment avec ajout laitier par fluorescence des rayons X

Phase Ajouts	Nature et Symbole	Teneur en %	Somme des ajouts < 35%
	Laitier (S)	15	
	-	-	

Ciment CM 11 01911	Constituants minéraux du clinker	Teneur rapportée en % clinker	Exigence normative CPJ suivant NA 442
	C ₃ S	58	Phase Clinker > 65 %
	C ₂ S	17	
	C ₃ A	08	
	C ₄ AF	11	
	CaO.L	01	
	Régulateur de prise Gypse	05	

VI.4.1.2. Analyse du ciment avec ajout laitier par diffraction des rayons X

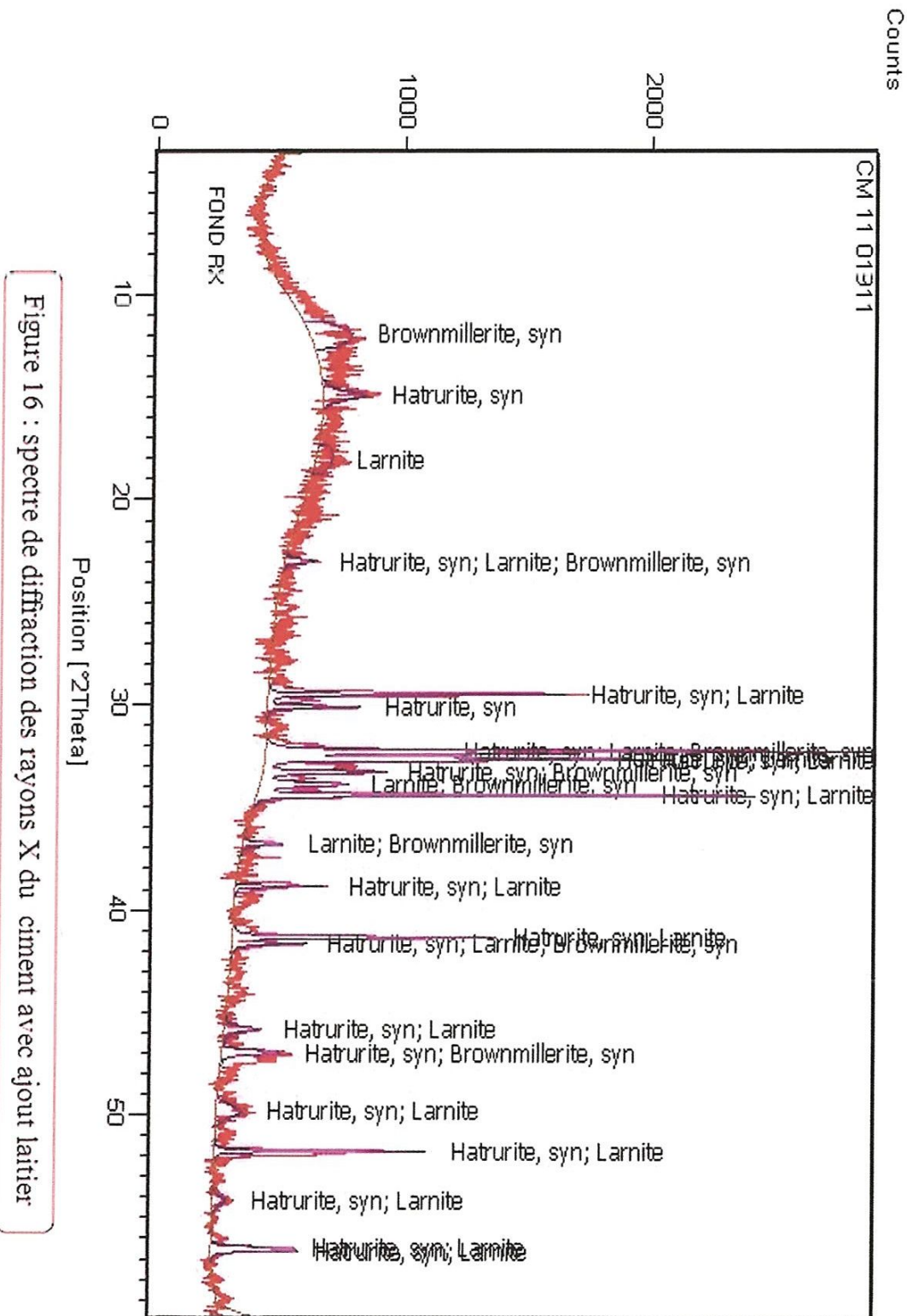
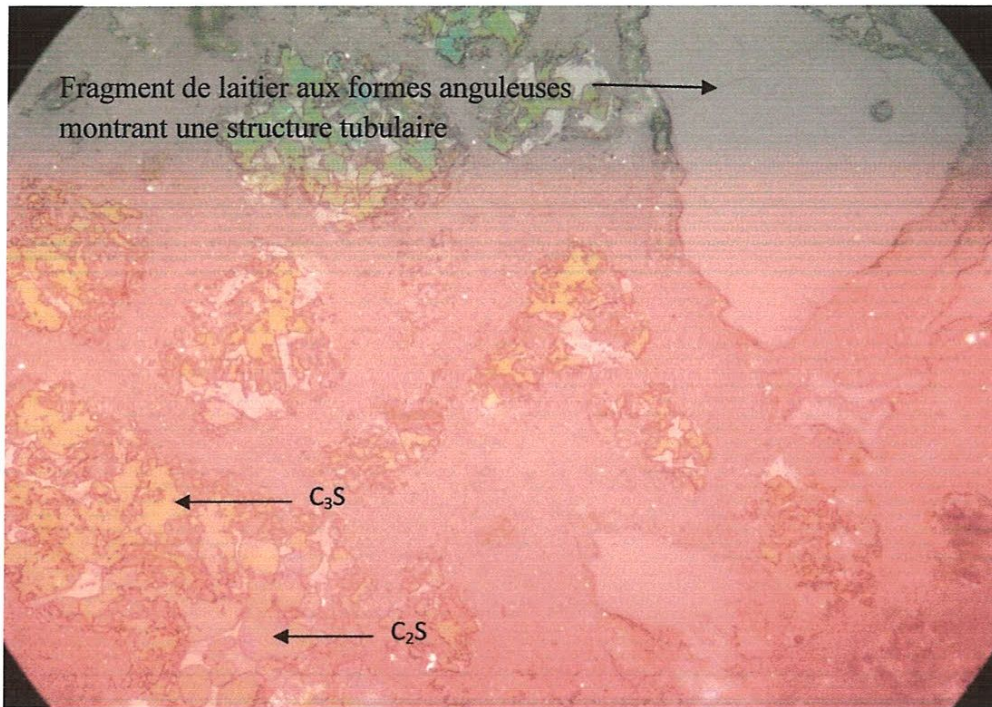
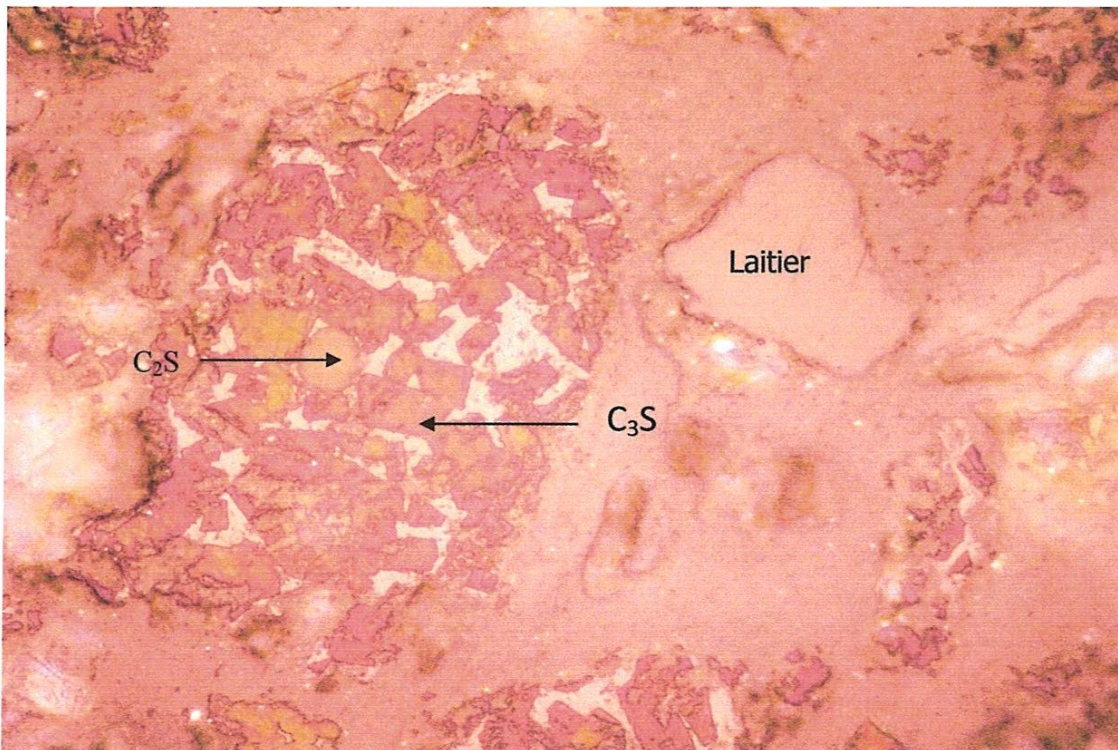


