



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

Université **A.MIRA**, - Bejaïa
Faculté de Technologie
Département de Génie Civil

Mémoire

Pour obtenir le titre de Master en Génie Civil
Option : Structures

Thème

UTILISATION DE METAKAOLIN DANS LE CIMENT

Présenté par

Mme **ADJTOUTAH Lamia**

Mlle **BOUZIDI Ferial**

Encadré par :

Dr **BOUZIDI Mohamed Amin**

MEMBRE DE JURY :

Mme **ATTIL S.**

Mme **AREZKI S.**

2017/2018

REMERCIEMENTS

Nos sincères remerciements s'adressent

A notre promoteur **Dr BOUZIDI MOHAMED AMIN**, enseignant chercheur à l'université de Bejaia, pour ses précieux conseils, son orientation et sa disponibilité, qu'il trouve ici témoignage de notre sincère reconnaissance.

A Mme ATTIL S, d'avoir acceptée d'examiner ce travail et sa présidence de jury.

A Mme AREZKI S, d'avoir acceptée d'examiner notre travail.

A l'ensemble des enseignants du département génie civil de l'université de Béjaia.

A l'ensemble des techniciens des laboratoires de l'université de Béjaia.

A Monsieur **A. DAOUDI**, président directeur général de **CETIM** et le directeur de laboratoire liants et béton Monsieur **R. AMELLEL** pour leurs accueils et leurs attentions, ainsi tout le personnel de **CETIM**.

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

DEDICACES

Je dédie ce travail

A la mémoire de ma belle-mère

A mes parents :

Affables, honorables, aimables : vous représentez pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Vos prières et vos bénédictions m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que vous méritez pour tous les sacrifices que vous n'avez cessé de me donner. Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserver et vous accorde santé, longue vie et bonheur.

A mon cher mari :

Tes sacrifices, ton soutien moral et matériel, ta gentillesse sans égal, ton profond attachement m'ont permis de réussir mes études. Que dieu réunisse nos chemins pour un long commun serein et que ce travail soit témoignage de ma reconnaissance et de mon amour sincère et fidèle.

A mes chers frères et sœurs :

En témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour vous. Je vous remercie pour votre hospitalité sans égal et votre affection si sincère.

A toute ma famille et ma belle famille petits et grands.

LAMIA

DEDICACES

Je dédie ce travail

➤ *A mes chers parents :*

Pour tout leurs sacrifices, leur amour, leur soutien, et leurs prières tout au long de mes études, vous représentez pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de vos sacrifices que vous avez consenti pour mon éducation et ma formation le long de ces années.

➤ *A mes chères sœurs :*

Pour leur encouragement permanents, et leur soutien moral.

➤ *A mes chers frères :*

Pour leur appui et leur encouragement.

➤ *A mes nièces lamis, ania , serine et mon petit neveu salah.*

➤ *A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.*

Ferial

Table des matières

Remerciement

Dédicaces

Table de matière

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste d'abréviation

Résumé

Introduction générale.....1

CHAPITRE I : Généralités et recherche bibliographique

Introduction 3

I.1 Le ciment 3

I.1.1 Histoire du ciment..... 3

I.1.2 Définition du ciment 4

I.1.3 Les différents types du ciment Portland 4

I.1.3.1 Ciments courants ou ciments CEM..... 4

I.1.3.2 Ciments spéciaux : 5

I.1.4 Fabrication du ciment 6

I.1.5 La composition du ciment Portland 8

I.1.5.1 Les constituants principaux..... 8

I.1.5.2 Composition chimique 8

I.1.5.3 Composition minéralogique du ciment Portland 9

I.1.6 Hydratation du ciment..... 10

I.1.6.1 Hydratation du ciment Portland 10

I.1.6.2 Les différents hydrates formés lors de l'hydratation du ciment 11

I.1.6.3 Hydratation du ciment en présence d'additions pouzzolaniques 13

I.2 Impacts environnementaux liés à la fabrication du ciment..... 14

I.2.1 L'effet de serre : 14

I.2.2 La source de CO₂ dans l'industrie cimentière 15

I.2.3 Réduction des gaz à effets de serre dans l'industrie du ciment	15
I.2.4 Protection de l'environnement	16
I.2.5 Protection des eaux	16
I.2.6 La réhabilitation des carrières	16
I.3 Contexte Algérien de l'industrie de ciment :	16
I.3.1 consommation énergétique du groupe GICA :	17
I.3.2 Consommation spécifique de clinker et de ciment	17
I.3.3 évaluation environnementale de la fabrication de ciment.....	18
I.3.4 Réduction de la consommation énergétique et l'émission de CO ₂	18
I.4 Les matériaux de remplacement de ciment.....	18
I.4.1 Les ajouts minéraux inertes	19
I.4.1.1 Les fillers calcaires :	19
I.4.1.2 Les fibres :.....	20
I.4.2 Les ajouts minéraux actifs	20
I.4.2.1 Les pouzzolanes	20
I.4.2.2 La fumée de silice	21
I.4.2.3 Le laitier de haut fourneau	21
I.5 Les avantages des ajouts minéraux	21
I.6 Le métakaolin.....	22
I.6.1 Histoire de métakaolin	23
I.6.2 Définition et obtention de métakaolin.....	23
I.6.3 Influence du métakaolin présent dans une matrice cimentaire	23
I.6.3.1 La masse volumique	23
I.6.3.2 La porosité	24
I.6.3.3 La résistance à la compression.....	24
I.6.4 Méthodes d'optimisation de la pouzzolanité.....	25
I.6.5 Valorisation des déchets dans le génie civil.....	26
Conclusion.....	27

CHAPITRE II : Matériels et Méthodes

Introduction	29
II.1 Matériaux.....	29
II.1.1 Le ciment	29

II.1.2 Le sable.....	29
II.1.3 Eau.....	30
II.2 Confection des corps d'épreuves.....	30
II.2.1 Confection des pâtes de ciment.....	30
II.2.2 Confection des éprouvettes de mortier.....	32
II.3 Méthodologie d'étude.....	35
II.3.1 Essais réalisés.....	35
II.3.1.1 Analyse Thermo différentielle (ATD).....	35
II.3.1.2 Diffraction des rayons X (DRX).....	36
II.3.1.3 Infrarouge.....	37
II.3.1.4 Porosité.....	38
II.3.1.5 La masse volumique.....	39
II.3.1.6 Essai de compression.....	41
II.3.1.7 Analyse granulométrique par laser.....	42
II.3.1.8 Analyse chimique.....	42
Conclusion.....	43

CHAPITRE III : Caractérisation du kaolin et du métakaolin

Introduction.....	44
III.1 Origine de kaolin.....	44
III.2 Composition chimique.....	44
III.3 Composition minéralogique.....	45
III.4 Caractérisation physique.....	46
III.4.1 Composition granulométrique laser.....	46
III.4.2 Masse volumique.....	47
III.5 Comportement thermique.....	48
Conclusion.....	48

CHAPITRE IV : Interprétation et discussion des résultats

Introduction.....	49
IV. 1 Mortier.....	49
IV.1.1. Résistance mécanique.....	49
IV.1.2 L'indice d'activité.....	50
IV.2 Pâtes de ciment.....	51

IV.2.1 Masse volumique et porosité.....	51
IV.2.2 Diffraction de rayon X.....	51
IV.2.3 Infrarouge.....	53
Conclusion.....	54
Conclusion générale.....	55
Références bibliographiques.....	56

Annexes

Liste des tableaux

Tableau I-1 Les différents types du ciment selon la norme EN 197-1	6
Tableau I-2 Différentes phases du ciment.....	10
Tableau I-3 consommation énergétique du Groupe GICA	17
Tableau I-4 consommation énergétique spécifique de la production du clinker et ciment.....	17
Tableau I-5 évaluation environnementale de ciment	18
Tableau I-6 Classification des ajouts selon leur réactivité.....	19
Tableau II-1 composition chimique du ciment selon la norme EN 196-2	29
Tableau II-2 Compositions granulométrique du sable CEN	30
Tableau II-3 Indication des différents mélanges.....	35
Tableau II-4 Les essais effectués sur le kaolin et le métakaolin.....	35
Tableau II-5 Différents essais effectués sur les éprouvettes	36
Tableau III-1 Composition chimiques du kaolin et du métakaolin	44
Tableau III-2 Composition minéralogique du Kaolin	46
Tableau III-3 masses volumiques de ciment et métakaolin	47
Tableau VI-1 La résistance à la compression des mortiers à 2, 7 et 28 jours	50
Tableau VI-2 L'indice d'activité.....	50
Tableau VI-3 Masse volumique et porosité accessible à l'eau (28 jours).....	51

Liste des Figures

Figure I-1 Différentes étapes de fabrication du ciment	7
Figure I-2 Vitesse d'hydratation du ciment.....	13
Figure II-1 Pesée de l'eau.....	31
Figure II-2 Pesée du ciment avec métakaolin	31
Figure II-3 Malaxage de la pâte de ciment	31
Figure II-4 Eprouvette de pâte de ciment.....	31
Figure II-5 Les pâtes de ciment durcies	32
Figure II-6 Le pilon.....	32
Figure II-7 Réduction en poudre.....	32
Figure II-8 Poudre de pâte de ciment durcies.....	32
Figure II-9 Malaxeur.....	34
Figure II-10 Moulage des éprouvettes de mortier.....	34
Figure II-11 Conservation des éprouvettes après confection.....	34
Figure II-12 Conservation des éprouvettes après démoulage.....	34
Figure II-13 Diffractomètre par rayon X.....	37
Figure II-14 spectroscope infrarouge	38
Figure II-15 Détermination de la masse volumique apparente	40
Figure II-16 Essai de l'éprouvette graduée.....	40
Figure II-17 Machine d'essai de résistance à la compression.....	41
Figure II-18 appareil pour analyse granulométrique par laser	42
Figure III-1 Diffractogramme de kaolin et métakaolin.....	45
Figure III-2 Distribution granulaire de kaolin.....	46
Figure III-3 Distribution granulaire de métakaolin.....	47
Figure III-4 Courbe ATD du kaolin.....	48
Figure VI-1 La résistance à la compression des mortiers incorporant différents taux de métakaolin	49
Figure VI-2 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 2 jours	52
Figure VI-3 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 7 jours	52
Figure VI-4 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 28 jours	53
Figure VI-5 Spectres Infrarouge des pâtes de ciment	53

Liste d'abréviation

Notations	Formules chimiques	Noms associés
-	SiO ₂	Oxyde de silicium
-	Al ₂ O ₃	Oxyde d'Aluminium
-	Fe ₂ O ₃	Oxyde ferrique
-	CaO	Oxyde de calcium (chaux)
CH	Ca(OH) ₂	Hydroxyde calcique (portlandite)
-	MgO	Oxyde magnétique
-	SO ₃	Trioxysde de soufre
-	Na ₂ O	Oxyde de sodium
-	K ₂ O	Oxyde de potassium
-	Cl	clore
-	P ₂ O ₅	Pentoxysde de phosphore
-	TiO ₂	Dioxyde de titane
-	CO ₂	Dioxyde de carbone
C ₃ S	3C _a O ₂ S _i O ₅	Alite (silicate tricalcique)
C ₂ S	2C _a O ₂ S _i O ₄	Bélite (silicate bi calcique)
C ₃ A	3C _a O ₂ Al ₂ O ₃	Aluminate tricalcique
C ₄ AF	4C _a O ₂ Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	Aluminoferrite tétracalcique
CSH	(CaO) _x (SiO) _y (H ₂ O) _z	Siicate de calcium hydraté
AS2	Al ₂ O ₃ 2S _i O ₂	Métakaolin
PAF	-	Pertes au feu

ATD : Analyse Thermo différentielle.

CETIM : Centre d'Etudes et Service Technologiques de l'Industrie des Matériaux de Construction.

DRX : diffraction des rayons X.

I₂₈ : Indice d'activité de métakaolin à 28 jours.

GICA : Groupe Industriel des Ciments Algérien.

KWh : unité de quantité d'énergie.

R_c : Résistance à la compression.

TEP : Unité d'énergie équivalente.

Thermie : ancienne unité MST de quantité de chaleur = 1 million calorie= 1.16 KWh.

Résumé

Dans ce travail nous étudions la valorisation des rejets issus de traitement de kaolin comme ajouts au ciment après transformation en métakaolin, pour se faire, nous avons caractérisé des rejets de kaolin par différentes techniques (ATD, DRX, Infrarouge, granulométrie par laser, fluorescence X).

L'étude de propriété de ciment obtenue par différentes techniques ont montré une diminution de la masse volumique des pâtes de ciment, une augmentation de la porosité, les résistances à la compression obtenues satisfont aux conditions décrites dans la norme pour des ciments 52,5R (5 et 10%), 42,5R (15 et 20%).

Mots clés : valorisation, caractérisation, rejets, métakaolin, ciment.

Abstract

In this work we study the valorization of the rejects resulting from kaolin treatment as additions to the cement after transformation into metakaolin, to do so, we started by the characterization of the kaolin rejects by technical deferent (ATD, DRX, Infrared, laser granulometry , X-ray, fluorescence X).

The study of cement property obtained by different techniques showed a decrease in the density of the cement paste, an increase of the porosity, the compressive strengths obtained satisfy the conditions described in the standard for 52,5R cements (5 and 10%), 42.5R (15 and 20%).

Keywords : valorization, characterization, rejections, metakaolin, cement.

Introduction générale

Le ciment Portland est l'un des matériaux de construction les plus utilisés dans le monde grâce à ces performances et son coût compétitif. Or, sa fabrication est très énergivore elle dégage une importante quantité de CO₂, épuise les ressources naturelles, et diminue l'impact environnemental de la fabrication de ciment est aujourd'hui un impératif pour garantir la surveillance de cette industrie.

L'utilisation des matériaux de remplacement du ciment est l'une des voies pouvant aider à atteindre cet objectif. Il est donc important d'étudier les différentes possibilités d'utilisation de certains matériaux pour la fabrication de nouveaux ciments afin de limiter l'impact environnemental, réduire l'utilisation des matières premières et de l'énergie.

La valorisation des matières secondaires de récupération (rejets) dans les ciments représente une solution aux problèmes liés aux ressources naturelles, à l'environnement et à l'économie de l'énergie.

Dans ce mémoire, nous tenterons de contribuer à la valorisation de (métakaolin) issu de traitement de kaolin de gisement de Tamazert (Jijel), par substitution au ciment et cela permet: d'éliminer ces rejets non exploités.

Cette étude, consacrée à la valorisation et la caractérisation du métakaolin. Un rejet issu de traitement de kaolin se décompose en quatre chapitres suivants :

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur le ciment (ses types, sa fabrication, son hydratation,...), l'impact environnemental lié à la fabrication du ciment, les solutions proposées ainsi que l'utilisation des additions minérales et les avantages qu'ils apportent au ciment, puis nous avons défini le métakaolin ainsi que quelques caractéristiques de ce dernier dans la matrice cimentaire (masse volumique, porosité, résistance à la compression), les modes d'activation de métakaolin. Enfin nous terminons par une présentation de certaines études faites sur la valorisation des déchets dans le génie civil.

Le deuxième chapitre présente les méthodes de fabrication des mortiers et les pâtes de ciment ainsi que les différents essais effectués sur chacun d'eux.

Le troisième chapitre est porté sur la caractérisation du Kaolin et son activation thermique.

Le quatrième chapitre présente la valorisation du métakaolin dans les mortiers et les pâtes de ciment ainsi que l'analyse et l'interprétation des résultats des essais évoqués au deuxième chapitre.

Introduction générale

Finalement, ce mémoire s'achève par une conclusion générale des travaux réalisés et présente les perspectives de ce rejet dans le ciment.

Introduction

Dans ce chapitre nous présentons le contexte général de l'industrie du ciment, ainsi que les différents défis que cette industrie doit relever pour assurer sa continuité dans le temps.

Nous passons en revue l'état de connaissance générale sur les additions minérales pouzzolaniques et leur utilisation dans le ciment. Il sera question de faire le point sur la fabrication du clinker, le processus de l'hydratation de ses principaux constituants. En suite, nous regarderons l'impact environnemental de la fabrication du ciment.

Enfin, nous nous intéresserons aux matériaux de remplacement du ciment (les ajouts minéraux). Cette partie se base sur les études récentes sur le ciment ainsi que sur la normalisation actuelle sur l'utilisation des ajouts cimentaires.

I.1 Le ciment

I.1.1 Histoire du ciment

Le mot ciment vient du latin « caementum », qui signifie mortier, liant des maçonneries, il est utilisé depuis des millénaires, en Egypte antique ; c'est un mortier de plâtre qui liait les pierres. Les Grecs sont les premiers constructeurs à employer la chaux obtenue par cuisson du calcaire, les Romains améliorent ce liant en y ajoutant des cendres volcaniques et des briques pilées et obtiennent ainsi un liant hydraulique, intermédiaire entre une chaux et un véritable ciment. Ce liant rend possible la construction de grands ouvrages tels les arènes, l'amphithéâtre ou les aqueducs, dont certains sont encore parfaitement conservés vingt siècles plus tard.

C'est au XIX^{ème} siècle que sont produites les premières chaux hydrauliques proches des ciments modernes, principalement du fait des progrès réalisés dans les procédés de cuisson. En 1759, L'Anglais John Smeaton produit un mortier aussi dur que de la pierre en mélangeant des chaux hydrauliques et des cendres volcaniques.

Le Français Louis Vicat découvre en 1817 les principes chimiques des ciments et définit les règles de fabrication de ciment hydraulique. Il est considéré comme l'inventeur du ciment moderne, mais il publie ses travaux sans prendre de brevets.

C'est l'Anglais Joseph Aspdin qui fait breveter en 1824 le ciment « portland », obtenu à partir d'un procédé de calcination combinant la cuisson du calcaire et d'argile dans des fours

alimentés au charbon. La dénomination « Portland » est due simplement à la similarité de couleur et de dureté avec la pierre de portland (Sud de l'Angleterre), à l'heure actuelle toujours employée dans l'industrie [1].

I.1.2 Définition 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 durcie suite au processus d'hydratation. Après durcissement le ciment, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Le clinker est le principal constituant du ciment, le clinker se compose principalement de silicate et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3) et l'oxyde de fer (Fe_2O_3) [2], afin de réguler la prise du ciment ; des régulateurs de prise sont ajoutés au clinker, d'autres ajouts peuvent être aussi associés au clinker avec différents effets sur le ciment obtenu, ces ajouts peuvent représenter jusqu'à 35%.

I.1.3 Les différents types du ciment Portland

I.1.3.1 Ciments courants ou ciments CEM

- **Ciment Portland artificiel (CPA-CEM I)** : Il contient minimum 95% de clinker.
 - Complément : gypse de 0 à 5%.
 - Utilisation : travaux du béton armé ou précontraint, ils permettent une mise en service et un décoffrage rapide.
- **Ciment Portland composés (CPJ-CEM II)** : Ils sont constitués au moins de 65% de clinker.
 - Complément : Les laitiers de haut fourneaux, cendres volantes, pouzzolane, fumée de silice, dont le total ne dépasse pas les 35%.
 - Utilisation : béton ouvrage courants, travaux de maçonnerie, travaux exigeants une élévation de température modérée.
- **Ciment de hauts fourneaux (CHF - CEM III)** : Trois types de ciment comportent des pourcentages de laitier assez important, il s'agit de ciment de haut fourneau CEM III/A, B ou C.
 - CEM III A : contient 35 à 64 % de clinker.

- CEM III B : contient 20 à 34 % de clinker.
- CEM III C : contient 5 à 19 % de clinker.
- Complément :
- CEM III A : 36 à 65% de laitier de haut fourneau.
- CEM III B : 66 à 80% de laitier de haut fourneau.
- CEM III C : 81 à 95% de laitier de haut fourneau.
- Utilisation : travaux souterrains, ouvrage poreux usées ou industrielles, travaux a la mer.
- **Ciment pouzzolaniques (CP-CEM IV) :** Deux types de ciments
- CEM IV/A : contient 65 à 89% de clinker.
- CEM IV /B : contient 45 à 64 % de clinker.
- Complément : laitier de haut fourneau, cendres volantes, calcaire, pouzzolane naturelle, etc. Elle se trouve de 11 à 55%.
- Utilisation : Idem CEM III.
- **Ciment aux laitiers et aux cendres (CLC-CEM V) :** Il y a deux types de ciments :
- CEM V/A : de 40 à 64 % du clinker.
- CEM V/B : de 20 à 38 % du clinker.
- Complément : pour le CEM V/A ; de 18 à 30 % de laitier ou de 16 à 30 % de cendre volante et/ou de pouzzolane.

Pour le CEM V B ; de 31 à 50 % de laitier, ou cendre volante et/ou de pouzzolane.

- Utilisation : Idem CEM III.
- **Ciment de laitier au clinker (CLK-CEM VI) :** Ils sont constitués de 17 % de clinker.
- Complément : ils contiennent au moins 80% de laitier et 3% de filler.
- Utilisation : idem CEM III.

I.1.3.2 Ciments spéciaux :

- **Ciment blanc :** le ciment blanc possède les même propriétés mécaniques que le ciment gris .Ils se conserve blanc, ou d'y ajouter des adjuvants pour le colorer.
- Utilisation : usage décoratif, effet esthétique, mortiers apparents, chapes de béton décoratives, jointement des carrelages, appuis de fenêtre etc.

- **Ciment maçonné** : ciment synthétisé d'un mélange de ciment portland, de gypse, calcaire et adjuvant divers.
 - Utilisation : confection des chapes, des mortiers, et enduit.
- **Ciment prompt** : ciment à base de calcaire argileux.
 - Utilisation : scellements, travaux de réparation, enduit de façade.
- **Ciment fondu** : Fusion de calcaire et de bauxite.
 - Utilisation : ouvrage à résistance élevé à court terme, sols résistants au choc, fours, cheminée.

Tableau I-1 Les différents types du ciment selon la norme EN 197-1 [2]

Types de ciments courants	Notation	Clinker (K) (%)	Autres constituants (S, D, P, Q, V, W, T, L et LL)	Constituants secondaire (%)	
Ciment Portland	CEM I	95 – 100	-	0-5	
Ciment Portland composé	CEM II/A CEM II/B	80-94 65-79	6-20 21-35	0-5 0-5	
	Ciment de haut fourneau	CEM III/A CEM III/B CEM III/C	35 – 64 20 – 34 5 – 19	36 – 65 66 – 80 81 – 95	0 – 5 0 – 5 0 – 5
Ciment pouzzolanique		CEM IV/A CEM IV/B	65 – 89 45 – 64	11 – 35 36 – 55	0 – 5 0 – 5
		Ciment composé	CEM V/A CEM V/B	40 – 64 20 – 38	36 – 60 62 – 80

I.1.4 Fabrication du ciment

La fabrication du ciment est un processus industriel, passant par une multitude d'étapes, dans l'essentiel est résumé dans ce qui suit :

- L'extraction de la matière première en carrière.
- Le pré homogénéisation et transport.
- Le broyage de Cru
- La cuisson.
- Le broyage de clinker.

- Le stockage.

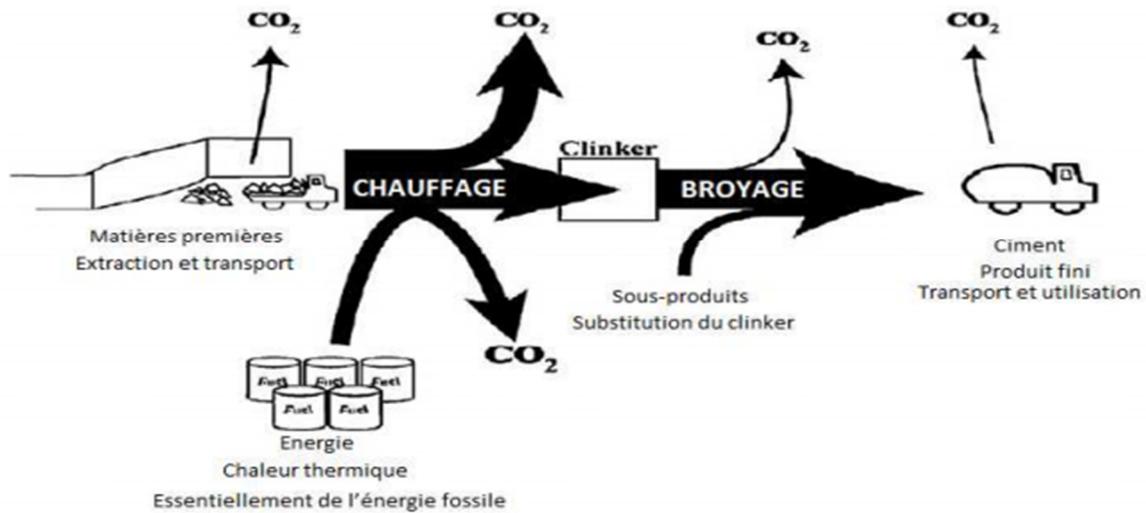


Figure I-1 Différentes étapes de fabrication du ciment [3]

On distingue plusieurs voies de fabrication du ciment :

- Fabrication par voie sèche (la plus utilisée de nos jours).
- Fabrication par voie humide (la plus ancienne des méthodes).
- Fabrication par voie semi-sèche (en partant de la voie humide).
- Fabrication par voie semi-humide (en partant de la voie humide).

Dans la fabrication du ciment par voie sèche, la chaux nécessaire est apportée par des roches calcaires (80%), l'alumine, la silice et l'oxyde de fer sont apportés par des argiles (20%) extraits des carrières [4] qui sont concassés, homogénéisés, puis apporté a haute température (1450°C) dans un four. Le produit synthèse après refroidissement rapide de (1450 à 100 °C) en quelques minutes est le clinker (trempe) [5]. Le mélange de calcaire et d'argile est chauffé .Au début, il ya le départ de l'eau de mouillage, composition du calcaire qui est le carbonate de calcium (CaCO₃), en gaz carbonique (CO₂) et en chaux (CaO), A (1450 °C 1550 °C), température de fusion, le liquide obtenu permet l'obtention des différentes réactions. Ainsi les composantes du ciment sont formées de la façon suivante :

Une quantité de CaO est retenue par Al₂O₃ et Fe₂O₃ en formant une masse liquide la silice SiO₂ et la chaux CaO restantes réagissent pour donner le silicate bicalcique (C₂S) dont une quantité se transforme en C₃S silicate tricalcique, qui constitue le clinker.

I.1.5 La composition du ciment Portland

I.1.5.1 Les constituants principaux

- **Le clinker** : le clinker portland entre dans la composition de tous les ciments courants il résulte de la réaction à haut température ($1450\text{ }^{\circ}\text{C}$) de roches calcaires et des argiles. Contenant des propriétés visées des quatre oxydes principaux suivant : Le calcium (CaO), le silicium (SiO_2), aluminium (Al_2O_3), l'oxyde de fer (Fe_2O_3) [6].
- **Le laitier de haut fourneau** : c'est un coproduit de la fabrication de la fonte, provenant de la fusion du mènèrai de fer dans un haut fourneau, il se compose essentiellement, d'oxyde de fer, la silice et l'alumine.
- **Les pouzzolanes** : Ils se composent de silice, d'alumine et d'oxyde ferrique, ils peuvent être naturels, provenant de projection volcaniques ou bien artificiels obtenue par cuisson de matière ayant des compositions chimique adéquates.
- **Les cendres** : les cendres pulvérulentes ont des propriétés hydrauliques ou pouzzolaniques issues de la combustion en centrales thermique de certaines combustibles minéraux solides.
- **Les fillers** : Ils sont utilisés dans le ciment pour leurs propriétés physiques qui grâce à leurs granularité confèrent quelques qualités aux ciments (maniabilité, diminution de perméabilité, etc).
- **Les additions** : Ce sont des produits qui s'ajoutent en petites quantités aux constituants dans les limites définis pour chaque type de ciment.
- **Le gypse** : c'est une roche de sulfate de calcium hydraté (CaSO_4), très abondante à l'état naturel, qui se déshydrate à une température environnante les $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Il est ajouté au clinker lors du broyage son rôle est d'éviter la prise trop rapide.
- **Les sels solubles** : ils n'ont pas une action sur le ciment, ils sont utilisés pour faciliter le broyage du ciment et éviter l'agglomération des grains.

I.1.5.2 Composition chimique

- **Oxyde de calcium ou la chaux (CaO)** : Il provient de la décarbonatation du carbonate de calcium (CaCO_3) et de la combinaison du calcium avec l'oxygène.

La forte teneur en chaux entraîne un durcissement rapide, une prise lente, et une forte résistance du ciment, sinon la chaux donne des ciments à prise rapide difficilement corrigable au gypse, elle s'exprime en quantités moyennes dans les ciments de 62 à 80%.

- **Oxyde de silicium (SiO_2)** : C'est l'un des minéraux le plus abondant dans la nature très stable à température ambiante, il a une forte réaction avec les bases quand il est chauffé pour former des silicates. Les ciments à haute teneur en silice sont de prise lente et offrent de grande résistance à la traction, mais nécessitent une température de cuisson élevée. Les ciments contiennent de 21 à 24% de SiO_2 .
- **Oxyde d'aluminium (Al_2O_3)** : Il se comporte comme un acide dans certains cas et en d'autre comme une base, dans le ciment lorsqu'il est combiné devient un important composant. Oxyde d'aluminium se trouve en quantité faible de 4 à 8% dans le ciment, quand la teneur augmente la prise est plus rapide. C'est pour cela que les ciments contiennent plus de silice.
- **Hydroxyde calcique ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)** : Il résulte de l'hydratation de la chaux, lors d'un broyage du ciment par l'action de l'eau injecté en faible quantité dans l'addition de gypse.
- **Oxyde magnétique (MgO)** : Il provient de la chaux et des argiles qui peuvent contenir des carbonates magnétiques, sa présence ne doit pas dépassé 5% en raison de son caractère destructif pour le béton durci.
- **Oxyde ferrique (Fe_2O_3)** : Il provient des schistes ou des argiles, il se trouve en quantité relativement faible de 2 à 5% dans le ciment, ses caractéristiques sont semblables à celle d'alumine.

I.1.5.3 Composition minéralogique du ciment Portland

Quatre composés minéralogiques principaux, également appelé « phase » représentent 90% ou plus, de la masse du clinker [5] et sont énumérés dans le **Tableau I-2**. En effet, cette notation abrégée, est utilisée par les chimistes de l'industrie du ciment décrit chaque oxyde par une lettre : $\text{CaO}=\text{C}$, $\text{SiO}_2=\text{S}$, $\text{Al}_2\text{O}_3=\text{A}$ et $\text{Fe}_2\text{O}_3=\text{F}$, H_2O est désigné par H et SO_3 par $\bar{\text{S}}$.

Tableau I-2 Différentes phases du ciment [5]

Nom	Formule	Abréviation	Proportion massique %
Alite (silicate tricalcique)	$3\text{CaO}_2 + \text{SiO}_2$	C_3S	45-65
Bilite (silicate bicalcique)	$2\text{CaO}_2 + \text{SiO}_2$	C_2S	15-25
Aluminate tricalcique	$3\text{CaO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A	0-10
Aluminoferrite tétracalcique	$4\text{CaO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	C_4AF	0-15

I.1.6 Hydratation du ciment

I.1.6.1 Hydratation du ciment Portland

L'hydratation du ciment commence, lorsque le ciment anhydre est en contact avec l'eau, elle s'accompagne d'un dégagement de chaleur, qui provient de la réaction des phases principales du ciment, essentiellement le C_3A . L'hydratation du ciment se fait dans une synergie entre les différentes réactions des phases cimentaires.

En résumé, dès le contact du ciment avec l'eau on observe une dissolution des différentes espèces, les **C-S-H** et l'ettringite se forment et la vitesse d'hydratation diminue, la précipitation de la portlandite provoque l'accélération de l'hydratation, les hydrates formés sont : la portlandite (**CH**), les silicates de calcium hydratés (**C-S-H**), à l'épuisement du gypse, l'ettringite se dissout et libère les ions sulfates qui réagissent avec l'excès de C_3A pour former les mono-sulfo-aluminate de calcium [7].

Le processus d'hydratation s'articule autour de cinq phases suivantes :

- **Phase I (période de gâchage)** : correspond au mouillage des grains du ciment et leur dissolution, elle est très rapide de 0 à 15 minutes et exothermique. le C_3S et le C_3A réagissent immédiatement avec l'eau et forment de l'ettringite et des **C-S-H**.
- **Phase II (période dormante)** : sa durée est de quelques heures, le dégagement de chaleur est faible, durant cette période aucune évolution de la pâte ne semble se produire, mais les réactions chimiques ont commencé, le **PH** de la solution

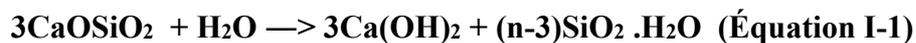
augmente (des ions passent en solution dans l'eau), des ions de calcium, silicates, hydroxydes et sulfates, par conséquent, la formation des C-S-H et d'ettringite se poursuit lentement et la phase aqueuse devient sur saturée en chaux.

- **Phase III (période de prise ou accélération)** : Cette phase dure de 4 à 8 heures, la portlandite se précipite les C-S-H se forment rapidement, cette activité chimique dégage beaucoup de chaleur et la pâte devient de plus en plus solide. La fin de la prise est caractérisée par une accélération de l'hydratation.
- **Phase IV (période de durcissement)** : elle dure de 8 à 24 heures la couche d'hydratation qui enrobe les grains de ciment est suffisamment épaisse pour ralentir la diffusion des ions, pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffusé à travers les pores le gel de C-S-H, la chaleur dégagée diminue, le gypse est épuisé, et le C₃A résiduel réagit avec l'ettringite pour former du mono-sulfato-aluminate de calcium. Les résistances mécaniques se développent et la porosité se remplit progressivement des C-S-H.
- **Phase V (période de ralentissement)** : les réactions d'hydratation, sont limitées à cause de la diffusion de l'eau vers l'interface réactionnelle des grains de ciment, elles deviennent de plus en plus lentes.

I.1.6.2 Les différents hydrates formés lors de l'hydratation du ciment

Lorsque le ciment portland est mélangé avec l'eau, il se produit plusieurs réactions chimiques, qui font intervenir les différents constituants du ciment et aboutissent à la formation de plusieurs hydrates [8].

- **Hydratation de C₃S (Alit)** : C₃O hydraté donne des hydrosilicates de calcium et hydroxyde de calcium. l'hydrolyse complète de l'alite s'accompagne d'un excès d'eau.



Dans les conditions réelles ce processus est incomplet, par ce qu'il est freiné suite à la formation d'une solution Ca(OH)₂ saturée et peu à peu Ca(OH)₂ augmentée.

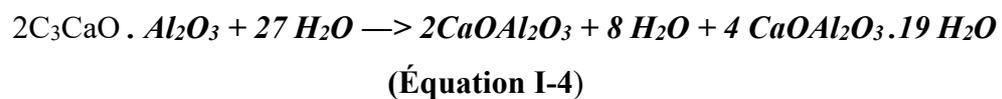


- **Hydratation de C₂S (Bélit) :** Le C₂S a une vitesse d'hydratation plus faible que C₃S et libère moins de portlandite. La composition de l'hydrosilicate de chaux varie dans le temps avec la quantité d'eau adsorbée pour une pâte normale.



- **Hydratation de C₃A (Célite) :**

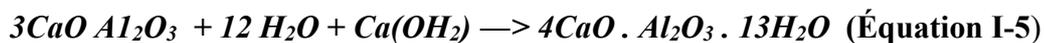
La C₃A s'hydrate en donnant des hydro-aluminates de calcium.



Le développement de l'hydratation de C₃A se transforme en C₃AH₆ et C₄AH₃, qui est dû à la grande chaleur d'hydratation de C₃A.