Figure 16 : spectre de diffraction des rayons X du ciment avec ajout laitier

VI.4.1.3. Analyse du ciment avec ajout laitier par microscopie optique**Figure 17: Vu microscopique du ciment avec ajout laitier sur section polie (Obj 20x0, 5 POL)****Figure 18: Vu microscopique du ciment avec ajout laitier sur section polie (Obj 50x0, 7 POL)**

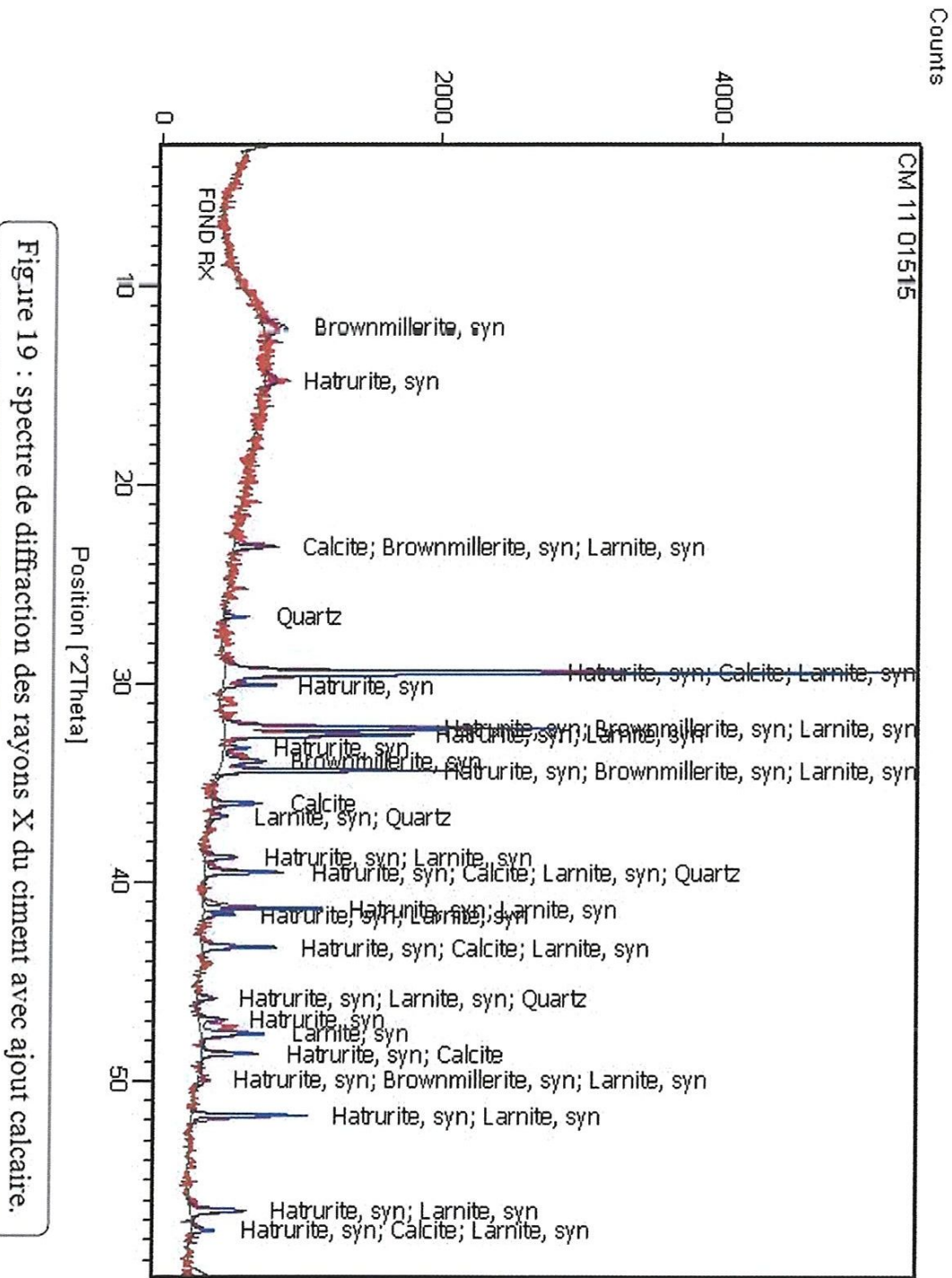
VI.4.2. CM a ajout calcaire

VI.4.2.1. Analyse du ciment avec ajout calcaire par fluorescence des rayons X

Phase Ajouts	Nature et Symbole	Teneur en %	Somme des ajouts < 35%
	Calcaire (L)	25	
	-	-	

Ciment	Constituants minéraux du clinker	Teneur rapportée en % clinker	Exigence normative CPJ suivant NA 442
	C ₃ S	58	Phase Clinker
	C ₂ S	18	
	C ₃ A	05	
	C ₄ AF	13	
	CaO.L	01	> 65 %
	Régulateur de prise Gypse	05	