Les C₃AH₆ hydro aluminates constituent une enveloppe perméable à l'eau autour des grains de C₃A.

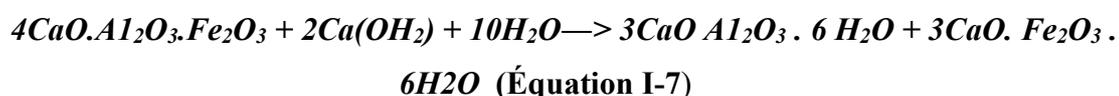
Le C₃A hydraté légèrement donne de la chaux libre avec les sulfates (gypse) se combinent avec C₃A suivant la double réaction.



Etringite forme une couche protectrice sous forme de gel qui retarde l'hydratation ce qui explique le rôle retardateur du gypse surtout dans les ciments à grande teneur en C₃A.

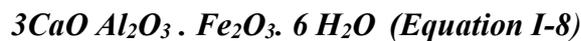
En 24 heures, sur le C₄AH₁₃ donne du monosulfo-aluminate de calcium (C₃A · CaSO₄ · 16 H₂O).

- **Hydratation de C₄AF (Aluminoferrite) :** Pour une solution saturée, donne avec l'eau à température ambiante, la réaction stœchiométrique suivante :



L'hydratation de C_4AF aboutit à la formation des cristaux mixtes très stables $C_3(AF)H_6$.

- **Hydratation de MgO et CaO :** L'hydratation de CaO donne la portlandite $Ca(OH)_2$, et MgO donne de la brucite ($Mg(OH)_2$). Dans le clinker, ces oxydes s'hydratent très lentement et provoquent la variation du volume de la pierre du ciment durci. Les phases amorphes du clinker (verre de clinker) s'hydratent activement en donnant les solutions solides suivantes :



En général les hydrogranates ont cette formule :

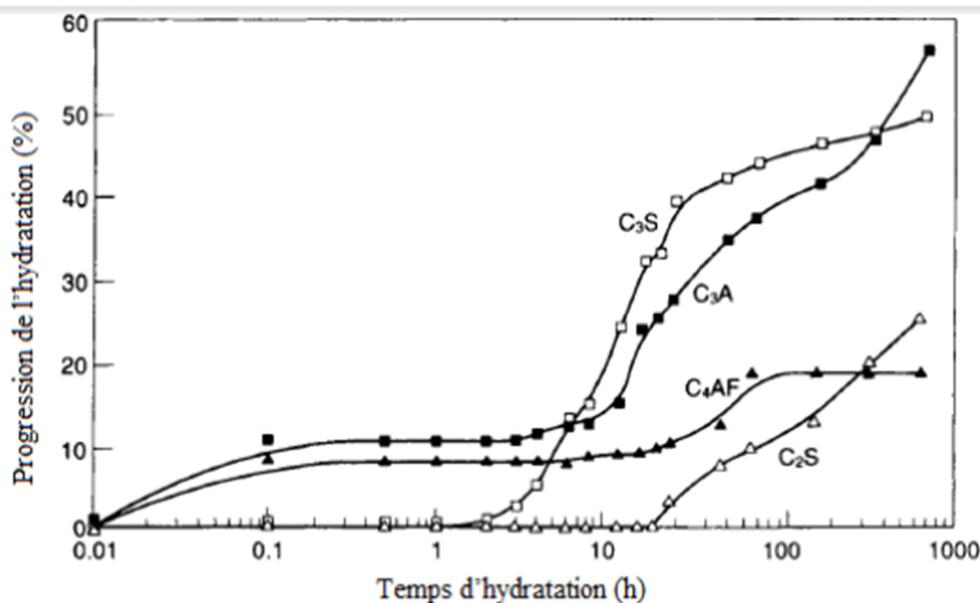


Figure I-2 Vitesse d'hydratation du ciment [3]

I.1.6.3 Hydratation du ciment en présence d'additions pouzzolaniques

Les pouzzolanes sont des matériaux siliceux ou silico-alumineux, qui ne possèdent pas de propriétés liantes, mais capables de réagir chimiquement avec l'hydroxyde de calcium en présence d'humidité et de température ambiante pour donner naissance à des composés possédant des propriétés liantes [9].

D'après la norme ASTM C618 [10] un matériau a des caractéristiques pouzzolaniques et que si :

Sa composition chimique vérifie : $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70\%$.

Son indice d'activité pour un taux de substitution de 25% à 28 jours est supérieur à 67%.

Sa teneur en verre donnée par la différence entre la teneur en silice et en chaux, est supérieure à 34%.

Les pouzzolanes naturelles, les cendres volantes, la fumée de silice et le métakaolin constituent des ajouts pouzzolaniques actifs.

Ils réagissent avec la portlandite produite par l'hydratation du clinker pour donner des composés hydratés semblables à ceux du ciment. Les réactions pouzzolaniques dépendent de la température, de la finesse des grains, et de la composition chimique des additifs pouzzolanique ainsi que leurs pourcentages. Ces derniers sont riches en silice et pauvres en calcium. Ainsi une solution riche en calcium et à PH élevé provoque la dissolution de la silice :



Le calcium dans la solution à milieu basique conduit à la précipitation de C-S-H :



(Équation I-11)

La présence d'alumine fait qu'une partie de silicium est remplacée par de l'aluminium dans les C-S-H.

L'hydratation des ajouts pouzzolanique est très lente, elle est observée à long terme.

I.2 Impacts environnementaux liés à la fabrication du ciment

La fabrication du ciment, nécessite une grande quantité d'énergie et provoque un dégagement significatif de CO_2 dans l'atmosphère, il a été prouvé que l'industrie de ciment est responsable de 5 à 7% des émissions de gaz à effet de serre.

I.2.1 L'effet de serre :

L'effet de serre est un phénomène naturel indispensable, agissant comme le toit d'une serre, sans le quel la température de la surface de la terre avoisinerait les moins 18⁰C, empêchant toute forme de vie. En outre c'est un phénomène de réchauffement des basses couches de l'atmosphère terrestre ce qui provoque une hausse des températures induites par des gaz (dioxyde de carbone CO₂, méthane, vapeur d'eau) dit gaz à effet de serre, qui rendent opaques les couches au rayonnement infrarouge émis par la terre.

I.2.2 La source de CO₂ dans l'industrie cimentière

En cimenterie, plusieurs sources d'émissions de CO₂ (dioxyde de carbone) sont identifiables, toutes liées au processus de fabrication du ciment [11] :

- L'utilisation des combustibles fossiles et de substitution : C'est ce que l'on appelle le CO₂ énergétique direct qui présente 37% d'émissions de CO₂ dans le secteur du ciment.
- L'utilisation de l'électricité, principalement dans les installations de broyage : C'est le CO₂ énergétique indirecte qui présente 6% d'émissions du CO₂.
- Le processus chimique : Dans le four à clinker, le calcaire est soumis à des températures très élevées, et subit une réaction chimique appelée calcination ainsi le calcaire se décompose en chaux, et en CO₂, appelé CO₂ de procédé, il présente 57% d'émission de CO₂ du secteur cimentier.

I.2.3 Réduction des gaz à effet de serre dans l'industrie du ciment

La réduction des émissions de gaz à effet de serre, est dû principalement à la réduction d'émission de CO₂, qui est aujourd'hui un enjeu planétaire souligné par les accords Kyoto. Face à ce constat, depuis de nombreuses années, l'industrie cimentière a mis en place des mesures pour réduire ses émissions. En particulier les actions suivantes : [12]

- Incorporer des matériaux sélectionnés déjà décarbonatés, exemple de calcaire dans les matières premières.
- Incorporer des additions minérales (cendre volantes, métakaolin, laitiers de hauts fourneaux,...) dans les ciments, réduit la quantité du clinker. Ce qui permet de réduire également les émissions de CO₂ énergétique direct.

- Valorisation des déchets comme combustibles, s'ils n'étaient pas brûlés en cimenterie, ces déchets ultimes seraient éliminés par la voie de l'incinération traditionnelle. Les émissions de CO₂ s'ajoutent à celle de la fabrication du ciment, sans aucune valorisation, en produisant parfois du méthane, (un autre gaz à effet de serre.)

L'industrie du ciment, a mis en œuvre plusieurs voies qui permettent de réduire les émissions de CO₂. D'où dans ce travail on s'intéresse au procédé qui permet de remplacer une part du ciment par l'incorporation des additions minérales, qui sont des rejets.

I.2.4 Protection de l'environnement

L'industrie cimentière participe depuis plusieurs années à l'effort collectif qui doit être sans cesse fourni pour améliorer la gestion du patrimoine naturel par [13] :

- **Valorisation énergétique** : les cimentiers sont des énergivores. Heureusement que le processus de fabrication des ciments permet d'utiliser des combustibles de substitution en les remplaçant par des combustibles fossiles (charbon, fioul lourd,...). C'est ce qu'on appelle la valorisation énergétique.
- **Valorisation matière** : La valorisation matière est un processus qui permet de tirer avantage en cimenterie, des déchets issus d'autres industries. Dans les cimenteries cette substitution est particulièrement importante et intervient à trois niveaux :
 - Au niveau de la fabrication du clinker.
 - Au niveau de la mouture.
 - Au niveau des ajouts.

I.2.5 Protection des eaux

Les cimentiers ont pris des dispositions pour limiter cet impact en mettant en place des systèmes de gestion responsables de l'eau dans les carrières.

I.2.6 La réhabilitation des carrières

Les permis d'extraction ou permis unique, nécessaire à toute exploitation, prévoient des obligations de remise en état des sites exploités. Les cimentiers les respectent et les appliquent.

I.3 Contexte Algérien de l'industrie de ciment :

La production nationale de ciment est en constante augmentation passons de 17,5 millions de tonnes en 2010 à 25 millions de tonnes en 2017. Deux groupes dominant la production nationale à hauteur de 96% : la production du groupe GICA est de 13.5 millions de tonnes et LAFARGE 11.1 millions de tonnes [14].

I.3.1 consommation énergétique du groupe GICA :

La consommation énergétique en gaz et électricité du Groupe Industriel des Ciments Algérien donné dans le **Tableau I-3** en TEP.



Figure I-3 unité d'énergie [15]

Tableau I-3 consommation énergétique du Groupe GICA [15]

Rubrique	Gaz	Électricité	Total
Consommation (TEP)	1.009.888	1.306,74	1.140.562

I.3.2 Consommation spécifique de clinker et de ciment

Le tableau I-4 définit les quantités énergétiques nécessaires pour la production de clinker et le ciment.

Tableau I-4 consommation énergétique spécifique de la production du clinker et ciment [15]

	Clinker (Thermie/ tonne)	Ciment (KWh/ tonne)
Consommation spécifique	1.012,89	121
Production (tonne)	9.970.324	12.604.045

I.3.3 évaluation environnementale de la fabrication de ciment

Le procédé de fabrication du ciment consomme une importante quantité d'énergie et la teneur en CO₂ dégagée est très élevée. Le **Tableau I-5** montre la quantité d'émission de CO₂ de chaque producteur de ciment en Algérie.

Tableau I-5 évaluation environnementale de ciment [15]

	GICA	LAFARGE	Totale
Emission de CO₂ (Kg CO₂ / tonne) x 10¹⁰	1.23	1.01	2.28

Le groupe LAFARGE rejette moins de CO₂ par rapport au groupe GICA.

I.3.4 Réduction de la consommation énergétique et l'émission de CO₂

La fabrication de ciment en Algérie est responsable d'importante émission de CO₂ et d'une forte consommation d'énergie. La nature des énergies consommées (gaz naturel) bien qu'elle soit moins polluante mais elle augmente le cout globale de la production.

La réponse à la problématique énergétique se traduit par les actions suivantes:

- Trouver des sources d'énergie alternatives aux énergies fossiles.
- Rationaliser l'utilisation de l'énergie par:
 - Un respect strict de la réglementation.
 - Une volonté gouvernementale par la réponse au **Plan Énergie Climat à l'horizon 2020.**
 - + 20% d'efficacité énergétique.
 - + 20% des énergies renouvelables dans le mix énergétique.
 - -20% d'émission de gaz à effet de serre.

I.4 Les matériaux de remplacement de ciment

Ces matériaux de remplacement proviennent principalement de la nature, des centrales thermiques à charbon, des sous produits de l'industrie métallurgique, la norme NF EN 197-1 [2], les classes en ajouts minéraux inertes et actifs, qui se divisent selon leur réactivité comme le montre le **Tableau I-6** ci-dessous :

Tableau I-6 Classification des ajouts selon leur réactivité

Type	Réactivité	Matériau
Hydraulique	Fortement réactif	Ciments spéciaux-chaux hydraulique
Hydraulique Latent		Laitier granulé-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, terres a diatomées)
Inerte	Faiblement réactif	Fillers (farine calcaire,...) fibres, pigments colorants, matières expansives, dispersions synthétique
	Non réactif	

I.4.1 Les ajouts minéraux inertes

Ce sont des matériaux qui ne présentent aucune réaction chimique avec les composantes du ciment Portland. Ils sont naturels ou synthétiques spécialement sélectionnés, mais qui améliorent les propriétés physiques du ciment par leur composition granulométrique. Parmi ces ajouts on distingue les fillers calcaires et les fibres.

I.4.1.1 Les fillers calcaires :

Les fillers calcaires sont des produits finement divisés. Obtenus par broyage des roches naturelles (calcaires, basalte, etc.), avec une teneur de carbonate de calcium CaCO_3 supérieure à 75%.

Un filler est dit calcaire s'il contient au moins 90% de CaCO_3 , sinon il est désigné par le nom de sa roche d'origine.

Dans le commerce, les fillers sont désignés comme des poudres très fines à granulométries contrôlées, les plus gros grains ne dépassent pas 80 μm .

Les fillers se différencient les uns des autres par : leur origine (roche), leur composition chimique et minéralogique, la forme des grains, leur finesse, leur dureté, et porosité, ainsi que les impuretés qu'ils contiennent.

I.4.1.2 Les fibres :

Les fibres sont comme des éléments discontinus, de nature variable, des formes sensiblement cylindriques, d'un diamètre et longueur variables.

Il existe un grand nombre de fibres qui se différencient par leurs origine (naturelles, artificielles et synthétiques), leurs formes (droites, ondulées, aiguilles, ...), leurs dimensions (macro ou micro-fibre), et aussi leurs propriétés mécaniques.

Les différentes fibres disponibles peuvent être classées selon leur origines en :

- Fibres naturelles minérales et végétales : amiante, cellulose.
- Fibres synthétiques d'origine minérale : verre, carbone, fibre métalliques.
- Fibres synthétiques organiques : polypropylène, polymides, tevlar, aramide.

I.4.2 Les ajouts minéraux actifs

I.4.2.1 Les pouzzolanes

Les pouzzolanes sont des matériaux naturels ou artificiels, définis comme étant des matériaux n'ayant pas de propriétés liantes entre eux-mêmes, en présence d'eau et à température ordinaire se combinent avec la chaux et forment des composés insolubles stables possédant des propriétés liantes. Les normes françaises définissent les pouzzolanes entrants dans la fabrication du ciment comme suite :

- **Pouzzolane naturel** : est un produit volcanique composé de silice, d'alumine et d'oxyde de fer, il a des propriétés pouzzolaniques pouvant être d'origine volcanique (verre volcanique, tufs, ponce) ou d'origine sédimentaires (terre à diatomées, diatomite).
- **Pouzzolane artificiel** : C'est une matière qui a été produite lors du traitement thermique des roches tel que l'argile, schiste, latérite, bauxite, ayant les propriétés pouzzolaniques de ces dernières.

I.4.2.2 La fumée de silice

Les fumées de silice sont des particules très fines, caractérisées par une grande surface spécifique et un petit diamètre inférieur à $0.1\mu\text{m}$, présentant une forte teneur en silice amorphe. Elles proviennent de la réduction de quartz de grande pureté, par du charbon dans les fours à arc électrique, utilisés pour la production de silicium et d'alliage Ferro silicium.

I.4.2.3 Le laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau ou le laitier broyé, est un produit de la fabrication de la fonte, brusquement refroidi par aspersion d'eau. C'est un matériau lorsqu'il est activé devient hydraulique. Il se présente sous forme de nodules, dont sa composition chimique comporte de l'oxyde de calcium, avec des proportions de l'ordre de 40 à 50%, entre 25 à 35% de silice et 12 à 30% d'alumine, ainsi que la magnésie et d'autres oxydes en faibles quantités ; tous ces composés sont semblables à ceux du clinker.

Les laitiers ont une composition chimique relativement constante à laquelle un métallurgiste porte une certaine attention, puisque tout écart par rapport à cette composition optimale, se traduit en augmentation des coûts énergétiques assez importants par conséquent la fabrication de la fonte devient plus coûteuse.

Le laitier se fond à une densité beaucoup plus faible (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, et c'est là où on peut soutirer les deux liquides séparés.

Ce dernier peut être mélangé avec du ciment après avoir été séparé ou après co-broyage avec le clinker. Le laitier craint la dessiccation par ce qu'il retient moins bien l'eau que le ciment Portland.

I.5 Les avantages des ajouts minéraux

Utilisation des déchets industriels et des ressources naturelles est devenue une préoccupation majeure pour palier au déficit dans la fabrication du ciment portland. Les ajouts permettent d'améliorer les caractéristiques ou de conférer des propriétés spécifiques au béton et permettent d'obtenir des avantages économiques, écologiques et techniques suivants [16] :

- **Avantages économiques** : le ciment Portland est le composant le plus coûteux d'un mélange de béton, qui demande une grande énergie de fabrication. La plupart des matériaux susceptibles de remplacer le ciment dans le béton sont des sous-produits et demandent moins d'énergie alors moins coûteux que le ciment. La distance entre la source des ajouts cimentaires et l'utilisateur final plus le coût du transport, risquent de l'emporter sur leurs avantages économiques potentiels. Le prix des ajouts pourrait se comparer à celui du ciment si la demande en béton ne diminuait pas, dans ce monde que menace le CO₂, et c'est bien le gaz carbonique qui pourrait finalement décider de la valeur de ces denrées
- **Avantages écologiques** : La production d'une tonne de ciment libère dans l'atmosphère une quantité de gaz carbonique quasi équivalant, De fait, le remplacement du ciment Portland par les ajouts cimentaires réduit les émissions de CO₂. L'utilisation de cendres volantes, de fumées de silice et le métakaolin comme ajouts cimentaires ne demande pas un traitement à forte d'énergie. Par contre le laitier provoque l'émission d'environ 0,07 tonne de CO₂ par tonne de LGHF (laitier granulé

de haut fourneau). À cela, il faut ajouter les émissions de CO₂ causées par le transport des matériaux. Les études montrent que le transport (par camion et chemin de fer) d'une tonne d'ajouts cimentaires sur une distance de 1 000 Km libère environ 0,022 tonne de CO₂. Il convient donc de considérer tous les paramètres avant d'établir les avantages écologiques des ajouts cimentaires [16].

- **Avantages techniques** : l'incorporation dans un mélange de béton, permet d'améliorer sa maniabilité, et de réduire le besoin en eau. Les ajouts cimentaires améliorent généralement la résistance à la compression, la résistance à la fissuration, l'imperméabilité et la ténacité aux attaques chimiques ainsi les ajouts permettent une moindre chaleur d'hydratation.

I.6 Le métakaolin

Le métakaolin est un produit qui peut développer les performances du béton, d'où des études ont été réalisées sur les propriétés physico-mécaniques entre des mortiers de référence et ceux contenant de métakaolin. Il a été constaté que la résistance mécanique augmente en incorporant du métakaolin à long terme, mais il entraîne un retard dans le développement des résistances en compression à court terme.

En vue d'éclaircir cet effet ; des recherches existantes ont montré que l'activation des additions minérales dans les matrices cimentaires peut être de trois ordres (mécanique, thermique et chimique).

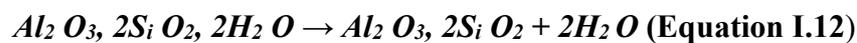
I.6.1 Histoire de métakaolin

Selon le livre de minéralogie de Dana (1977), le terme kaolinite est dérivé du terme kaolin qui est une corruption du mot chinois "kauling" qui signifie haute crête. Ce type d'argile, a été exploité à l'origine dans un terrain granitique altéré à proximité d'un village appelé Kauling [17], et le métakaolin ce n'est que du kaolin calciné.

L'utilisation du métakaolin remonte à l'année 1963 lorsqu'il a été intégré dans le béton du barrage Jupia au Brésil. Il est apparu sur le marché de l'Amérique du Nord au milieu des années 1980 [5]. La croissance de son utilisation est due aux avantages techniques qu'il confère au béton.

I.6.2 Définition et obtention de métakaolin

Le metakaolin ($Al_2 Si_2 O_7$) est un matériau pouzzolanique, obtenu par la calcination d'une argile appelé kaolinite à une température entre $500^\circ C$ et $800^\circ C$ [5]. Il existe essentiellement deux modes de calcination, une calcination traditionnelle dite lente (cinq heures environ dans des unités de production) [18] [19], une calcination flash (très rapide en comparaison avec la calcination lente, dure quelques secondes) [20] [21]. A une température élevée, la kaolinite perd son eau par deshydroxylation selon l'équation suivante (**Equation I.10**) :



I.6.3 Influence du métakaolin présent dans une matrice cimentaire

I.6.3.1 La masse volumique

Dans la littérature, la masse volumique des métakaolins est inférieure à celles des ciments. La masse volumique des métakaolins rapportés est de $2,5 \text{ g/m}^3$ [22] [23] et de $2,54 \text{ g/m}^3$ [24].

Cette différence est due à la composition minéralogique des roches mères et le processus de fabrication des métakaolins [25].

La masse volumique des ciments avec des taux de substitution en métakaolin, augmente mais elle reste inférieure à celle des ciments sans métakaolin [26].

I.6.3.2 La porosité

Les études divergent en ce qui concerne la porosité, en raison de la variété des natures de ciment et du métakaolin étudiés (rapport lian/eau, présence ou non de superplastifiants).

Néanmoins le plus souvent, l'incorporation du métakaolin peut induire à une augmentation de la porosité.

Le volume poreux augmente jusqu'à 15% de substitution au ciment [27], et de 25% de substitution selon [21].

La porosité des mélanges de ciment avec métakaolins quelque soit le type, est toujours supérieure à celle des ciments purs, ainsi que les mélanges activés ont une porosité supérieure à celle des mélanges non activés [5].

I.6.3.3 La résistance à la compression

Les revues scientifiques montrent que les ciments composées de métakaolin, présentent des résistances inférieures aux jeunes âges et supérieures à long terme.

Il n'est pas facile de déterminer un taux de substitution optimum de métakaolin au ciment à cause de la variété des ciments et les différentes origines du métakaolin.

Rackel [21], a pu mettre en évidence la cinétique de développement de la résistance à la compression des bétons avec métakaolin. À 7 jours les bétons avec métakaolin sont généralement moins résistants que leur homologue pure ciment, et ils sont aux moins équivalents à 28 jours. Après un an, la résistance à la compression est toujours supérieure à celle des témoins.

Hamdy et al, [28], concluent que la résistance à la compression des pâtes à ciment avec métakolin, augmente avec l'augmentation du temps d'hydratation, et pour un taux de substitution de 5% de métakaolin au ciment, la résistance à la compression est plus élevée.

D'autres études montrent que les résistances à la compression des bétons avec métakaolin sont optimales pour des taux de substitution de 25% selon [29] et [21], et au tour de 10% pour [27].

I.6.4 Méthodes d'optimisation de la pouzzolanicité

De nombreuses études ont été effectuées sur ce sujet, dans le but d'optimiser l'activité des pouzzolanes naturelles par différentes méthodes, selon [30] et [31], toutes ces méthodes utilisées pour activer la pouzzolanicité, sont classées en trois catégories : activation thermique, mécanique et chimique.

- **Activation thermique** : l'activation thermique dite « calcination », consiste à conserver le matériau pouzzolinique dans un four et le soumettre à différentes cures de température, il existe deux méthodes pour l'activation thermique :

- **Activation thermique lente (traditionnelle)** : la calcination thermique est lente car la cure de température dure plusieurs heures (cinq heures environ pour transformer le kaolin en métakaolin).

Monsour et al [26], ont utilisé cette méthode d'activation pour évaluer les performances du métakaolin sur le ciment par substitution partielle de métakaolin au ciment, obtenu par calcination du kaolin à une température de 700°C.

- **Activation thermique rapide** : c'est la calcination flash, le traitement thermique est rapide et ne dure que quelques secondes pour les matériaux pulvérulents [21].

Rackel [21], a utilisé la calcination flash pour activer la pouzzolanité du kaolin et l'introduire dans la confection des bétons.

➤ **Activation mécanique :**

Le traitement mécanique consiste à effectuer un broyage poussé du matériau pour le réduire en une poudre suffisamment fine, afin de le rendre plus réactif, (plus la surface spécifique est élevée, plus la réactivité chimique est importante [32].)

Nacéri et al [33], ont montré l'influence positive de la finesse de broyage d'un liant composé de ciment et de laitier, sur la résistance à la compression du mortier [5].

➤ **Activation chimique :**

Le traitement chimique est l'addition de substances chimiques spécifiques à un mélange cimentaire pour le rendre pouzzolanique.

Fatma Saidat [5], a employé des activateurs alcalins dans une matrice cimentaire, pour activer différents types de métakaolin avec ou sans adjuvants. Son choix est justifié par l'efficacité de ces activateurs dans les matrices (ciment/cendre volante), (ciment/laitiers).

I.7 Valorisation des déchets dans le génie civil

L'exploitation des ressources naturelles, conduit à l'élaboration de produit fini voulu ainsi que un sous produit concédé comme déchet.

Les déchets en général nuisent à l'environnement, rendent leur gestion nécessaire en tenant compte des paramètres environnementaux, économiques et sanitaires.

La valorisation des déchets en génie civil est un secteur très important dans la mesure où il vise à préserver l'environnement, et les matières premières naturelles.

Dans la littérature, nous trouvons plusieurs études portées sur l'emploi de différents déchets dans le domaine de la construction, spécialement dans le ciment ou le béton comme poudre, granulats ou fibre.

BELFERRAG et al [34], ont contribué à la valorisation des fibres métalliques issues des déchets pneumatiques (pneus usés), pour les intégrer dans le renforcement des bétons. A l'issu des résultats obtenus, il constate que les fibres ont amélioré les performances mécaniques et rhéologiques des bétons, et que la valorisation de ces déchets s'avère forte utile pour la préservation de l'environnement.

Bellache et Ouarti [35], ont fait une étude sur la valorisation d'un sous produit issu du traitement du kaolin de gisement de Tamazert pour la fabrication des bétons avec des granulats recyclés (sable).

Pauline. S [36], a étudié les cendres volantes de papeterie qui est un sous produit de la fabrication du papier et de carton afin d'élaborer de nouveaux liants hydrauliques routiers, en vue de valoriser ce sous produit limité au épandage agricole. [37], a visé l'utilisation des déchets de bouteilles en plastiques et des citernes dans le béton comme grains et fibres sans autre transformation que le broyage.

Conclusion

Le ciment est l'un des matériaux de construction le plus utilisé de nos jours, mais sa fabrication rejette dans la nature, d'importantes quantités de CO₂ (gaz à effet de serre). Pour réduire le coût de fabrication du ciment et son impact environnemental, on a recourt de plus en plus à l'utilisation des matériaux de remplacement à faible coût énergétique.

Dans ce chapitre bibliographique, nous avons présenté les points essentiels de la chimie du ciment et des additions minérales courantes (les fillers calcaires, les fibres métalliques, la fumée de silice et le laitier de haut fourneau). Les données bibliographiques montrent que ces additions peuvent contribuer à améliorer les caractéristiques physico-chimiques du ciment.

L'étude du comportement de différents rejets minéraux et industriels, comme un substitue d'une partie d'un ciment Portland CEM de sorte à former de nouveaux liants. Il représente une voix pour la diminution de l'impact environnemental de la fabrication du ciment, tout en présentant une voix pour la valorisation de ces rejets.

Introduction

Ce travail traite de la caractérisation et valorisation des déchets industriels comme ajout au ciment sous forme du métakaolin. Pour se faire, plusieurs techniques physico-chimiques ont été utilisées.

Dans la suite de ce chapitre nous nous proposons de présenter ces techniques ainsi que la méthodologie suivit pour l'élaboration de se mémoire.

II.1 Matériaux

II.1.1 Le ciment

Le ciment utilisé dans cette étude est un CM I 52.5 R de la société des ciments d'AIN EL KEBIRA, il a une densité de 3,12 (g/cm³) et une masse volumique apparente de 1 g/cm³. Sa surface spécifique de Blaine est de 3715 (cm²/g). La composition chimique est donnée dans le **Tableau II.1**.

Tableau II-1 composition chimique du ciment selon la norme EN 196-2

Éléments	SiO ₂ - T	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO- T	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	P.A.F
%	%	%	%	%	%	≤ 3,5%	%	%	≤0,1 %	%
Mesures	20,62	3,96	4,37	61,49	1,38	1,59	0,29	0,12	0,01	6,18

II.1.2 Le sable

Le sable normalisé CEN (sable normalisé ISO) est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de formes généralement isométriques et arrondies. Il est séché, criblé dans le laboratoire. La composition granulométrique déterminée par tamisage pour 1350 ± 5 (g) est conforme aux exigences des normes EN 196.1 [38], selon le tableau suivant :

Tableau II-2 Compositions granulométrique du sable CEN

Tamis ouverture des mailles (mm)	Refus cumulés (%)
0.08	99 ± 1
0.16	87 ± 5
0.50	67 ± 5
1.00	33 ± 5
1.60	7 ± 5
2.00	0

II.1.3 Eau

L'eau utilisée pour la confection des éprouvettes c'est l'eau potable du réseau, et pour les pastilles c'est l'eau distillé.

II.2 Confection des pâtes de ciment et les éprouvettes de mortier

Dans cette étude, les essais sont effectués sur pâte de ciment et sur le mortier normal.

La pâte de ciment permet d'étudier plus finement les interactions mises en jeu dans la matrice cimentaire. Le choix du mortier se justifie par le fait que la classe de résistance du liant est déterminée par l'essai de compression sur le mortier normalisé conformément à la norme NF EN 196-1 P15-471 [39].

Pour les éprouvettes de mortier et les pâtes de ciment, nous étudions cinq formulations différentes. Une formulation témoin à base de CEM I et quatre formulations d'étude préparées en effectuant une substitution massique partielle du ciment par le métakaolin. Les quatre taux de substitution étudiés sont %5, 10%, 15% et 20%.

II.2.1 Confection des pâtes de ciment

Pour la confection des cinq formulations, le malaxage de la pâte de ciment est effectué à la main suivant la procédure suivante : l'eau est introduite en totalité dans le bol en premier, puis le ciment avec métakaolin est versé dans l'eau et le malaxage est démarré immédiatement pendant trois 03 minutes, nous confectionnons une éprouvette avec du ciment pure, quatre

autres éprouvettes pour chaque taux de substitution en métakaolin et pour chaque date (2, 7 et 28 jours).

Les éprouvettes sont cylindriques de diamètre de 30 mm et d'épaisseur de 10 mm, pour les pâtes de ciment, pour les essais (DRX, Infrarouge), pour chaque date d'échéance (2, 7 et 28 jours), par contre pour l'essai de porosité les éprouvettes sont de diamètre 30 mm et épaisseur de 25 mm, un témoin, deux avec les taux de substitution de 5 et 10% en métakaolin comme le montre les figures.



Figure II-1

Pesée d'eau



Figure II-2

pesée de ciment avec métakaolin



Figure II-3

Malaxage de pâte à ciment



Figure II-4

Éprouvette de pâte de ciment

Les éprouvettes sont alors recouvertes de film plastique pour éviter l'évaporation de l'eau et conservées dans une étuve où la température est réglée à 20 ± 2 °C.

Après 24 heures, nous les démoulons et les conservons dans l'eau distillée jusqu'au jour de l'essai ; il faut les sécher dans l'étuve avant de réduire ces pâtes de ciment en poudre à l'aide d'un pilon, en faisant des mouvements rotatifs afin de bien réduire en poudre ces pâtes de ciment durcies, pour les essais de DRX et infrarouge comme le montre les figures suivantes.



Figure II-5

Les pâtes de ciment durcies



Figure II-6

le pilon



Figure II-7

Réduction en poudre



Figure II-8

Poudre de pâtes de ciment durcies

II.2.2 Confection des éprouvettes de mortier

Les éprouvettes de mortier sont confectionnées comme l'indique la norme NF EN 196-1 P15-471 [40].

Un malaxeur électrique de capacité de 3 litres est utilisé pour la confection des mortiers suivant la procédure:

- Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment avec le métakaolin.

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

La durée des diverses périodes de malaxage doit être observée à ± 1 s près.

Le mortier ainsi confectionné est introduit dans les moules de $40 \times 40 \times 160$ mm³. Après l'introduction, un appareil à chocs permet de donner 60 coups à l'éprouvette pour un bon serrage. Les éprouvettes sont alors recouvertes de film plastique pour éviter l'évaporation de l'eau et conservées dans une étuve où la température est réglée à 20 ± 2 °C.

Nous confectionnons cinq moules contenant trois éprouvettes de ($40 \times 40 \times 160$ mm³), avec une formulation témoin, quatre formulations avec les taux de substitution de ciment en métakaolin de 5, 10, 15 et 20 %.

Vingt-quatre (24) heures après confection, les éprouvettes de mortier sont démoulées, chacune est découpée en trois petites éprouvettes de ($40 \times 40 \times 53,3$ mm³), et nous les conservons dans de l'eau, afin d'éviter une dissolution de la portlandite, jusqu'au jour de l'essai.

**Figure II-9****Malaxeur****Figure II-10****Moulage des éprouvette de mortier****Figure II-11****Conservation des éprouvettes
après confection****Figure II-12****Conservation des éprouvettes
après démoulage**

La composition des différentes formulations de pâte et de mortier est donnée dans le **Tableau II.3.**

Pour le calcul de la masse de métakaolin à remplacer, afin de confectionner les éprouvettes de mortier et les pâtes de ciment ; nous appliquons la règle de trois, c'est-à-dire ; multiplier la masse de ciment nécessaire pour la formulation du témoin par le taux de substitution (5, 10, 15 et 20%), et diviser par cent.

Pour la masse de ciment, il suffit de soustraire la masse de métakaolin de la masse nécessaire à la formulation du témoin.

Tableau II-3 Indication des différents mélanges

Corps d'épreuve	Indicatif	Taux de métakaolin (%)	Masse de ciment (g)	Masse d'eau (g)	Masse de métakaolin (g)	Sable (g)
Mortier	M0	0	450	225	0	1350
	M5	5			22,5	
	M10	10			45	
	M15	15			67,5	
	M20	20			90	
Pâte de ciment	C0	0	20	10	0	-
	C5	5			1	
	C10	10			2	
	C15	15			3	
	C20	20			4	

II.3 Méthodologie d'étude

La caractérisation du kaolin et du métakaolin utilisés dans notre étude est réalisée par différents essais comme le montre le Tableau II-4 suivant :

Tableau II-4 Les essais effectués sur le kaolin et le métakaolin

Matériau	Essai
Kaolin	Analyse granulométrique laser
	ATD
	DRX
	Fluorescence X
Métakaolin	Analyse granulométrique laser
	DRX
	Fluorescence X
	Infrarouge

Les différents types d'éprouvettes utilisées pour la réalisation des essais sont donnés dans le **Tableau II-5**. Les mesures sont effectuées aux échéances de 2, 7 et 28 jours pour tous les essais excepté l'essai de prise pour la pâte du ciment.