VI.4.2.2. Analyse du ciment avec ajout calcaire par diffraction des rayons X



VI.4.2.3. Analyse du ciment avec ajout calcaire par microscopie optique

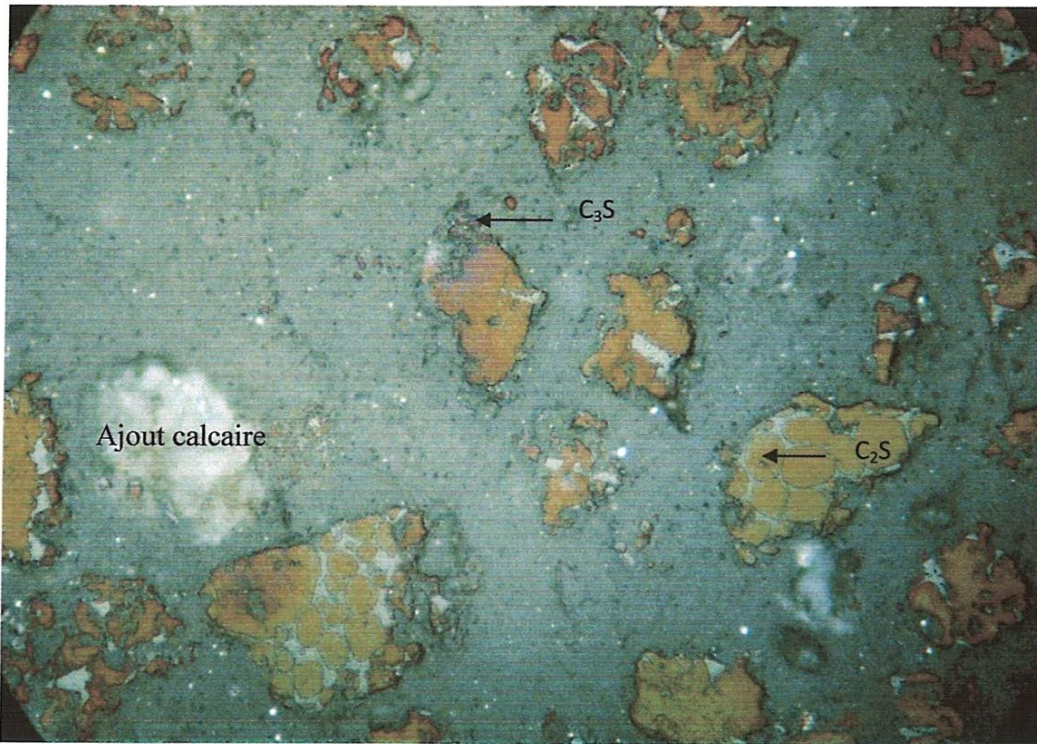


Figure 20 : Vu microscopique en section polie (Obj 50x0, 7 POL)