Tableau II-5 Différents essais effectués sur les éprouvettes

Eprouvettes	Essais
Pâte de ciment avec métakaolin à l'état durci	DRX Infrarouge La porosité
Mortier de ciment avec métakaolin	Résistance a la compression

II.3.1 Essais réalisés

II.3.1.1 Analyse Thermo différentielle (ATD)

L'analyse thermique différentielle (ATD) consiste à mesurer le flux de chaleur absorbée ou libérée par un échantillon lorsqu'on lui fait subir une variation de température. Usuellement on soumet kaolin à une montée de température programmée. Il peut subir différents changements de structures, voire réaction chimiques, dégradations, etc. Qui se traduit par une modification dans le flux de chaleur.

On représente généralement les résultats sur des courbes en fonction de la dérivée de la perte de masse et de la température, ce qui permet de bien discerner les températures où se produisent les phénomènes thermiques, et la décompositions de l'échantillon.

Les conditions de nos essais étaient les suivantes :

- Masse d'échantillon : 2000 mg.
- Vitesse de montée en température : 10°C/min.
- Température maximale d'essai : 1000°C.

II.3.1.2 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive pour identifier la nature et le mode de cristallisation et déterminer quantitativement ou semi quantitativement les différentes formes cristallines présentes dans la matrice cimentaire. Dans la présente étude, la DRX est effectué sur des poudres à l'aide d'un diffractomètre de type PANalytical. Toutes les analyses ont été réalisées de 0 à 86° (2 θ) sur des poudres de pâte, au passant à 80 μm .

Les échantillons de poudre (kaolin, métakaolin, poudre de pâte de ciment avec métakaolin) sont disposés sur des porte-échantillons standards, de sorte à avoir une surface bien plane afin de respecter le plan 0 de la plaquette pour une détection des rayons diffractés.

Les phases minérales sont reconnues en analysant les diffractogrammes à l'aide d'un logiciel X'Pert HighScore Philips analytical. Le logiciel cherche dans la base des données, les fiches les plus proches du diffractogramme. Ce sont des fiches probables. Le choix final des fiches à retenir se base sur la composition élémentaire obtenue dans l'analyse chimique.

Cette analyse est réalisée dans le laboratoire chimie de génie des procédés, de l'université Abd-Mira, Béjaia.



Figure II-13 Diffractomètre par rayon X

II.3.1.3 Infrarouge

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présente dans les pâtes de ciment avec métakaolin, ce dernier est soumis a un rayonnement électromagnétique dans la gamme d'onde de centre infrarouge ($2,5\mu\text{m}$ a $50\mu\text{m}$). Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présente dans le matériau.

L'appareillage utilisé est un spectroscope infrarouge Cary 630 FTIR, de laboratoire chimie de la faculté des sciences exactes de l'université de Béjaia.



Figure II-14 spectroscope infrarouge

II.3.1.4 Porosité

La porosité est une grandeur physique qui permet de caractériser la durabilité du matériau. Cependant la méthode de détermination de la porosité accessible à l'eau est une méthode globale qui ne permet pas de séparer les familles de pores. L'essai est effectué dans le laboratoire granulats et béton de CETIM.

- **Appareillage :**

Appareillage d'usage courant nécessaire à la préparation d'un échantillon pour l'essai selon la norme NF P18-554 [41] :

- Etuve ventilée réglée à 45°C.
- Balance dont la portée limite est compatible avec les masses à peser et permettant de faire toutes les pesées avec une précision relative de 0.1 %.
- Panier en toile métallique à mailles ≤ 3 mm ou un récipient en tôle perforée à perforation ≤ 3 mm de dimensions adéquates, muni d'anses métalliques servant à la suspendre au fléau de la balance.
- Récipient dans lequel on peut suspendre librement le panier ou le récipient en tôle perforée.
- Chiffon absorbants de dimensions adéquates.

L'essai consiste à immerger dans de l'eau sous vide pendant 24 heures les échantillons. Le volume apparent de l'éprouvette est déterminé par pesée hydrostatique en pesant l'éprouvette saturée dans l'air et dans l'eau. Les échantillons sont ensuite séchés dans une étuve à 45°C jusqu'à stabilisation de masse afin d'obtenir la masse sèche. Le poids de l'eau ayant pénétré

les pores de l'échantillon correspond à la différence entre le poids de l'éprouvette saturée en eau et celui de la même éprouvette séchée, selon la norme NF EN P18-554 [41].

- **Détermination de masse volumique apparente** (en gramme par centimètre cube) :

$$\mathbf{M_{app}} = \frac{\mathbf{M_{sec}}}{\mathbf{M_{air} - M_{eau}}}$$

- **Détermination de la porosité** (en pourcentage) :

$$\mathbf{P} = \frac{\mathbf{M_{air} - M_{sec}}}{\mathbf{M_{air} - M_{eau}}} \times \mathbf{100}$$

- **Détermination de coefficient d'absorption d'eau** (en pourcentage) :

$$\mathbf{A_b} = \frac{\mathbf{M_{air} - M_{sec}}}{\mathbf{M_{sec}}} \times \mathbf{100}$$

Avec : M_{sec} : masse sèche de l'échantillon.

M_{air} : masse de l'échantillon saturé en eau pesé dans l'air.

M_{eau} : masse de l'échantillon saturé en eau pesé dans l'eau.

ρ_{eau} : masse volumique de l'eau (1g/cm^3).

II.3.1.5 La masse volumique

La masse volumique désigne la masse d'une unité de volume. Il existe diverses méthodes pour déterminer la masse volumique d'un produit.

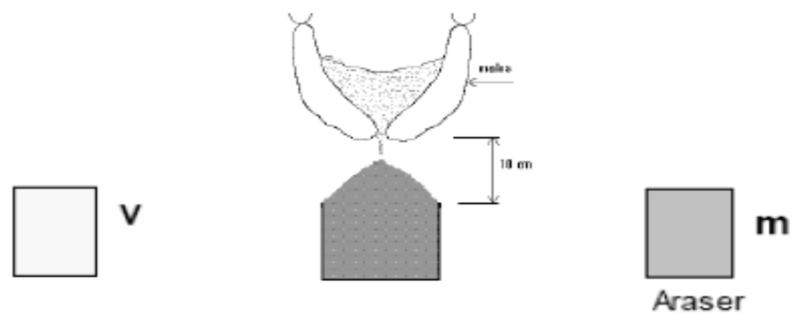


Figure II-15 Détermination de la masse volumique apparente

$$\rho_{\text{app}} = \frac{M1 - M2}{V}$$

Avec : M1 masse de réceptions à vide.

M2 : masse de réceptions avec l'échantillon.

V : volume de réceptions.

Pour la détermination de la masse volumique absolue de métakaolin, nous avons utilisé la méthode de l'éprouvette graduée.

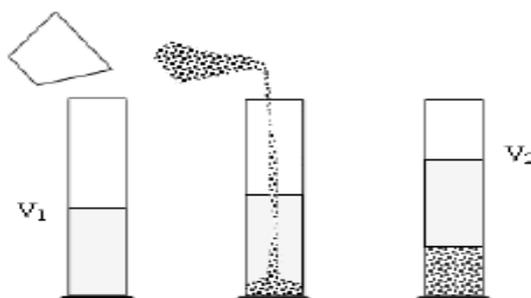


Figure II-16

Essai de l'éprouvette graduée

$$\rho_{\text{abs}} = \frac{M}{V1 - V2}$$

Avec : M : masse de l'échantillon.

V1 : volume dans l'éprouvette sans échantillon.

V2 : volume dans l'éprouvette après introduction de l'échantillon.

Pour la détermination des masses volumiques de métakolin, nous utilisons le matériel disponible dans laboratoire de département génie civil de l'université.

II.3.1.6 Essai de compression

Les essais de résistance à la compression ont été effectués selon la norme NF P15-471, sur des éprouvettes cubiques de surface de ($A=1600 \text{ mm}^2$), à l'aide d'une presse de capacité de 2000 KN.

L'éprouvette est placée, centrée entre les deux plateaux de la presse, puis chargée progressivement jusqu'à la rupture.

Nous Centrons chaque demi-prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine à $\pm 0,5 \text{ mm}$ près, et longitudinalement de façon que le bout du prisme soit en porte-à-faux par rapport aux plateaux ou aux plaques auxiliaires d'environ 10 mm.

La résistance à la compression est donnée par la formule suivante : $\sigma = F/A$.

Avec σ : contrainte de rupture (MPa).

F : charge de rupture (N).

La résistance à la compression correspond à la contrainte moyenne d'écrasement de trois éprouvettes à chaque âge d'essai.

L'essai de la résistance à la compression est réalisé dans le laboratoire des liants et béton de CETIM.



Figure II-17 Machine d'essai de résistance a la compression

II.3.1.7 Analyse granulométrique par laser

Nous avons utilisé un appareil MASTERSIZER de l'unité de recherche de l'université Mhamed Bouggara, Boumerdes. L'analyse dimensionnelle laser est une technique puissante qui repose sur la diffusion d'un rayonnement laser par les particules à analyser au sein d'une suspension maintenue en agitation. L'angle de diffusion varie en fonction de la taille des particules. Une modélisation du spectre de diffusion reçu par le détecteur permet de calculer la contribution de chaque classe granulométrique à la diffusion totale.

Le résultat est une courbe granulométrique exprimée en % volumique en fonction de la taille.



Figure II-18 appareil pour analyse granulométrique par laser

II.3.1.8 Analyse chimique

Elle a été réalisée par spectrométrie de fluorescence X au laboratoire chimie de CETIM. Cette technique est basée sur l'analyse du spectre émis par un échantillon excité par une source primaire de rayons X. Ce spectre dit de fluorescence est caractérisé par des éléments atomiques qui composent l'échantillon. C'est une technique d'analyse élémentaire non-destructive de l'échantillon. Cette méthode permet la détermination de la composition élémentaire de l'échantillon de manière qualitative et quantitative. La technique d'analyse comprend deux parties :

- Une source d'excitation provoquant l'émission d'un spectre de rayon X caractéristique de la composition de l'objet.
- Un détecteur et un analyseur de rayonnement identifiants et quantifiants les intensités des raies composant le spectre.

Une quarantaine d'étalons naturels servent de référence pour l'analyse. Des éléments majeurs, mineurs et des traces sont analysés quantitativement dans les silicates selon leur teneur à savoir Si, Al, Ca, K, Ti, Fe, Mn, P, Mg, Na, Pb, Cu, Sn, Sb, Rb et Zr.

Conclusion

Ce chapitre présente les différentes techniques utilisées pour la caractérisation des matériaux utilisés ainsi que les pâtes de ciment frais, durci et le mortier. La composition des éprouvettes de pâte de ciment et mortier normal utilisés dans cette étude ont été présentés (remplacement du ciment par 5%, 10%, 15% et 20% de métakaolin).

Dans le prochain chapitre, nous suivrons les protocoles de ce chapitre pour caractériser le métakaolin utilisé dans notre mémoire.

Introduction

Nous présentons dans ce chapitre l'origine du kaolin utilisé dans notre étude ainsi qu'une caractérisation chimique, minéralogique, physique et thermique. Cette caractérisation devrait nous permettre de connaître ses propriétés et à quel point, il est approprié de l'utiliser comme remplacement dans le ciment.

III.1 Origine de kaolin

Le kaolin utilisé dans notre étude, est un sous produit issu du traitement de kaolin de gisement de **Tamazert** situé au Nord-est de l'Algérie dans la Daïra d'El-Milia (Wilaya de Jijel). Le kaolin de Tamazert provient de l'altération des roches feldspathiques et potassiques, par les eaux de mer et atmosphériques.

III.2 Composition chimique

La composition chimique du kaolin et du métakaolin est donné dans le (Tableau III-1). Les résultats montrent que le kaolin et le métakaolin présentent une forte teneur en SiO_2 et Al_2O_3 . Les autres éléments sont présents comme des teneurs mineures.

Le rapport massique : $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 2,3$ ce qui est bien supérieur à celui du métakaolin pur : $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 1,2$. Cela indique que le kaolin utilisé est impure. Selon la norme NF P18-513 [40].

Tableau III-1 Composition chimiques du kaolin et du métakaolin

Teneur en %	Kaolin	Métakolin
SiO_2	58.19	61.06
Al_2O_3	25.09	26.41
FeO_3	1.34	1.34
CaO	0.75	0.39
MgO	0.51	0.60
K_2O	6.61	6.93
Na_2O	1.03	1.93
SO_3	0.01	0.03
P_2O_5	0.05	0.06
TiO_2	0.41	0.43
PF	5.990	1.510

Les teneurs de composants chimiques du métakaolin sont supérieures à celles du kaolin, excepté la teneur en chaux (CaO) qui a diminuée.

Le kaolin a une perte au feu importante en comparaison avec celle du métakaolin.

III.3 Composition minéralogique

La figure III.1 regroupe les diffractogrammes du kaolin et du métakolin, sur cette figure, nous pouvons observer les points suivants :

- Les deux échantillons présentent une grande proportion de quartz, ce qui est en accord avec le rapport $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 2.3$
- Nous remarquons aussi que la muscovite présente dans les échantillons ne disparaît pas après calcination.
- Entre les spectres de kaolin et de métakaolin, nous voyons bien disparaître les pics caractéristiques de la kaolinite, signe que la calcination est effective.

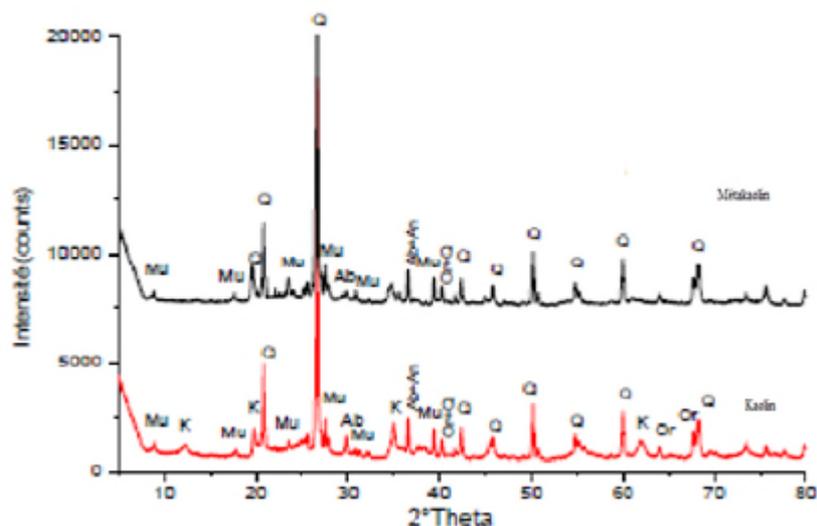


Figure III-1 Diffractogramme de kaolin et métakaolin

(Q : Quartz, K : Kaolinite, Mu : muscovite, Ab : Albite, An : Anorthite, Or : Orthoclase).

L'analyse minéralogique du kaolin montre, qu'il titre 29,5 % de **kaolinite**, 30 % de **quartz** et 29,5 % de **muscovite**, les autres composés sont présents en des teneurs très faibles (4 %). La composition minéralogique est en bonne concordance avec la composition chimique.

Tableau III-2 Composition minéralogique du Kaolin

Teneurs %	Kaolinite	Quartz	Feldspath	Muscovite	Autres composés
Kaolin	29,5	30	7	29,5	4

III.4 Caractérisation physique

III.4.1 Composition granulométrique laser

L'analyse granulométrique par granulométrie laser de kaolin et de metakolin sont présentées dans les figures III-2 et III-3.

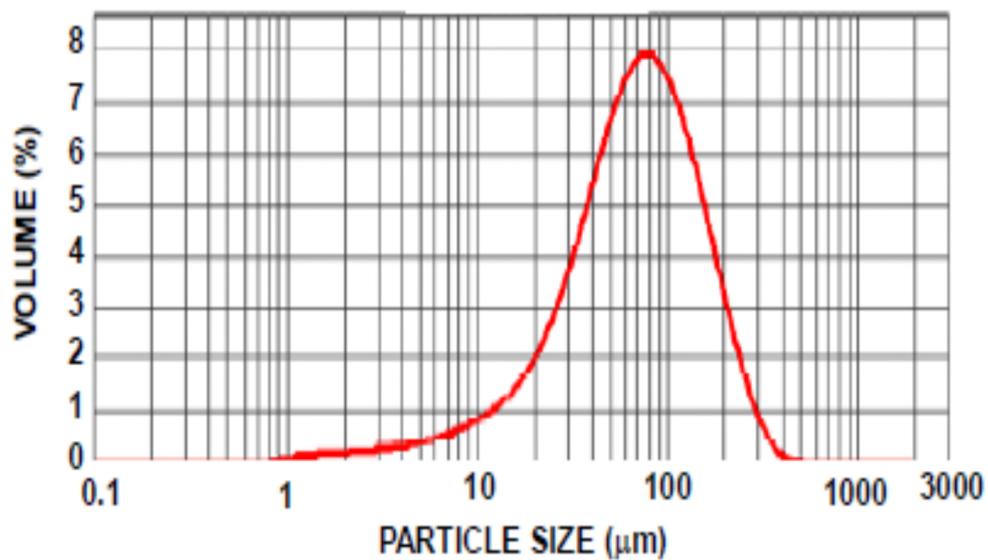


Figure III-2 Distribution granulométrique de kaolin

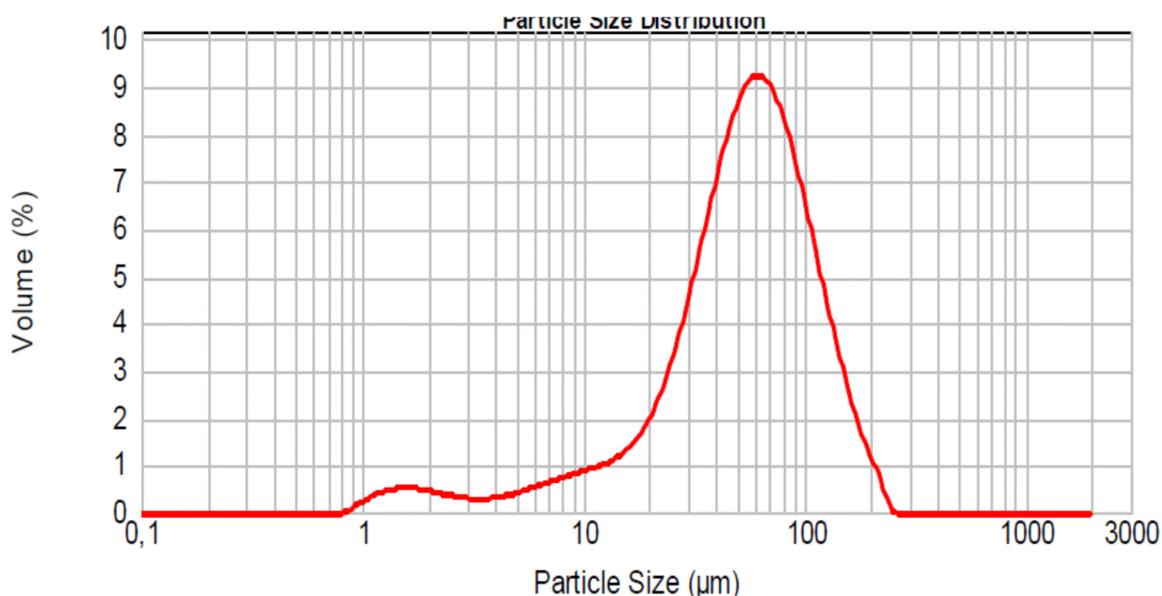


Figure III-3 Distribution granulométrique de métakaolin

Les fractions granulométriques les plus dominantes de kaolin s'étalent entre 70 et 90 μm , et pour le métakaolin entre 50 et 70 μm .