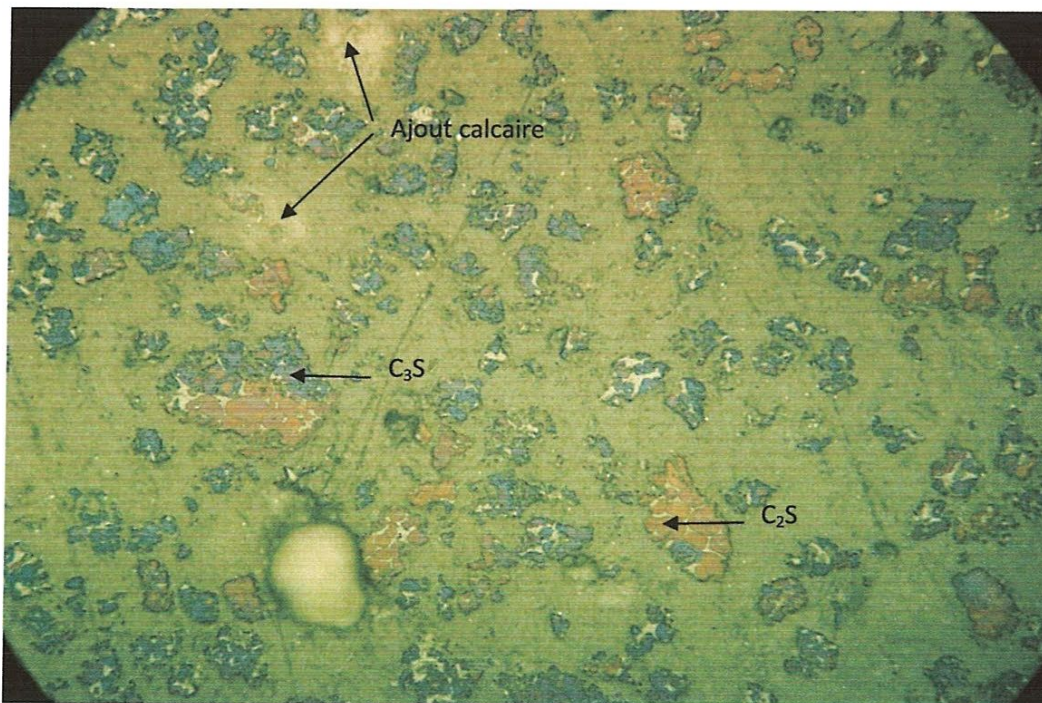


Figure 21 : Vu sur section polie Obj 20x0, 5 POL

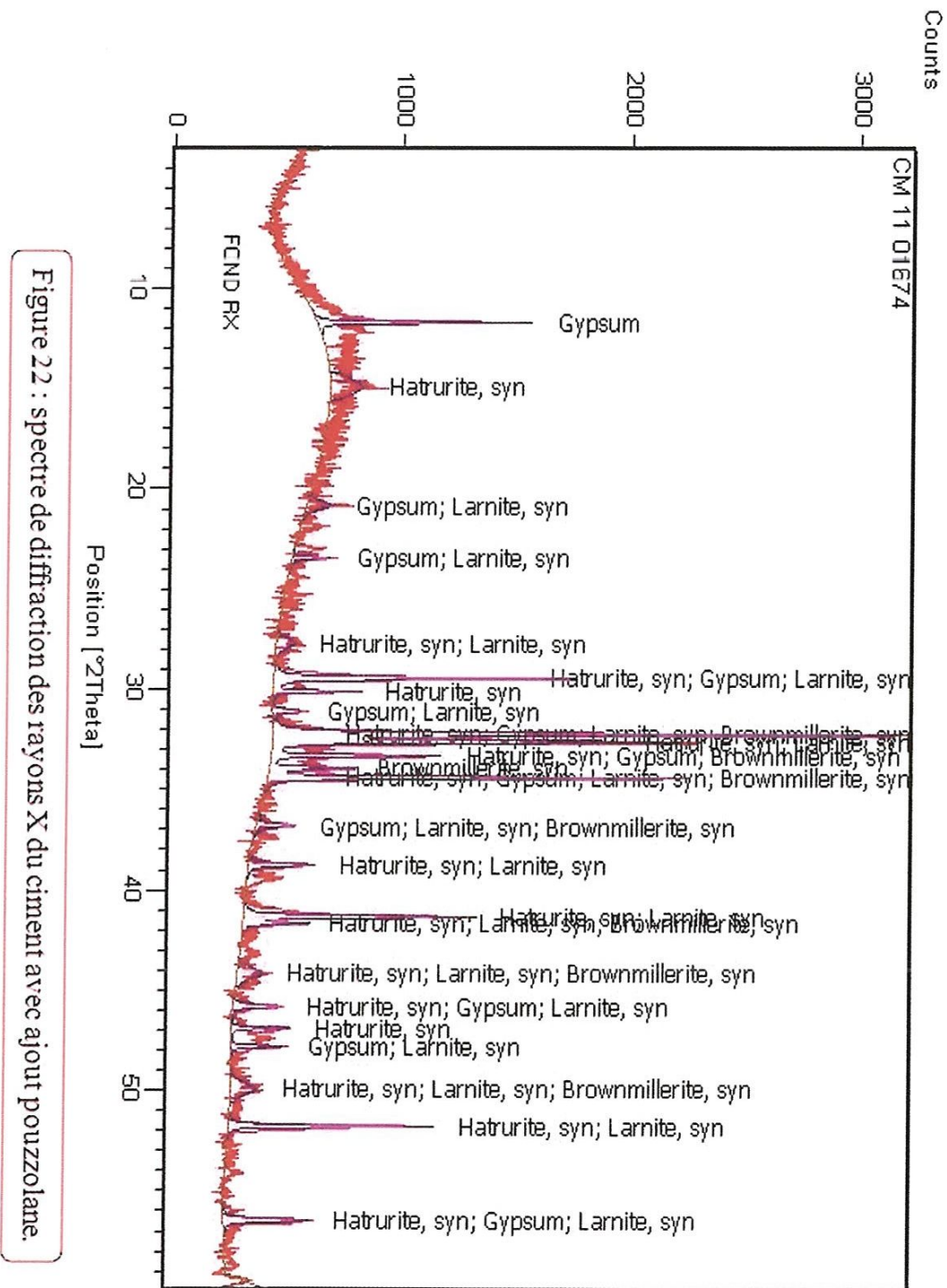
VI.4.3. CM a ajout pouzzolane

VI.4.3.1. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par fluorescence des rayons X

Phase Ajouts	Nature et Symbole	Teneur en %	Somme des ajouts < 35%
	Pouzzolane (Z)	07	
	-	-	

Ciment	Constituants minéraux du clinker	Teneur rapportée en % clinker	Exigence normative CPJ suivant NA 442
	C ₃ S	53	Phase Clinker > 65 %
	C ₂ S	22	
	C ₃ A	08	
	C ₄ AF	10	
	CaO.L	01	
	Régulateur de prise Gypse	06	

VI.4.3.2. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par diffraction des rayons X



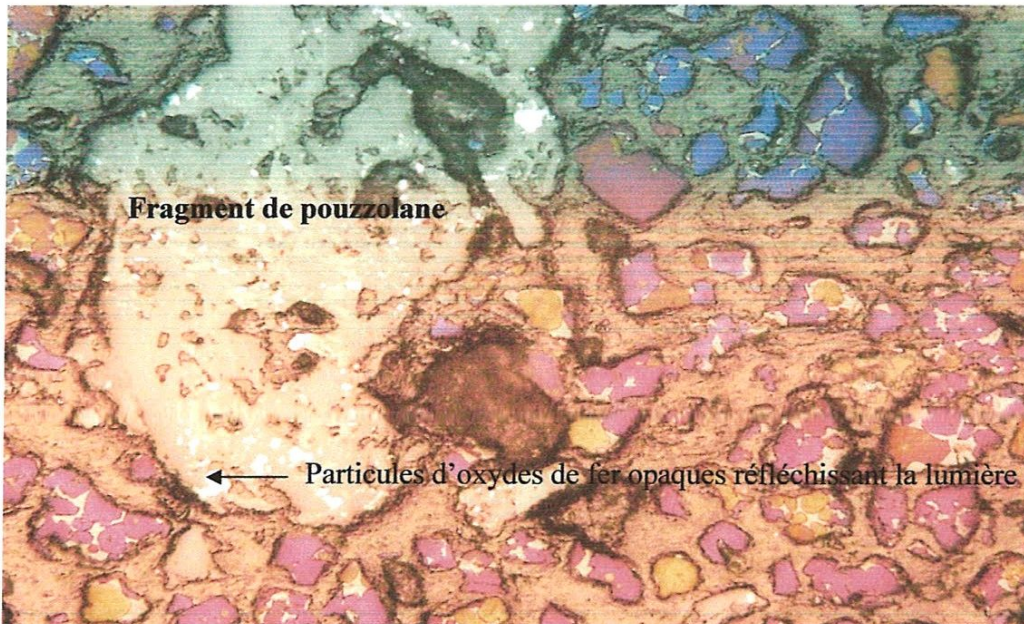
VI.4.3.3. Analyse du ciment avec ajout pouzzolane par microscopie optique