Après le traitement thermique, nous remarquons une diminution de la taille des particules, qui est due à la déshydratation du kaolin.

III.4.2 Masse volumique

La masse volumique est un paramètre important qui intervient dans la formulation des matériaux cimentaires. Les masses volumiques apparentes de ciment et de métakaolin ainsi que sa masse volumique absolue sont données dans le **Tableau III.3**. Elles sont respectivement de 1 g/m^3 et 0,925 g/cm^3 . Ces valeurs montrent que le métakaolin est plus léger que le ciment CEM I, et que son introduction dans le ciment donnera des ciments de plus faibles légères.

Tableau III-3 masses volumiques de ciment et métakaolin

Masse volumique	Ciment g/m^3	métakaolin g/cm^3
apparente	1	0,925
absolue	3.12	2

III.5 Comportement thermique

La **Figure III-4** représente la courbe ATD de kaolin, nous observons quatre pics caractéristiques :

- Un pic endothermique à environ 100°C correspondant à la déshydratation de l'échantillon.
- Un pic exothermique entre 400°C et 600°C correspondant à la déshydroxylation de la kaolinite.
- Un pic exothermique à environ 800°C correspondant à la déshydroxylation de la mascovite.
- Un pic exothermique à environ 1000°C correspondant à la réorganisation structural de métakaolin.

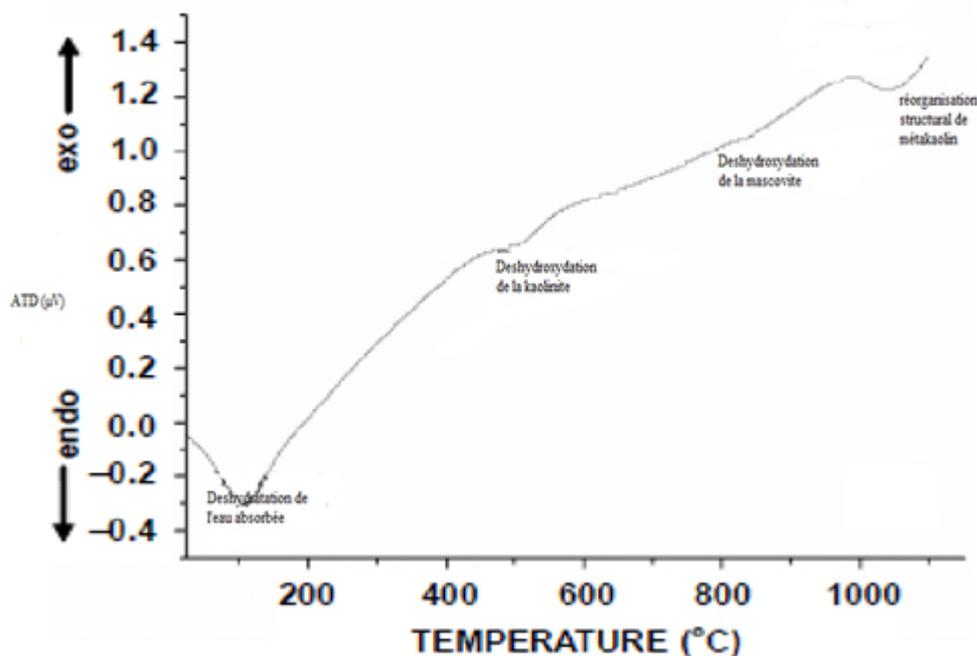


Figure III-4 Courbe ATD du kaolin

Conclusion

Les rejets utilisés titrent 29,5% de kaolin, se qui représente un potentiel non négligeable pour la préparation du métakaolin pour une utilisation comme ajout au ciment.

La température de cuisson de kaolin devra être de près de 600°C pour garantir la fabrication du métakaolin.

Introduction

Dans ce chapitre nous expliquons la possibilité de la valorisation des déchets issus de traitement de kaolin, comme ajout au ciment sous forme du métakaolin.

Pour vérifier les propriétés des mortiers et des pâtes de ciments nous utilisons plusieurs méthodes de caractérisation.

IV. 1 Mortier

IV.1.1. Résistance mécanique

Les taux de substitution **15%** et **20%** correspondent aux exigences normatives en ce qui concerne la résistance à la compression pour des ciments de classe **42,5** et **42,5 R** suivant la norme NF P15-301 [42].

Les taux **5%** et **10%** ainsi que le **0%** correspondent aux exigences normatives en ce qui concerne la résistance à la compression pour des ciments de classe **52,5** et **52,5 R** suivant la norme NFP15-301.

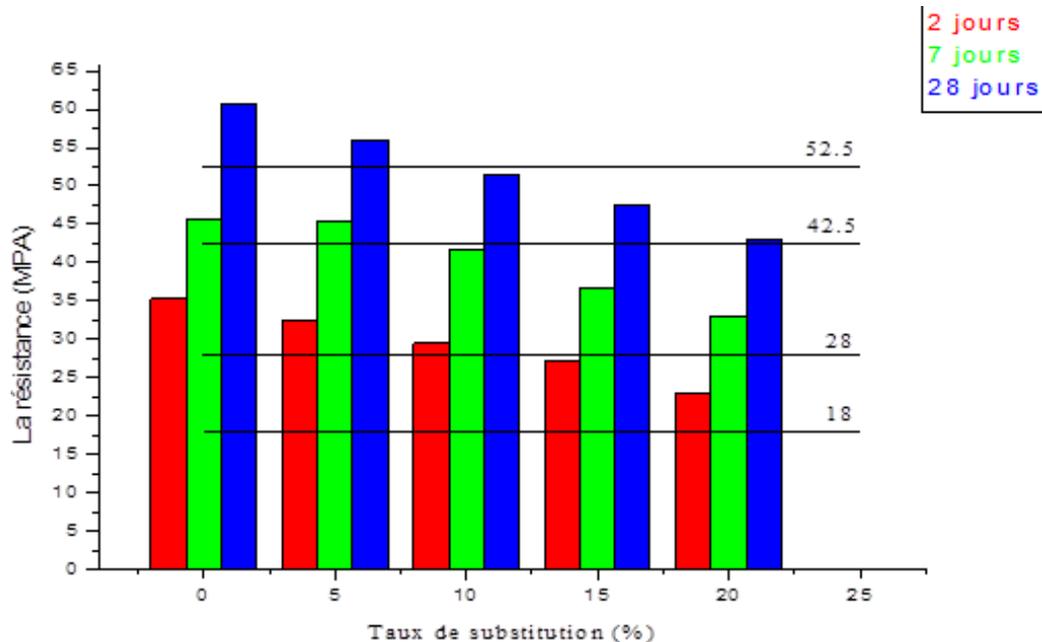


Figure IV-1 La résistance à la compression des mortiers incorporant différents taux de métakaolin

Le tableau IV-1 nous donne les résistances à la compression des mortiers de ciment, avec différents taux de substitution en métakaolin à 2, 7 et 28 jours.

Tableau IV-1 La résistance a la compression des mortiers à 2, 7 et 28 jours

Mortier	La résistance à la compression (MPa)		
	2 jours	7 jours	28 jours
M0	35,33	45,57	60,8
M5	32,33	45,4	55,97
M10	29,43	41,8	51,47
M15	27,1	36,63	47,53
M20	22,97	33,07	43,1

IV.1.2 Indice d'activité

L'indice d'activité est un critère de performance retenu dans la norme pour déterminer la catégorie d'un métakaolin. Il se calcule par la formule suivante :

$$I_{28} = \frac{R_{c28 M}}{R_{c28 M0}}$$

Avec:

R_{c28M} : résistance à la compression du ciment pure.

R_{c28M0} : résistance à la compression du ciment avec métakaolin

Tableau IV-2 L'indice d'activité

Mortier	R_{c28} MPA	I_{28}
M0	60.08	-
M1	55.97	0.92

L'indice d'activité du métakaolin utilisé dans notre étude est supérieure 0.90, selon la norme NF P18-513 [43], le métakaolin est de type B présentant une activité moyenne. Il peut être utilisé comme addition dans les bétons particuliers.

IV.2 Pâtes de ciment

IV.2.1 Masse volumique et porosité

La masse volumique diminue avec le taux de substitution en métakaolin, la masse volumique de métakaolin est plus faible.

La porosité augmente avec le taux de substitution en métakaolin, cela est dû à la quantité d'hydrate formée à 28 jours qui est plus faible que celle du mortier témoin, ce qui baisse avec l'augmentation des remplacements.

Le coefficient d'absorption augmente avec le taux de substitution en métakaolin, cela serait lié à la transformation minéralogique au sein de la matrice cimentaire.

Tableau IV-3 Masse volumique et porosité accessible à l'eau (28 jours)

Pâtes ciment	Taux en MK (%)	<i>M_{sec}</i> (g)	<i>M_{eau}</i> (g)	<i>M_{air}</i> (g)	<i>M_{app}</i> (g/cm³)	<i>P</i> %	<i>Ab</i> %
C0	0	24,5	27,3	13,15	1,73	19,8	11,43
C5	5	24	27	13	1,71	21,42	12,5
C10	10	22,8	26,9	12,35	1,56	28,18	18

Ces résultats sont en bonne concordance avec les résultats déjà observés par d'autres auteurs [5] [43]. Ils concluent que la masse volumique apparente des mortiers de ciment avec métakaolin diminue leur porosité et l'absorption augmente.

IV.2.2 Diffraction de rayon X

Les spectres de diffraction X des pâtes de ciments hydratées sont présentés sur les figures IV-2, IV-3, IV-4. Nous observons sur les spectres la présence d'étringite, portlandite, CSH ainsi que la bélite non hydratée.

L'intensité des pics augmente avec le temps de cure à cause de l'hydratation de quantité supplémentaire de ciment avec le temps.

L'intensité des pics diffère avec le taux de remplacement à cause de la réaction des produits d'hydratation avec le métakaolin.

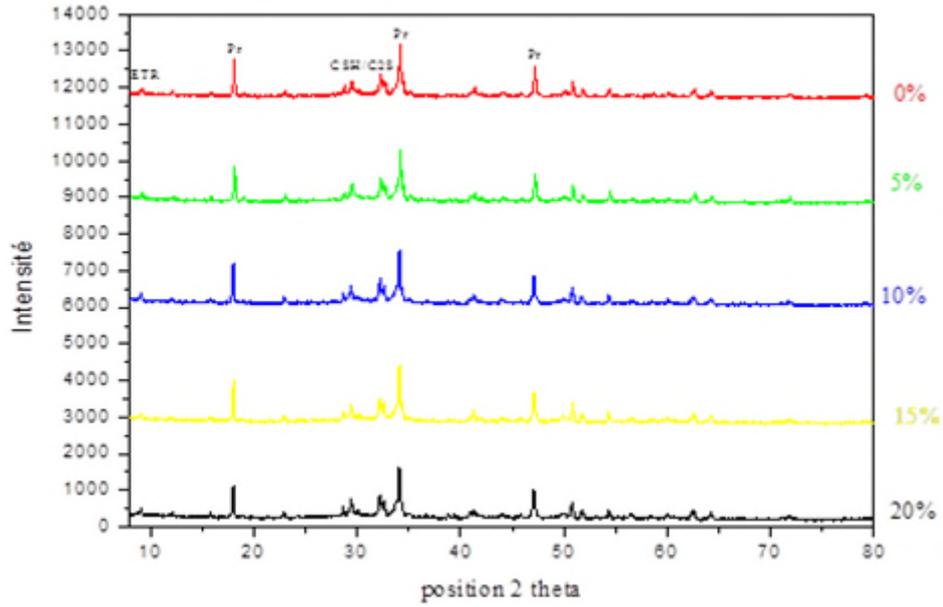


Figure IV-2 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 2 jours

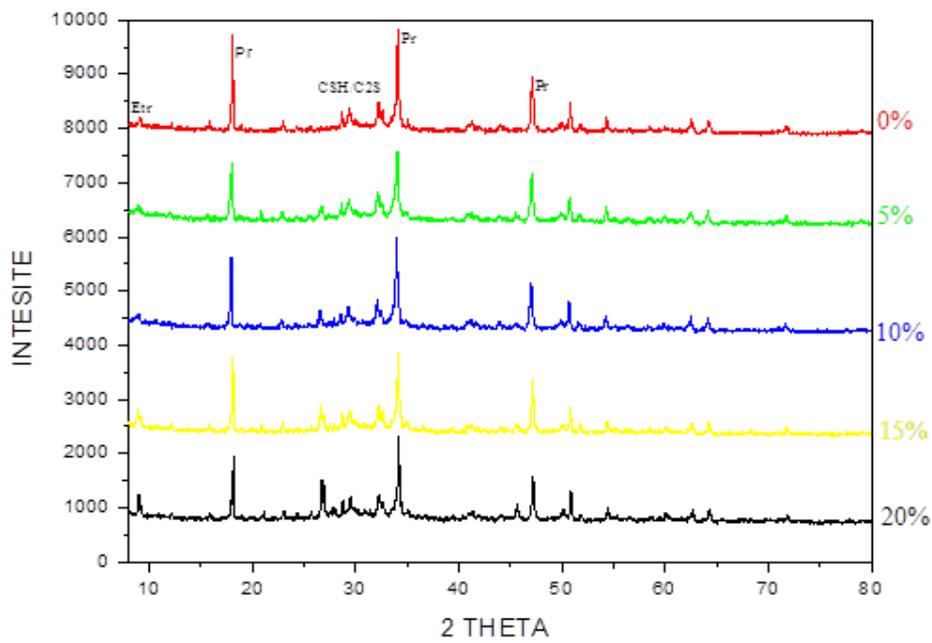


Figure IV-3 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 7 jours

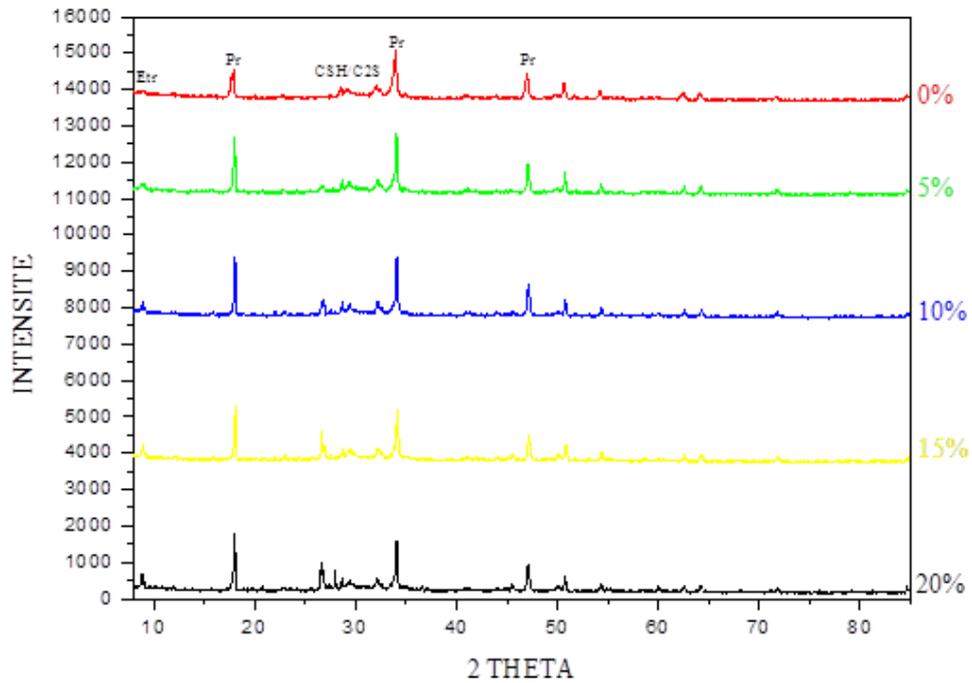


Figure IV-4 Spectre de diffraction X des pâtes de ciment à 28 jours
 Etr : étringite, Pr : portlandite, CSH/C2S :

IV.2.3 Infrarouge

Les liaisons détectées par infrarouge (SO, CSH, SiO, H₂O, OH) sont en bon accord avec les phases minéralogiques détectées par diffraction au rayon X.