Figure 23 : Vu du ciment avec ajout pouzzolane sur section polie Obj 50x0,7 POL

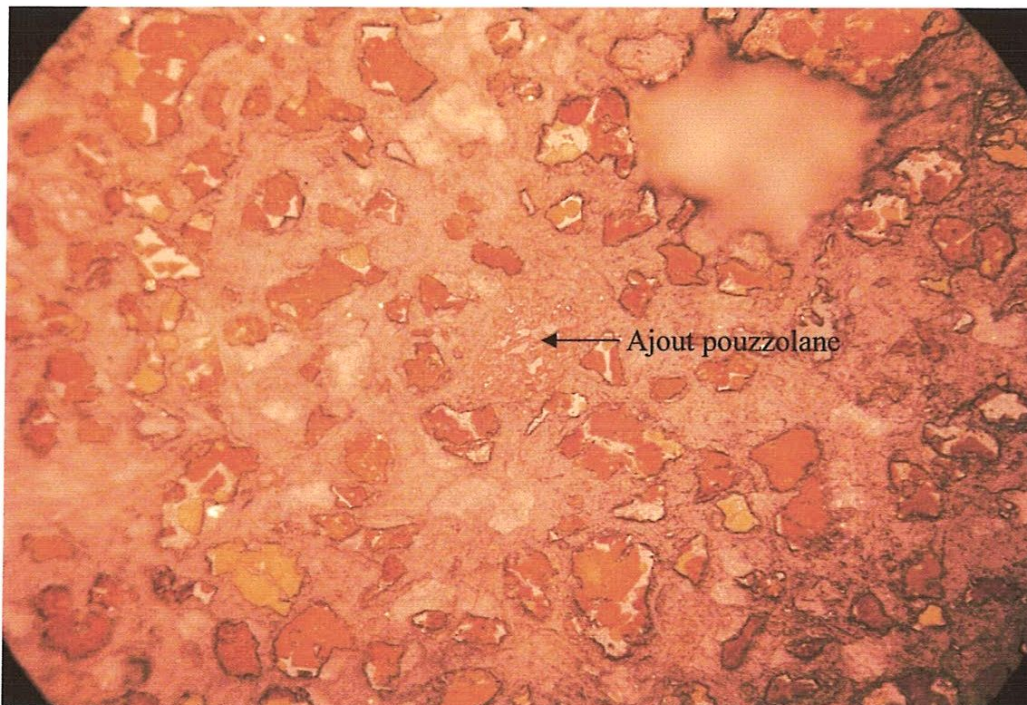


Figure 24 : Vu du ciment avec ajout pouzzolane en section polie Obj 20x0,5 Pol

VI.4.4. CM sans ajouts

VI.4.4.1. Analyse du ciment sans ajout par fluorescence des rayons X

Phase Ajouts	Nature et Symbole	Teneur en %	Somme des ajouts < 35%
	-	-	
	-	-	

Ciment	Constituants minéraux du clinker	Teneur rapportée en % clinker	Exigence normative CPJ suivant NA 442
	C ₃ S	64	Phase Clinker
	C ₂ S	10	
	C ₃ A	08	
	C ₄ AF	11	
	CaO.L	<01	> 65 %
	Régulateur de prise Gypse	04	

VI.4.4.2. Analyse du ciment sans ajout par diffraction des rayons X

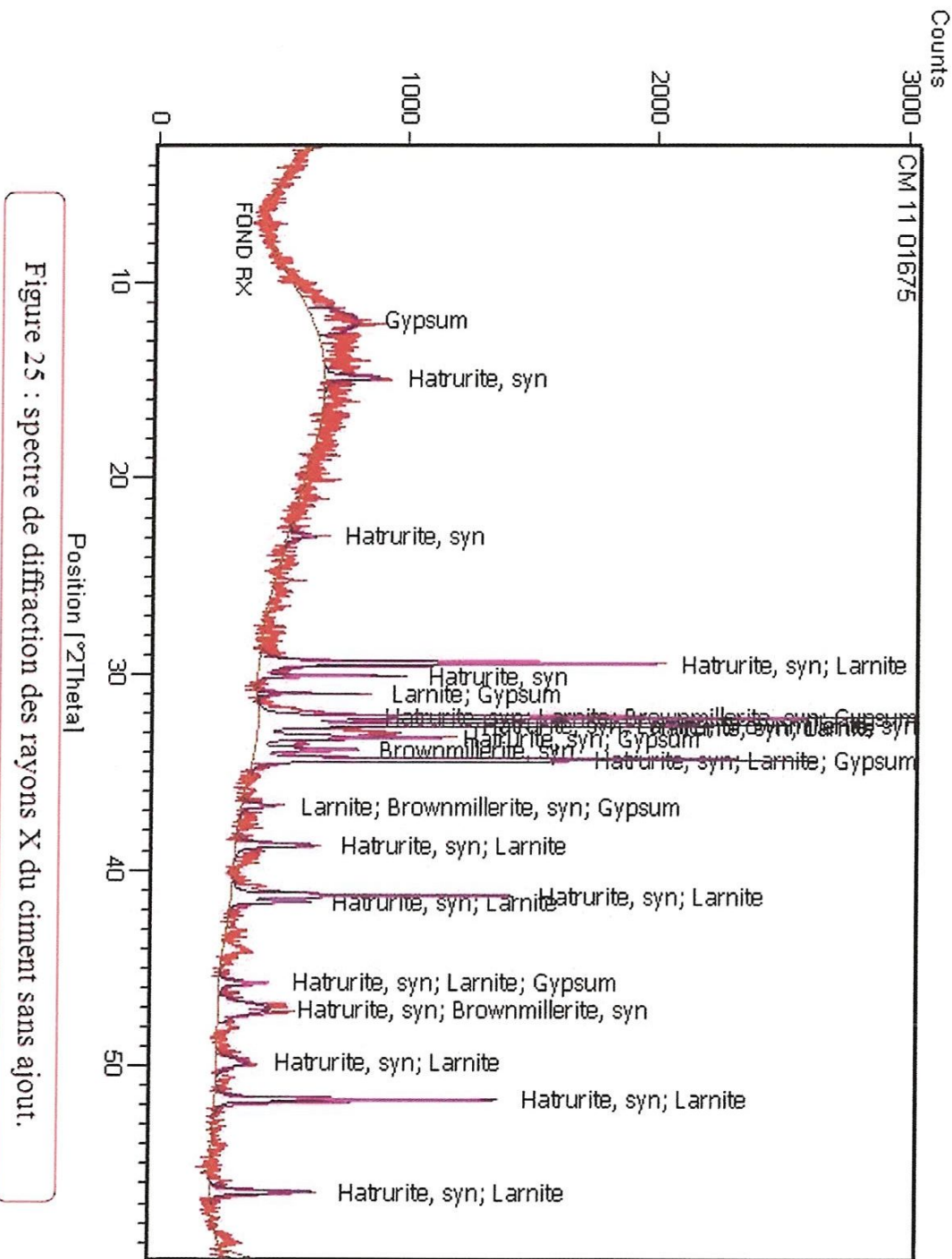


Figure 25 : spectre de diffraction des rayons X du ciment sans ajout.

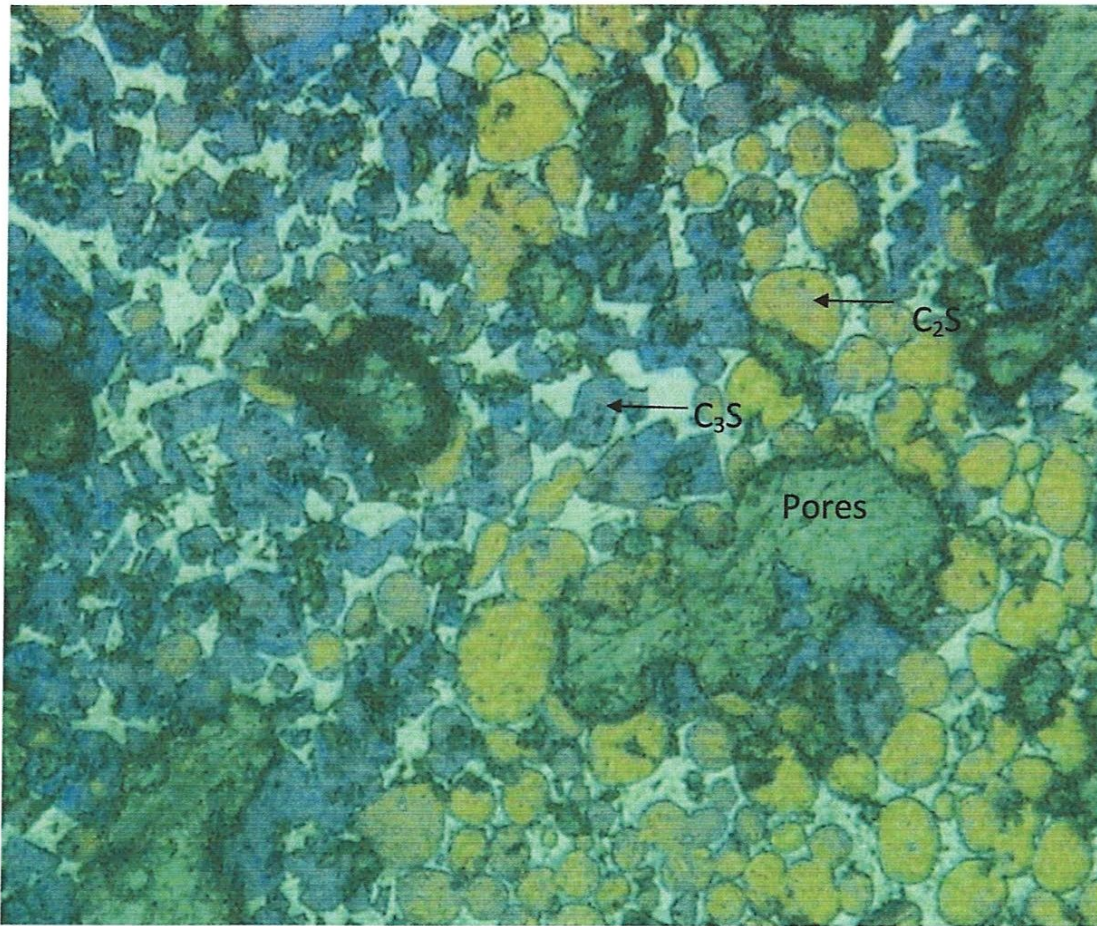
VI.4.4.3. Analyse du ciment sans ajout par microscopie optique

Figure 26 : Vu du ciment sans ajout sur section polie (Obj 20x0,5 POL)

Conclusion

CONCLUSION GENERALE

Le stage pratique effectué au sein du CETIM m'a permis d'acquérir des connaissances pratiques dans le domaine des matériaux et approfondir la maîtrise des techniques expérimentales d'analyse des matériaux à l'échelle structurale microstructurale.

Le travail effectué consiste à comparer une analyse comparative entre les différents types de ciment en utilisant la diffraction des rayons X, la fluorescence X et la microscopie optique.

Les analyses de diffraction des X et de Fluorescence, effectuées sur les différents ajouts et les ciments correspondant, confirme la formation des C_2S , C_3A , C_4AF avec des proportions variables en fonction de l'ajut utilisé.

Les différentes observations effectuées au microscope optique nous ont permis de visualiser les morphologies ou aspects texturales des différentes phases contenues dans les ciments étudiées et qui sont très variables d'un échantillon à un autre.

- L'étude microscopique a permis de dégager les similitudes communes malgré la grande variabilité dans la composition des ciments et la nature des ajouts utilisés.
- Ces observations sont bien identifiables sur les photos aussi bien pour les phases C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF que pour les ajouts.
- Par ailleurs on remarque dans tous les ciments étudiés qu'une différence dans la granulométrie est notée au niveau des deux principales phases qui sont le C_3S dénommé alite et le C_2S bélite. On note par contre une ressemblance dans la forme des cristaux pour les mêmes phases.
- Les observations réalisées dans les différents ciments ont montré la présence de grains de C_4AF et C_3A à proximité de la limite entre les phases C_3S et C_2S avec différences dans les formes et les quantités.

Dans la plupart des échantillons nous remarquons que les cristaux de C_3S conservent leur structure cristalline dessinée par une forme polygonale avec des limites régulières mais dans certains échantillons ces limites présentent par contre une légère dégradation soulignée par un aspect creux fourchu.

Références bibliographiques

- Etude par DRX de la structure des silicates de calcium. -Université de Paris 6, 1996 *c'est quoi la nature de ce document.?*
- Etude par microscopie optique. Livre *ou st les détails.?? Auteur, Edition, Année*
- Guide béton maritime. Documents *lesquels???*
- Guide de cimenterie par FLS. Documents *???*
- Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats, Partie. Thèse *de qui??*
- Analyse chimique – Détermination de l'instabilité des laitiers de hauts fourneaux et d'aciéries. Document
- Détermination de l'expansion de scories d'aciéries. Afnor, 1998. Guide
- Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats – Partie 1 : Détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval). Afnor, 1996
- La Cimenterie par FLS *???*
- Internet (google, wikipedia, cite du ciment, cite des techniques d'analyses *précises convenablement les sites*)

Références bibliographiques

- Etude par DRX de la structure des silicates de calcium. -Université de Paris 6, 1996 *c'est quasi la nature de ce document.?*
- Etude par microscopie optique. Livre *ou st les détails.?? Auteur, Edition, Année*
- Guide béton maritime. Documents *lesquels???*
- Guide de cimenterie par FLS. Documents *???*
- Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats, Partie. Thèse *de qui??*
- Analyse chimique – Détermination de l'instabilité des laitiers de hauts fourneaux et d'aciéries. Document
- Détermination de l'expansion de scories d'aciéries. Afnor, 1998. Guide
- Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats – Partie 1 : Détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval). Afnor, 1996
- La Cimenterie par FLS *???*
- Internet (google, wikipidia, cite du ciment, cite des techniques d'analyses *précises - convenablement les sites*)