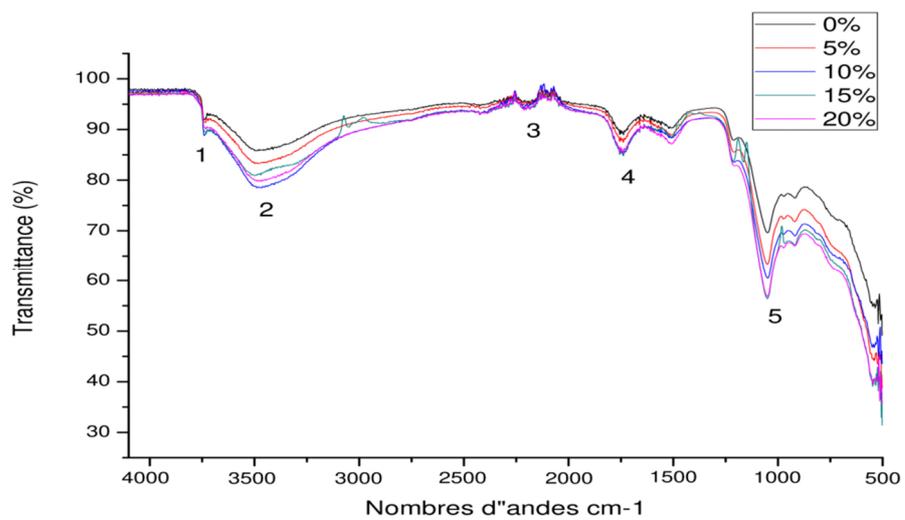


Figure IV-5 Spectres Infrarouge des pâtes de ciment
 1: OH. 2: H₂O, 3: SiO, 4: CSH, 5: SO

Conclusion

La résistance à la compression des différents mortiers est déterminée à 2,7 et 28 jours. Tous les taux de substitution correspondent aux exigences normatives en ce qui concerne la résistance à la compression selon la norme NF P15-301. Le 5% et 10% peuvent être classé comme 52,5R et 15%, 20% comme 42,5R.

L'utilisation du métakaolin conduit à la diminution de la masse volumique et l'augmentation de la porosité.

Les analyses diffractométriques montrent que le métakaolin a réagi dans la matrice cimentaire, et que les phases détectées sont l'étringite, CSH, C2S et la portlandite. Ces dernières sont les phases habituelles retrouvées dans des pâtes de ciment Portland.

Conclusion générale

Conclusion générale

La forte demande sur les ciments et leurs modes de fabrication très polluants représente un danger pour l'environnement.

L'utilisation des matériaux de remplacement tel que le métakaolin représente une alternative sur le plan écologique et économique.

En plus des apports environnementaux et économiques, l'utilisation du métakaolin peut jouer un rôle favorable pour le développement des performances des ciments.

La composition des rejets (29.5 % de kaolinite) utilisés dans notre étude convient à une utilisation pour la fabrication du métakaolin, à une température de cuisson de près de 600°C.

Les taux de remplacement de 5 et 10 % sont les meilleurs d'un point de vue économique vu qu'ils ne conduisent pas à un changement de classification du ciment.

Les métakaolins de type B, bien que réactifs, sont caractérisés par une pureté moindre. L'indice d'activité minimum est de 0,9. Ils peuvent trouver des applications dans des domaines où il n'est pas nécessaire de chercher une addition ayant une réactivité exceptionnelle. Ils pourront néanmoins être utilisés dans des bétons particuliers.

L'ajout de métakaolin a conduit à la diminution de la masse volumique ce qui représente un plus pour l'élaboration de béton léger.

Comme perspective nous prévoyons l'étude de la durabilité des mortiers ; faire plus de tests sur mortier (temps de prise, chaleur d'hydratation) ainsi que l'utilisation d'autres types de ciment et le suivi sur une plus longue période des propriétés des pâtes et mortiers. Il sera aussi intéressant d'explorer d'autres modes d'activation du Kaolin.

Références bibliographiques

- [1] FEBELCEM, Histoire de ciment, URL:[http:// www.febelcem.be](http://www.febelcem.be). En ligne le 6 Mai 2018.
- [2] NF 197-1, « ciment, spécification et critère de conformité des ciments »),2001.
- [3] Bouzidi.M.A, «caractérisation des valorisations issus de la chainemine-usine sidérurgique en vue de la production de ciment cas de la mine de boukhadra et du complexe sidérurgique d'elhadjar Algérie>>,Thèse de doctorat, université de Bejaia,2015.
- [4] Dang. T, « valorisation des sédiments marins bétons comme matériaux de construction », Thèse de doctorat, université de Rennes, 2011.
- [5] Saidat. F, « Activation chimique de métakaolin dans une matrice cimentaire >), thèse de doctorat, université de Toulouse III Paul-Sabatier,2013.
- [6] Centre d'information sur le ciment et des applications, guide de prescription des ciments pour des constructions durables, Octobre2009.
- [7] SAVADOCO.N, « Elaboration d'un éco-ciment à base de poudre de mâchefer de charbon »), thèse de doctorat, université de Bretagne Loire, 2017.
- [8] BENRAHLA.A, Mémoire de Master, ENTP,2017.
- [9] Jacobs. J, la contribution de l'industrie cimentière à la réduction des émissions de CO₂, fédération belge du ciment, FEBELCEM,2007.
- [10] Norme AS1M standard, (618-08: standars spéfication for coal fly Ash an Raw or calcined naturel pozzolan for use inconcret, west conshohachem, PA :Anual book of ASTM standards , ASTM international ,2008.
- [11] Febelcem, « «Contribution de l'industrie du ciment à la réduction des émissions de CO₂»,2007.
- [12] Syndicat français de l'industrie du ciment, « L'industrie cimentière, Exemple à suivre », Economie circulaire et COP21, Novembre2015.
- [13] Febelcem, rapport environnementale de l'industrie du cimentière Belge, fédération Belge du ciment, FEBELCEM,2006.

- [14] Comment 17 Algérie est passée du statut de pays importateur à celui d'exportateur du ciment, URL: <http://www.tsa-algérie.com>, Octobre 2017, consulté le 15 mai 2018.
- [15] L'économie d'énergie et l'efficacité énergétique au cœur de la stratégie du Groupe GICA, 2017.
- [16] Ahmidi. S, « Modélisation de l'efficacité des additions minérales entre les propriétés mécanique et de durabilité par le concept du liant équivalent », diplôme de magistère, université de Chief, 2012.
- [17] Koneshloo. M, « caractérisation, estimation et valorisation de gisements d'argiles Kaoliniques du bassin des Charentes », Ecole nationale supérieure des mines de paris, 2017.
- [18] Buathier.S, « Modélisation en régime dynamique d'un four tournant } } Rapport de DEA Procédé, Système, Matériaux, Université de Paul Sabatier, Toulouse III, 1998.
- [19] Pera.S, « Metak.aolin and calcined clay }>, Cernent and concrete composition, Vol. 23, 2001.
- [20] Salvador. S, "Production d'une pouzzolane de synthèse par calcination flash de sols argileux : étude des produits et conception d'une installation », INSA de Toulouse, 1992.
- [21] Racket. S.N, « Approche performantielle des bétons avec métakaolin obtenus par calcination flash », Thèse de doctorat, Université de Paul Sabatier, Toulouse III, 2011.
- [22] Gruber K.A., Ramlochan T., Hoonton R.D., Thomas M.D.A, « Increasing concrete durability with high reactivity metakaolins }>, Cernent and Concrete Composites, vol.23, p.479-484.200.
- [23] Pedot C, Rougeau P, « Intérêt des métakaolins dans les bétons }), CERIB, Réf.128.E, pp 8-50, 2007.
- [24] Courard L., Darimmont A., Scbouterden M, Feraucbe F., Willem X., Degeimbre R. « Durability of mortars modified with métakaolin », cernent and Concerete Research, vol. 33 pp.1473- 1479, 2003.
- [25] TRINH, Min.h.Q, « utilisation du métakaolin par substitution partielle du ciment dans les applications géotechniques d'injection et de scellement d'ancrage », Thèse de doctorat, université Toulouse 3 Paul-Sabatier, 2012.

- [26] MANSOUR M. S., AFALFIZ A., « Performances du kaolin calciné sur les propriétés physico-mécaniques du mortier », 12^{ème} Congrès de Mécanique 21-24 Avril 2015 Casablanca (Maroc).
- [27] Khatib.J.M, Sabi.rB.B, Wilds, « Sorptions de métakaolin dans le mortier à base de ciment pour l'amélioration de l'environnement et la protection », Ed. DhirR.K and DayerT.D, Spoon press, London1996.
- [28] HamdyE.L, Ahmed A, Tarek M.S, Samir E.H, « Hydratation et caractéristiques de métakaolin, pozzolan et ciments », 2016, HBRC Journal.
- [29] Badogiannis E. Tsivilis S PapadakisV.G. ChaniotakisE, « The effects of MK on concrete properties >>. Proceeding of Dundee Conference, pp.81-89,2002.
- [30] Shi C., « An overview on the activation of reactivity of natural pozzolans ». Canadian Journal of Civil Engineering, Vol. 28(5), pp. 778-786, 2001.
- [31] Sajedi F., RazakH. A, « Comparison of different methods for activation of ordinary portland cement-slag mortars ». Construction and Building Materials, Vol 25(1), pp.30-38, 2011.
- [32] Geryville D, « Etude et amélioration de l'activité pouzzolanique de certains matériaux silicatés pour une substitution partielle du clinker dans le ciment portland », université des sciences et de technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2011.
- [33] Nacefi A., Messaoudenel., « Effet de l'activation mécanique du laitier de haut fourneau sur le comportement mécanique du mortier ». Lebanese Science Journal, Vol. 7(2), pp. 85-96, 2006.
- [34] BELFERRAGA. KRIKERA. KHENFERE. « Valorisation des fibres métalliques issues des déchets pneumatiques dans les matériaux de constructions en zones sahariennes », Annales de la Faculté des Sciences et des Sciences de l'Ingénieur Vol. 1 N° 2,2007.
- [35] Bellache et Ouarti, « Valorisation des rejets quartzés (sables) issus du traitement de kaolin de Tamazert (Jijel) dans les bétons », Mémoire de master, université de Béjaia, 2011.
- [36] Pauline.S, Elaboration de liants hydrauliques routiers à base de pouzzolane naturelle ou de cendre volante de papeterie. Thèse de Doctorat, université de Paul Sabatier, Toulouse III, 2011.
- [37] Benimam S, Debieb F, Bentchikou M, Gueudouz M, « Valorisation et Recyclage des Déchets Plastiques dans le Béton >>, MATEC Web of Conferences 11, 01033 (2014).
- [38] EN 196-1, « Sable normalisé CEN certifié ISO, Méthodes d'essais des ciments, Sable pour mesure des résistances mécaniques », 2009.

- [39] NF EN 125-471, « Méthode d'essais des ciments, partie 1 : détermination des résistances mécaniques », 1995.
- [40] NF EN 125-554, « Mesures des masses volumiques, de la porosité, du coefficient d'absorption et de la teneur en eau des gravillons et cailloux », 1990.
- [41] NF P15-301, « Liants hydrauliques- Ciment courants-Composition, Spécification et critères de conformité », 1994.
- [42] NF P18-513, « Métakaolin, addition pouzzolanique pour bétons - Définitions, spécifications, critères de conformité », 2010.
- [43] Khatib J.M., Clay R.M., « Absorption characteristics of metakaolin concrete ». *Cement and Concrete Research*, Vol.34 (1), pp.19-29, 2004.

Annexe A : La résistance à la compression de 2^{ème} jours

Acc. EN 196 (simple)

25.03.2018

DIN EN 196-1 Calculation Bestimmung der Festigkeit von Zement

Parameter table:

Test protocol :		Strength grade:	
Tester :	M Adjtoutah et bouzidi	Age :	2 T
Customer :		Other :	
Test standard :			

Results:

Nr	Evaluation	L	A mm ²	F _m kN	σ _{sz} N/mm ²	σ _D N/mm ²	ρ g/cm ³	Outlier _D N/mm ²
max.						30,6		30,6
min						25,1		25,1
0% [1	Compression tests	1600,0	57,6	-	-	-	>36,0
	3	Compression tests	1600,0	56,6	-	>35,4	-	-
	4	Compression tests	1600,0	55,4	-	>34,6	-	-
5% B [5	Compression tests	1600,0	51,6	-	>32,3	-	-
	6	Compression tests	1600,0	51,0	-	>31,9	-	-
	7	Compression tests	1600,0	48,8	-	30,5	-	-
10% B [8	Compression tests	1600,0	45,9	-	28,7	-	-
	9	Compression tests	1600,0	44,0	-	27,5	-	-
	10	Compression tests	1600,0	44,8	-	28,0	-	-
20% B [11	Compression tests	1600,0	35,9	-	<22,4	-	-
	12	Compression tests	1600,0	36,6	-	<22,9	-	-
	13	Compression tests	1600,0	36,6	-	<22,9	-	-
5% P [14	Compression tests	1600,0	51,6	-	>32,3	-	-
	15	Compression tests	1600,0	53,2	-	>33,2	-	-
	16	Compression tests	1600,0	50,4	-	>31,5	-	-
10% P [17	Compression tests	1600,0	42,1	-	26,3	-	-
	18	Compression tests	1600,0	39,0	-	<24,4	-	-
	19	Compression tests	1600,0	42,6	-	26,6	-	-
15% P [20	Compression tests	1600,0	40,9	-	25,6	-	-
	21	Compression tests	1600,0	44,8	-	28,0	-	-
	22	Compression tests	1600,0	44,4	-	27,7	-	-
20% P [23	Compression tests	1600,0	38,2	-	<23,9	-	-
	24	Compression tests	1600,0	37,9	-	<23,7	-	-
	25	Compression tests	1600,0	34,1	-	<21,3	-	-
5% P [26	Compression tests	1600,0	46,4	-	29,0	-	-
	27	Compression tests	1600,0	45,2	-	28,3	-	-
	28	Compression tests	1600,0	46,5	-	29,0	-	-
20% P [29	Compression tests	1600,0	35,8	-	<22,4	-	-
	30	Compression tests	1600,0	34,8	-	<21,8	-	-
	31	Compression tests	1600,0	37,7	-	<23,5	-	-
5% B [32	Compression tests	1600,0	51,0	-	>31,9	-	-
	33	Compression tests	1600,0	44,1	-	27,5	-	-
	34	Compression tests	1600,0	48,7	-	30,5	-	-
5% P [35	Compression tests	1600,0	46,4	-	29,0	-	-
	36	Compression tests	1600,0	46,8	-	29,3	-	-
	37	Compression tests	1600,0	47,1	-	29,4	-	-
10% P [38	Compression tests	1600,0	46,0	-	28,8	-	-
	39	Compression tests	1600,0	46,7	-	29,2	-	-
	40	Compression tests	1600,0	48,5	-	30,3	-	-

Annexe B : La résistance à la compression de 7ème jour

Acc. EN 196 (simple)

29.03.2018

DIN EN 196-1 Calculation Bestimmung der Festigkeit von Zement

Parameter table:

Test protocol :		Strength grade :	
Tester :	M Adjtoutah et bouzidi	Age :	7 T
Customer :		Other :	
Test standard :			

Results:

Nr	Evaluation	L	A mm ²	F _m kN	σ _{BZ} N/mm ²	σ _D N/mm ²	ρ g/cm ³	Outlier _D N/mm ²
max.						42,6		42,6
min						34,8		34,8
0% [1	Compression tests		1600,0	73,0	-	>45,6	-	-
2	Compression tests		1600,0	69,5	-	>43,5	-	-
3	Compression tests		1600,0	76,2	-	-	-	>47,6
5% B [4	Compression tests		1600,0	67,2	-	42,0	-	-
5	Compression tests		1600,0	70,3	-	>43,9	-	-
6	Compression tests		1600,0	60,4	-	37,7	-	-
7	Compression tests		1600,0	61,4	-	38,4	-	-
10% B [8	Compression tests		1600,0	64,9	-	40,6	-	-
9	Compression tests		1600,0	65,2	-	40,8	-	-
20% B [11	Compression tests		1600,0	53,6	-	<33,5	-	-
12	Compression tests		1600,0	51,6	-	<32,2	-	-
13	Compression tests		1600,0	51,7	-	<32,3	-	-
14	Compression tests		1600,0	75,9	-	>47,4	-	-
5% M [15	Compression tests		1600,0	70,0	-	>43,8	-	-
16	Compression tests		1600,0	72,1	-	>45,0	-	-
10% M [17	Compression tests		1600,0	67,1	-	41,9	-	-
18	Compression tests		1600,0	67,4	-	42,1	-	-
19	Compression tests		1600,0	66,2	-	41,4	-	-
15% M [20	Compression tests		1600,0	58,8	-	36,8	-	-
21	Compression tests		1600,0	56,9	-	35,6	-	-
22	Compression tests		1600,0	60,1	-	37,5	-	-
20% M [23	Compression tests		1600,0	52,8	-	<33,0	-	-
24	Compression tests		1600,0	53,5	-	<33,5	-	-
25	Compression tests		1600,0	52,4	-	<32,7	-	-
26	Compression tests		1600,0	67,6	-	42,3	-	-
27	Compression tests		1600,0	64,5	-	40,3	-	-
28	Compression tests		1600,0	70,9	-	>44,3	-	-
29	Compression tests		1600,0	58,7	-	36,7	-	-
30	Compression tests		1600,0	56,5	-	35,3	-	-
31	Compression tests		1600,0	59,1	-	36,9	-	-
33	Compression tests		1600,0	51,2	-	<32,0	-	-
34	Compression tests		1600,0	51,9	-	<32,5	-	-
35	Compression tests		1600,0	56,4	-	35,2	-	-
36	Compression tests		1600,0	68,8	-	>43,0	-	-
37	Compression tests		1600,0	64,3	-	40,2	-	-
39	Compression tests		1600,0	57,9	-	36,2	-	-
40	Compression tests		1600,0	61,4	-	38,4	-	-
41	Compression tests		1600,0	59,4	-	37,1	-	-
42	Compression tests		1600,0	64,6	-	40,4	-	-

Annexe C : La résistance à la compression 28ème jour

Acc. EN 196 (simple)

22.04.201

DIN EN 196-1 Calculation Bestimmung der Festigkeit von Zement

Parameter table:

Creation date: 22/04/2018
 Age : 28 T
 Other : 0% B5% B10% B20% M5% M10% M15% M 20%

P5% P10% P20% SVB SVP

Results:

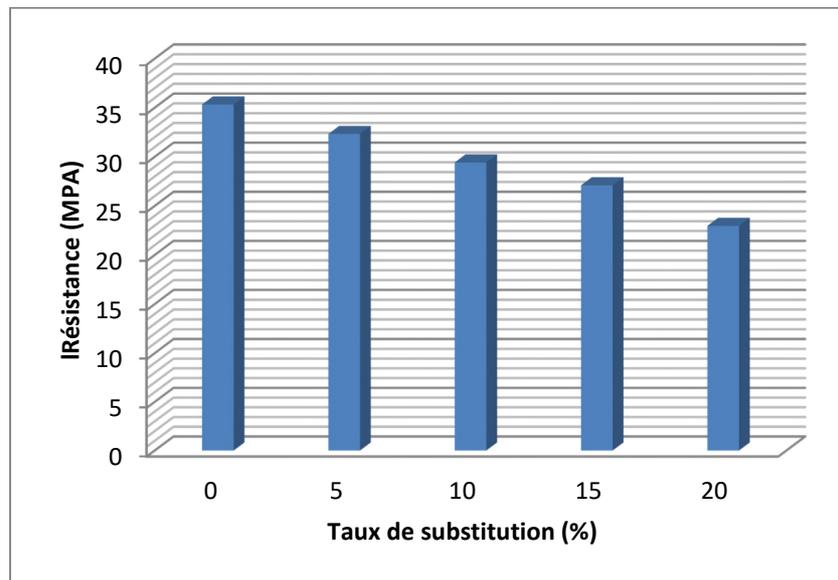
Nr	Evaluation	L	A mm ²	Resistance en KN		Contrainte. N/mm ² ou MPa		
				F _m kN	σ _{BZ} N/mm ²	σ ₀ N/mm ²	ρ g/cm ³	Outlier ₀ N/mm ²
max						50		
min						41,5		50
1	Compression tests		1600,0	99,5	-	>62,2	-	-
5	Compression tests		1600,0	95,0	-	>59,4	-	-
7	Compression tests		1600,0	79,4	-	49,6	-	-
8	Compression tests		1600,0	85,6	-	>53,5	-	-
9	Compression tests		1600,0	78,5	-	49,0	-	-
10	Compression tests		1600,0	86,8	-	>54,3	-	-
11	Compression tests		1600,0	81,2	-	50,7	-	-
12	Compression tests		1600,0	85,3	-	>53,3	-	-
13	Compression tests		1600,0	68,1	-	42,6	-	-
14	Compression tests		1600,0	73,1	-	45,7	-	-
15	Compression tests		1600,0	65,4	-	<40,9	-	-
16	Compression tests		1600,0	92,1	-	>57,5	-	-
17	Compression tests		1600,0	91,8	-	>57,4	-	-
18	Compression tests		1600,0	88,0	-	>55,0	-	-
19	Compression tests		1600,0	79,1	-	49,5	-	-
20	Compression tests		1600,0	83,3	-	>52,0	-	-
21	Compression tests		1600,0	84,7	-	>52,0	-	-
22	Compression tests		1600,0	73,7	-	46,1	-	-
24	Compression tests		1600,0	75,4	-	47,1	-	-
25	Compression tests		1600,0	79,1	-	49,4	-	-
26	Compression tests		1600,0	69,1	-	43,2	-	-
27	Compression tests		1600,0	68,0	-	42,5	-	-
28	Compression tests		1600,0	69,7	-	43,6	-	-
29	Compression tests		1600,0	86,8	-	>54,3	-	-
30	Compression tests		1600,0	90,2	-	>56,3	-	-
32	Compression tests		1600,0	76,4	-	47,7	-	-
33	Compression tests		1600,0	67,7	-	42,3	-	-
34	Compression tests		1600,0	70,8	-	44,2	-	-
35	Compression tests		1600,0	11,0	-	<6,9	-	-
36	Compression tests		1600,0	62,8	-	<39,3	-	-
37	Compression tests		1600,0	73,8	-	46,1	-	-
38	Compression tests		1600,0	71,5	-	44,7	-	-
39	Compression tests		1600,0	74,0	-	46,3	-	-
40	Compression tests		1600,0	76,3	-	47,7	-	-
41	Compression tests		1600,0	77,9	-	48,7	-	-
42	Compression tests		1600,0	68,0	-	42,5	-	-
43	Compression tests		1600,0	82,3	-	>51,4	-	-
44	Compression tests		1600,0	75,8	-	47,4	-	-
45	Compression tests		1600,0	71,5	-	44,7	-	-

**Annexe C : La résistance à la compression des mortiers incorporant
différents taux de métakaolin**

Mortier	Taux de métakaolin (%)	La résistance à la compression (MPa)		
		2 Jours	7 Jours	28 Jours
M0	0	36	45,6	62,2
		35,4	43,5	59,4
		34,6	47,6	/
		Résistance moyenne	35,33	45,57
M5	5	32,3	47,4	57,5
		33,2	43,8	55,4
		31,5	45	55
		Résistance moyenne	32,33	45,4
M10	10	28,8	41,9	49,5
		29,2	42,1	52
		30,3	41,4	52,9
		Résistance moyenne	29,43	41,8
M15	15	25,6	36,8	46,1
		28	35,6	47,1
		27,7	37,5	49,4
		Résistance moyenne	27,1	36,63
M4	20	23,9	33	43,2
		23,7	33,5	42,5
		21,3	32,7	43,6
		Résistance moyenne	22,97	33,07

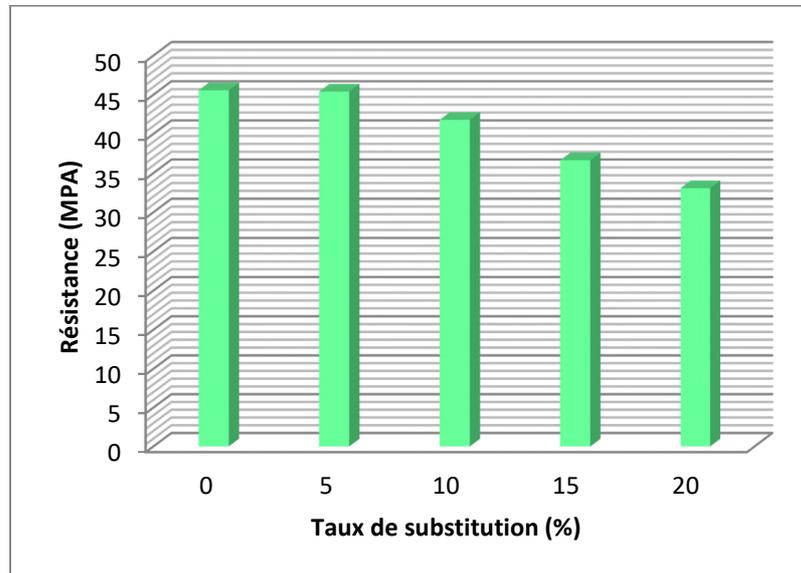
Annexe D : Histogramme de la résistance à la compression des mortiers

2^{ème} jour



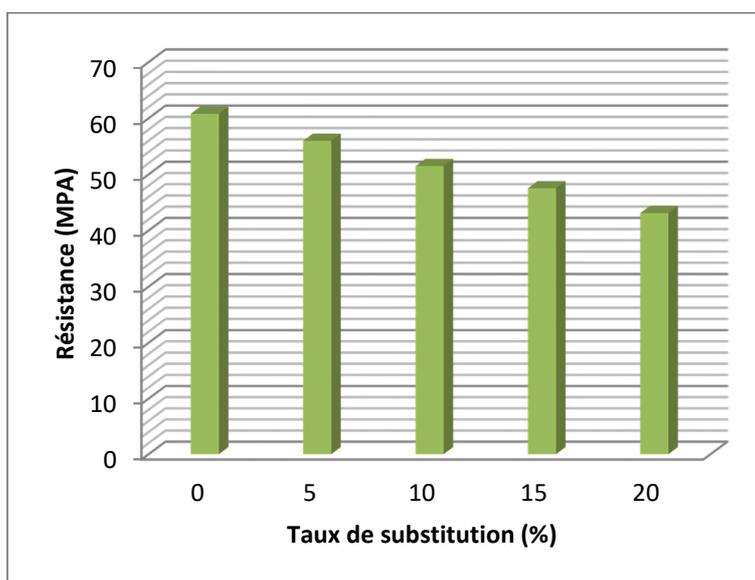
Annexe E : Histogramme de la résistance à la compression des mortiers

7^{ème} jour



Annexe F : Histogramme de la résistance à la compression des mortiers

28^{ème} jour



Annexe G : Analyse granulométrique par laser de métakaolin



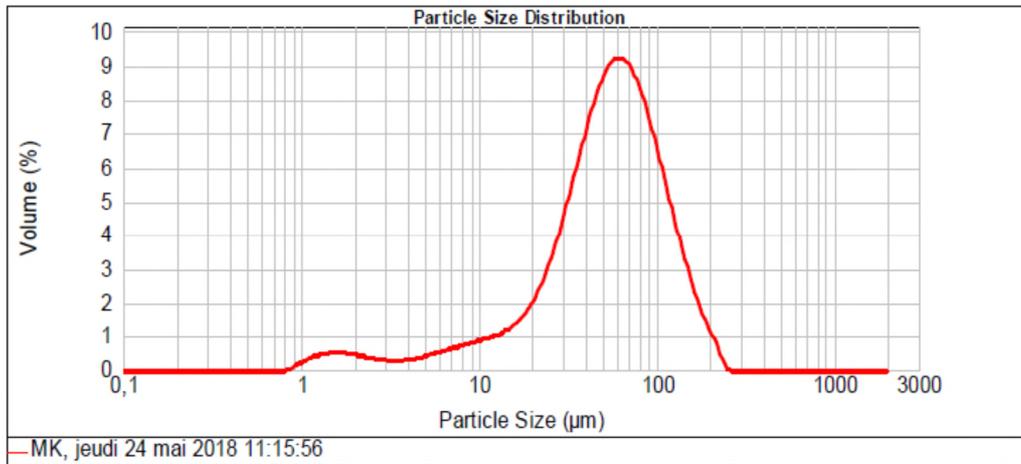
MASTERSIZER



Result Analysis Report

Sample Name: MK	SOP Name:	Measured: jeudi 24 mai 2018 11:15:56	
Sample Source & type:	Measured by: lmmc	Analysed: jeudi 24 mai 2018 11:15:57	
Sample bulk lot ref: 24/05/2018	Result Source: Measurement		
Particle Name: DEFAULT	Accessory Name: Scirocco 2000 (A)	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Normal
Particle RI: 1,520	Absorption: 1	Size range: 0,020 to 2000,000 um	Obscuration: 12,41 %
Dispersant Name: Dry dispersion	Dispersant RI: 1,000	Weighted Residual: 2,164 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0,0082 %Vol	Span : 1,920	Uniformity: 0,582	Result units: Volume
Specific Surface Area: 0,284 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 21,157 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 63,502 um	

d(0.1): 14,910 um d(0.5): 55,531 um d(0.9): 121,514 um



Size (µm)	Volume In %										
0,010	0,00	0,105	0,00	1,095	0,38	11,482	0,82	120,226	3,89	1258,925	0,00
0,011	0,00	0,120	0,00	1,259	0,44	13,183	1,05	138,038	2,81	1445,440	0,00
0,013	0,00	0,138	0,00	1,445	0,47	15,136	1,26	158,489	1,89	1659,587	0,00
0,015	0,00	0,158	0,00	1,660	0,46	17,378	1,59	181,970	1,16	1905,461	0,00
0,017	0,00	0,182	0,00	1,905	0,41	19,953	2,08	208,930	0,59	2187,762	0,00
0,020	0,00	0,209	0,00	2,188	0,41	22,909	2,78	239,883	0,59	2511,889	0,00
0,023	0,00	0,240	0,00	2,512	0,36	26,303	3,67	275,423	0,00	2894,032	0,00
0,026	0,00	0,275	0,00	2,884	0,30	30,200	4,72	316,228	0,00	3311,311	0,00
0,030	0,00	0,316	0,00	3,311	0,27	34,674	5,83	363,078	0,00	3801,894	0,00
0,035	0,00	0,363	0,00	3,802	0,27	39,811	6,89	416,869	0,00	4365,158	0,00
0,040	0,00	0,417	0,00	4,365	0,29	45,709	7,74	478,630	0,00	5011,872	0,00
0,046	0,00	0,479	0,00	5,012	0,35	52,481	8,25	549,541	0,00	5754,399	0,00
0,052	0,00	0,550	0,00	5,754	0,42	60,256	8,33	630,957	0,00	6606,934	0,00
0,060	0,00	0,631	0,00	6,607	0,51	69,183	7,96	724,436	0,00	7585,776	0,00
0,069	0,00	0,724	0,00	7,586	0,60	79,433	7,21	831,794	0,00	8709,636	0,00
0,079	0,00	0,832	0,08	8,710	0,68	91,201	6,20	954,993	0,00	10000,000	0,00
0,091	0,00	0,955	0,08	10,000	0,78	104,713	6,20	1096,478	0,00		
0,105	0,00	1,098	0,24	11,482	0,84	120,226	5,04	1258,925	0,00		

Operator notes:

Annexe H Analyse granulométrique de sable



MASTERSIZER

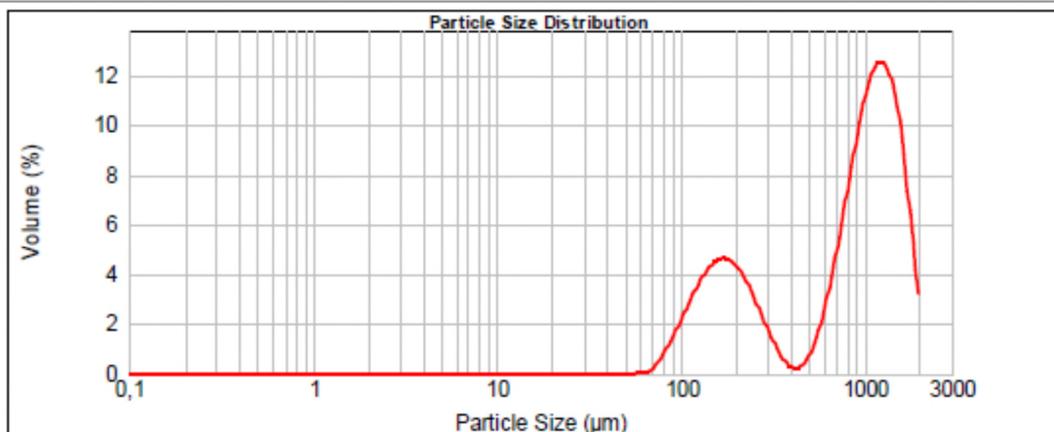


Result Analysis Report

Sample Name: SABLE
Sample Source & type: Immc
Sample bulk lot ref: 24/05/2018
SOP Name: Measurement
Measured: jeudi 24 mai 2018 11:22:35
Measured by: Measurement
Result Source: Measurement
Measured: jeudi 24 mai 2018 11:22:36
Analysed: jeudi 24 mai 2018 11:22:36

Particle Name: DEFAULT	Accessory Name: Scirocco 2000 (A)	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Normal
Particle RI: 1,520	Absorption: 1	Size range: 0,020 to 2000,000 um	Obscuration: 7,28 %
Dispersant Name: Dry dispersion	Dispersant RI: 1,000	Weighted Residual: 6,066 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0,0980 %Vol	Span : 1,535	Uniformity: 0,494	Result units: Volume
Specific Surface Area: 0,0154 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 389,453 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 873,319 um	

d(0.1): 142,236 um **d(0.5): 937,453 um** **d(0.9): 1580,943 um**



SABLE, jeudi 24 mai 2018 11:22:35

Size (µm)	Volume In %										
0,010	0,00	0,105	0,00	1,096	0,00	11,482	0,00	120,226	3,40	1258,925	10,97
0,011	0,00	0,120	0,00	1,259	0,00	13,183	0,00	136,038	3,96	1445,440	9,25
0,013	0,00	0,138	0,00	1,445	0,00	15,136	0,00	158,489	4,18	1659,587	5,57
0,015	0,00	0,158	0,00	1,660	0,00	17,378	0,00	181,970	3,99	1905,461	1,40
0,017	0,00	0,182	0,00	1,905	0,00	19,963	0,00	208,930	3,43	2187,762	0,00
0,020	0,00	0,209	0,00	2,188	0,00	22,909	0,00	229,883	2,89	2511,886	0,00
0,023	0,00	0,240	0,00	2,512	0,00	26,303	0,00	275,423	1,67	2894,032	0,00
0,026	0,00	0,275	0,00	2,884	0,00	30,200	0,00	316,228	1,67	3311,311	0,00
0,030	0,00	0,316	0,00	3,311	0,00	34,674	0,00	363,078	0,83	3801,894	0,00
0,035	0,00	0,363	0,00	3,802	0,00	39,811	0,00	416,869	0,25	4365,158	0,00
0,040	0,00	0,417	0,00	4,365	0,00	46,709	0,00	478,630	0,75	5011,872	0,00
0,046	0,00	0,479	0,00	5,012	0,00	52,481	0,00	549,541	1,99	5794,399	0,00
0,052	0,00	0,550	0,00	5,754	0,00	60,256	0,04	630,957	3,79	6606,934	0,00
0,060	0,00	0,631	0,00	6,607	0,00	69,183	0,36	724,436	6,00	7585,776	0,00
0,069	0,00	0,724	0,00	7,586	0,00	79,433	1,01	831,764	8,25	8709,636	0,00
0,079	0,00	0,832	0,00	8,710	0,00	91,201	1,76	954,993	10,21	10000,000	0,00
0,091	0,00	0,955	0,00	10,000	0,00	104,713	2,62	1096,478	11,25		
0,105	0,00	1,096	0,00	11,482	0,00	120,226		1258,925			

Operator notes: